



INVESTIGACIÓN

Índice de oxidación en carnes mediante la cuantificación espectrofotométrica de TBARS

Serpa Ortega, Amir; Aguayo Ulloa, Lorena

Resumen

Se describió y validó un método para determinar el índice de oxidación en carnes mediante la cuantificación de las sustancias reactivas al ácido tiobarbitúrico (TBARS). Los parámetros de desempeño evaluados incluyeron: la longitud de onda a la cual se da la máxima absorbancia, el intervalo de trabajo del instrumento, el límite de detección del instrumento (LDI), así como el límite de detección (LDM) y cuantificación del método (LCM), el intervalo de trabajo del método, y la precisión expresada como repetibilidad y precisión intermedia. Los resultados mostraron que la máxima absorbancia se presenta a 532 nm. Utilizando 1,1,3,3-tetraetoxipropano (TEP) como estándar de calibración, se estableció un intervalo de trabajo del instrumento entre 0,2 $\mu\text{mol L}^{-1}$ y 8,0 $\mu\text{mol L}^{-1}$. Los límites de detección del instrumento (LDI), del método (LDM) y de cuantificación del método (LCM) fueron de 0,01, 0,04 y 0,09 mg kg^{-1} , respectivamente, expresados en miligramos de malondialdehído (MDA) por kilogramo de muestra fresca. El intervalo de trabajo del método se definió desde el LCM (0,09 mg kg^{-1}) hasta 2,50 mg kg^{-1} . Finalmente, los coeficientes de variación para los ensayos de repetibilidad y precisión intermedia fueron inferiores al 11 % y 16 %.

Palabras clave: malondialdehído; oxidación lipídica; parámetros de desempeño

Procedencia: Este artículo se enmarca en el Proyecto de Investigación SATREPS, que se propuso investigar sobre el impacto de la alimentación de bovinos con base en forrajes sobre la calidad de la carne. Presentado el 14/2/2025, aprobado el 4/7/2025 y publicado el

DOI: <https://doi.org/10.33255/3675/2207>

Autorías: * Corporación Colombiana de Investigación Agropecuaria, AGROSAVIA, Centro de Investigación Turipaná (Colombia).

Contacto: laguayo@agrosavia.co



Oxidation index in meats by spectrophotometric quantification of TBARS

Summary

A method for determining the oxidation index in meats by quantifying thiobarbituric acid reactive substances (TBARS) was described and validated. The performance parameters evaluated included: the wavelength at which maximum absorbance occurs, the working range of the instrument, the instrument detection limit (LDI), as well as the method detection limit (LDM) and quantification limit (LQM), the method working range, and the precision expressed as repeatability and intermediate precision. The results showed that the maximum absorbance occurred at 532 nm. Using 1,1,3,3-tetraethoxypropane (TEP) as the calibration standard, the instrument's working range was established between 0.2 $\mu\text{mol L}^{-1}$ and 8.0 $\mu\text{mol L}^{-1}$. The instrument detection limits (LDI), method limits (LDM), and method quantification limits (LQM) were 0.01, 0.04, and 0.09 mg kg^{-1} , respectively, expressed as milligrams of malondialdehyde (MDA) per kilogram of fresh sample. The method's working range was defined from the LCM (0.09 mg kg^{-1}) to 2.50 mg kg^{-1} . Finally, the coefficients of variation for the repeatability and intermediate precision tests were less than 11 % and 16 %.

Keywords: malondialdehyde; lipid oxidation; performance parameters

Índice de oxidação em carnes através da quantificação espectrofotométrica de TBARS

Resumo

Descreve-se um método para a determinação do índice de oxidação em carnes, baseado na quantificação das substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS). Foram avaliados os seguintes parâmetros de validação: comprimento de onda de absorção máxima; intervalo de trabalho do equipamento; limite de detecção do instrumento (LDI); limites de detecção e de quantificação do método (LDM e LQM); intervalo de trabalho do método; e precisão (repetibilidade e precisão intermédia). Os resultados demonstraram que o máximo de absorção ocorre a 532 nm. O intervalo de trabalho do espectrofotômetro, utilizando 1,1,3,3-tetraetoxipropano (TEP) como padrão de calibração, foi estabelecido entre 0,2 e 8,0 $\mu\text{mol L}^{-1}$. O LDI, o LDM e o LQM foram de 0,01, 0,04 e 0,09 mg kg^{-1} , respectivamente, expressos em malondialdeído (MDA) por quilograma de amostra fresca. O intervalo de trabalho do método variou desde o LQM (limite inferior) até 2,50 mg kg^{-1} (limite superior). Os coeficientes de variação para a repetibilidade e para a precisão intermédia foram inferiores a 11% e 16%, respectivamente.

Palavras chave: Malondialdeído; Oxidação lipídica; Validação de método; TBARS; Carne

Introducción

La carne se enfrenta a un proceso natural conocido como oxidación lipídica, el cual ocurre mediante una reacción de propagación en cadena de radicales libres, en la que a partir de ácidos grasos insaturados (presencia de dobles enlaces) y oxígeno se forman hidroperóxidos mientras quede oxígeno y ácidos grasos oxidables. Estos hidroperóxidos son relativamente inestables e intervienen en reacciones que dan lugar a la formación de alcoholes, cetonas y aldehídos (Medina et al., 2016).

La industria de alimentos requiere de métodos sistemáticos para la determinación de la oxidación de los lípidos como condición imprescindible para llevar a cabo con seguridad un buen control de la calidad; estos varían desde las evaluaciones sensoriales sencillas hasta análisis químicos o físicos que requieren de instrumentos muy complejos. El sistema ideal sería aquel que tuviera alguna forma fácil y lógica de relacionar los valores numéricos del grado de oxidación obtenidos del análisis instrumental con las evaluaciones sensoriales; sin embargo, no existe ninguno que pueda correlacionar perfectamente ambas determinaciones (Hernández, 2016).

Los métodos químicos han sido de los más usados para estimar la concentración de aquellas sustancias que se generan una vez iniciado el proceso de oxidación de los lípidos. Entre estos, se destaca la medición de las TBARS que consiste en la reacción del MDA, un producto secundario de la oxidación lipídica, con el ácido tiobarbitúrico (TBA) para formar un pigmento rosa que puede medirse espectrofotométricamente. La intensidad del color rosa es directamente proporcional a la cantidad de MDA presente en la muestra, lo que refleja el grado de oxidación lipídica. Aunque la determinación de MDA mediante la reacción del TBA es discutida porque es muy inespecífica, los científicos incorporan su detección para la valoración de la peroxidación lipídica y el estrés oxidativo en cualquier sistema biológico por su bajo costo, sencillez y accesibilidad al procedimiento de detección (Céspedes et al., 2008).

Recientemente, las técnicas analíticas de Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia (HPLC, por sus siglas en inglés) han ofrecido mejor especificidad y sensibilidad hacia la determinación de MDA en alimentos y sistemas biológicos a partir del análisis del complejo MDA-TBA, cuantificando valores más bajos de MDA cuando se les compara con la técnica espectrofotométrica (Papastergiadis et al., 2012; Reitznerová et al., 2017.). Esto puede deberse a la alta selectividad de las técnicas cromatográficas, lo cual evita las interferencias que sobrestimen el valor de MDA. Sin embargo, al ser de alto costo, rutinariamente se acude a las TBARS o el índice de peróxido, entre

otras (Rojano et al., 2008). Por otro lado, se encuentra el uso de una técnica emergente, la cual consiste en un sistema no invasivo y de bajo costo para evaluar la frescura de la carne utilizando espectroscopia de impedancia eléctrica (EIS) combinada con un clasificador de imágenes. El objetivo es proporcionar una herramienta rápida y precisa para la determinación de la frescura, superando las limitaciones de los métodos tradicionales destructivos. Esta técnica se ha comparado con la determinación por medio de TBARS, encontrando que a medida que se incrementó el período de almacenamiento también aumentaron los TBARS, lo que indica que el análisis de TBARS sigue siendo un método efectivo para monitorear la frescura de la carne y puede ser correlacionado con estas nuevas tecnologías de análisis aplicados a la matriz de carnes (Huh et al., 2021).

Por último, las técnicas instrumentales juegan un papel importante para determinar el tiempo de vida útil al permitir calcular la concentración de sustancias secundarias derivadas de la oxidación que afectan las propiedades sensoriales e inocuidad de la carne. Antes de implementarse en los laboratorios estas técnicas deben someterse a pruebas de desempeño con el fin de evaluar la idoneidad bajo las condiciones de operación establecidas (Eurolab España, 2016).

Por consiguiente, el objetivo de este trabajo consistió en evaluar diferentes parámetros de desempeño con el fin de confirmar a través del examen y la aportación de evidencia objetiva que el método empleado cumple los requisitos particulares para su uso específico en la determinación de TBARS en carnes, expresada en concentración de MDA.

Materiales y métodos

Ubicación. La evaluación de los parámetros de desempeño se realizó en el Laboratorio de Química Analítica de la Unidad de Laboratorios del Centro Investigación Turipaná-AGROSAVIA, ubicado en kilómetro 13 Vía Montería-Cereté, Colombia, a una altura de 14 msnm, localizado geográficamente a 8°31'16" N y 5°58'11" O.

Reactivos y materiales. Se utilizaron los siguientes reactivos con pureza grado analítico: ácido tricloroacético (TCA)- $C_2HCl_3O_2$ Merck, ácido etilendiaminotetraacético (EDTA)- $C_{10}H_{16}N_2O_8$ Sigma Aldrich, ácido tiobarbitúrico (TBA)- $C_4H_4N_2O_2S$ MP Biomedical, ácido acético glacial- CH_3COOH Merck, etanol absoluto- C_2H_5OH Merck, galato de propilo- $C_{10}H_{12}O_5$ Sigma Aldrich y 1,1,3,3-tetraetoxipropano (TEP)- $C_{11}H_{24}O_4$ Merck.

Los materiales de laboratorio usados fueron balones aforados de 50, 100 y 1000 mL, beaker de 100, 500 y 1000 mL, bolsas para empacar al vacío, cuchillo metálico, frasco lavador, gradillas metálicas de 24 posiciones, frascos de plástico de 130 mL, tubos cónicos de 15 y 50 mL, pipeteador automático y tabla para picar.

Equipos. Los equipos empleados fueron agitador textural Hamilton Beach, agitador magnético DLAB, balanza analítica Sartorius, baño termostático Memmert, campana de extracción de gases Flores Valles, centrífuga para tubos de 15 y 50 mL MPW, congelador (-20°C) Supernórdico, empacadora al vacío Eurovac, espectrofotómetro uv-vis Macy, horno de convección forzada Binder, molino para carnes con disco de 2 mm BBG, refrigerador (2°C a 8°C) Supernórdico.

Muestras de estudio. Se usó carne de cerdo, res y pollo de 1 kg cada una, adquirida en supermercados de abasto en la ciudad de Montería, Córdoba, las cuales venían en empaque al vacío para su comercialización. Las muestras fueron transportadas en cadena de frío hasta llegar a las instalaciones del Laboratorio de Química Analítica y fueron conservadas a -20°C .

Para este estudio no se emplearon materiales de referencia (MR) o materiales de referencia certificados (MRC) en la matriz de carnes que contengan la determinación de TBARS expresado en concentración de MDA, debido a su ausencia entre los proveedores de MR y/o MRC consultados.

Preparación de las muestras

Las muestras fueron refrigeradas a 4°C durante 24 h para descongelamiento. Una vez descongeladas se procedió a retirar toda la grasa superficial y se cortó en trozos que facilitaran la molienda. Esta se realizó en molino para carnes con disco, el cual cuenta con orificios de 2 mm de diámetro.

Con el fin de encontrar una respuesta de mayor concentración de MDA y establecer un mayor intervalo de medición se doparon las muestras de res y pollo partiendo de 50 g de muestra molida en cada una. A la muestra de res se le adicionaron en total 15 mL de TEP en concentración $300\ \mu\text{mol L}^{-1}$, mientras que a la muestra de pollo se le adicionaron 10 y 5 mL de TEP en concentración $10\ \mu\text{mol L}^{-1}$ y $300\ \mu\text{mol L}^{-1}$, respectivamente.

Las muestras se homogeneizaron y se dejaron en reposo por 24 h a -20°C para posteriormente realizar la determinación de MDA en mg kg^{-1} siguiendo el protocolo establecido.

Extracción y cuantificación de MDA. Se siguió el método de extracción y cuantificación espectrofotométrica propuesto inicialmente por Patton et al. (1951), con posteriores modificaciones por parte de Erkan et al. (2008). Se pesaron en balanza analítica $5 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ de la muestra preparada y se transfirieron a un frasco plástico de 130 mL para posterior adición de 30 mL de solución que contiene TCA 7,5 % - EDTA 0,1 % y Galato de propilo 0,1 % p/v. Se realizó agitación en agitador textural por 5 min en indicación de velocidad «Low». El homogeneizado fue transferido a un tubo cónico de 50 mL y centrifugado a 5000 rpm durante 10 min. Se realizó una segunda centrifugación a 10 mL de sobrenadante a 5000 rpm durante 10 min con el fin de tener un extracto más claro.

Una alícuota de 1,5 mL de muestra fue tomada y mezclada con 1,5 mL de TBA. En paralelo se prepararon estándares de calibración de TEP en concentraciones de 0, 0,2, 2,0, 4,0, 6,0, y 8,0 $\mu\text{mol L}^{-1}$. Como blanco de proceso se usó la solución de TCA 7,5 % - EDTA 0,1 % y Galato de propilo 0,1 % p/v preparada de igual forma que la muestra. La curva de calibración, muestras y blanco proceso fueron incubadas en baño termostático entre 90 y 95 °C durante 40 min para desarrollo del color.

Parámetros de desempeño. Para el desarrollo de la estandarización del método se realizó una comprobación de longitud de onda de máxima absorbancia para lo cual se preparó una solución a 4,0 $\mu\text{mol L}^{-1}$ de TEP y se realizó un «barrido» en el intervalo de longitudes de onda de 525 nm a 540 nm con resolución de 1 nm. El intervalo lineal del instrumento se determinó realizando una inspección visual de la linealidad usando concentraciones del estándar de calibración desde 0,2 a 10,0 $\mu\text{mol L}^{-1}$. El LDI se determinó con lecturas de siete réplicas de blanco de reactivo. El LDM se determinó con lectura de siete réplicas de blancos de proceso. El LCM se estableció y comprobó por medio de un estándar que corresponde al primer punto de la curva de calibración. El intervalo de trabajo del método se asignó como valor mínimo y máximo el encontrado en las muestras sometidas al proceso de extracción. La precisión se determinó en términos de repetibilidad y precisión intermedia, donde para la repetibilidad se realizaron siete repeticiones por muestra durante un día y para la precisión intermedia se realizaron catorce repeticiones por muestra en un período de dos días.

Análisis estadístico. Se realizó análisis de mínimos cuadrados para la curva de calibración seleccionada y se calcularon estadígrafos como promedio, desviación estándar, coeficiente de variación sobre los parámetros de desempeño de precisión y límites de detección y cuantificación.

Adicionalmente se realizó una prueba t para comparación de medias en el parámetro de desempeño de precisión intermedia. Para el procesamiento de datos se usó el software de hojas de cálculo Microsoft Excel de Office 365.

Resultados y discusión

En la Tabla 1 se observa la comprobación de la longitud de onda en donde se presenta la máxima absorbancia, la cual corresponde a 532 nm con absorbancia de 0,648.

La longitud de onda óptima de 532 nm concuerda con lo reportado en la literatura para el complejo MDA-TBA (Zárate y Avila, 2017; Zhang et al., 2016), validando nuestras condiciones instrumentales.

Tabla 1. Absorbancias en el intervalo de 525 nm a 540 nm

Estándar de 4,0 $\mu\text{mol L}^{-1}$	
Longitud de onda (nm)	Absorbancia
525	0,568
526	0,574
527	0,591
528	0,608
529	0,624
530	0,636
531	0,644
532	0,648
533	0,646
534	0,639
535	0,626
536	0,607
537	0,585
538	0,561
539	0,543
540	0,536

nm: nanómetros.

Fuente: elaboración propia.

En la Figura 1 se observan los resultados de la inspección visual del intervalo lineal de la curva de calibración. Se encontró que a partir del estándar de $8,0 \mu\text{mol L}^{-1}$ se presenta una caída en la pendiente de la curva indicando que en este punto empieza a disminuir la respuesta lineal de la concentración vs la respuesta del instrumento, por lo cual se estableció como intervalo lineal el comprendido entre $0,2 \mu\text{mol L}^{-1}$ y $8,0 \mu\text{mol L}^{-1}$.

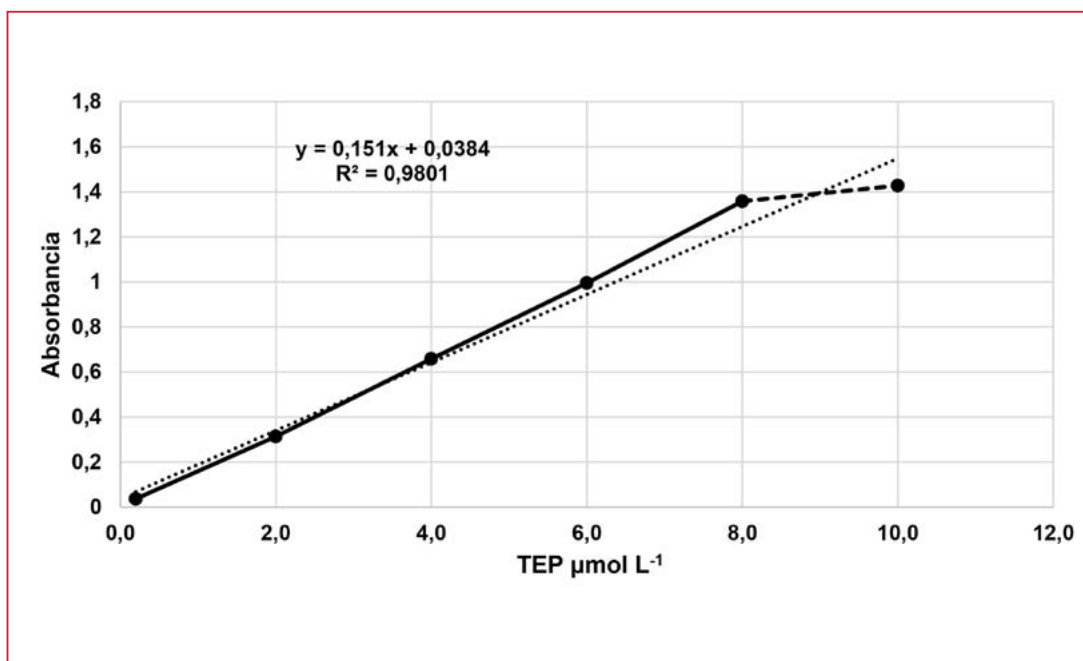


Figura 1. Inspección visual del rango lineal del instrumento

Fuente: elaboración propia

Se realizó un análisis por el método de mínimos cuadrados para el intervalo lineal seleccionado (Tabla 2), cumpliéndose así los siguientes criterios para aceptar la linealidad de la curva de calibración:

Coefficiente de correlación: t calculado $>$ t tabulado (dos colas, grados de libertad $n-2$). Se acepta la hipótesis H_1 : Existe correlación entre x , y .

Pendiente: t calculado $>$ al t tabulado (dos colas grados de libertad $n-2$). Se acepta la hipótesis H_1 : Pendiente significativamente distinta de cero.

Punto de corte, intercepto: t calculado $<$ t tabulado (dos colas grados de libertad $n-2$). Se acepta la hipótesis H_0 : Intercepto significativamente igual a cero.

Tabla 2. Análisis por método de mínimos cuadrados

$\mu\text{mol L}^{-1}$	Absorbancia curva promedio	DE (Absorbancia)	CV (%)
0,2	0,037	0,004	10,698
2,0	0,329	0,019	5,814
4,0	0,664	0,038	5,795
6,0	0,991	0,061	6,114
8,0	1,318	0,073	5,503
Pendiente	0,1645		
Intercepto	0,0032		
R²	1,0000		
R	1,0000		
Sxx	38,430		
Error típico S y/x	0,0029		
Suma de Cuadrados residuales	0,00003		
S intercepto	0,0023		
S pendiente	0,0005		
t cal coeficientes R² y R	347,52		
t crítico coeficientes R² y R	3,1800		
t-Student calculado- Pendiente	347,53		
t-Student crítico pendiente	3,1800		
t-Student calculado- intercepto	1,3700		
t-Student crítico intercepto	3,1800		

«Absorbancia curva promedio» se refiere al promedio de siete curvas de calibración. DE: desviación estándar de las absorbancias en cada punto. CV: coeficiente de variación en porcentaje para la absorbancia de cada punto.

Fuente: elaboración propia.

El LDI arrojó como resultado un valor de $0,01 \text{ mg kg}^{-1}$ de MDA, mientras que para el LDM y LCM los valores fueron $0,04 \text{ mg kg}^{-1}$ y $0,07 \text{ mg kg}^{-1}$ de MDA, respectivamente.

Teniendo en cuenta la cercanía del LCM calculado por medio de blancos proceso al valor en mg kg^{-1} de MDA del primer punto de la curva de calibra-

ción, se aproximó el LCM al primer punto de la curva y se estableció en 0,09 mg kg⁻¹ de MDA. Asimismo, se realizó la comprobación de este límite con medidas sucesivas del estándar del primer punto de la curva de calibración (0,2 µmol L⁻¹), como se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3. Comprobación del límite de cuantificación del método

Réplicas	MDA mg kg ⁻¹
\bar{x}	0,09
DE	0,01
CV (%)	8,98

\bar{x} : promedio de siete réplicas del estándar de 0.2 µmol L⁻¹. DE: desviación estándar de las réplicas. CV: coeficiente de variación en porcentaje de las réplicas.

Fuente: elaboración propia.

Se evaluó la precisión como repetibilidad y precisión intermedia, teniendo como criterio de aceptación para ensayos de repetibilidad y reproducibilidad los coeficientes de variación (CV) reportados por la AOAC de acuerdo con el nivel de concentración expresada en mgkg⁻¹ de analito (Tabla 4).

Tabla 4. Criterio de aceptación AOAC (2016), Apéndice F

Niveles de concentración	<1 mg kg ⁻¹	1 mg kg ⁻¹ a 10 mg kg ⁻¹
CV Máximo permitido (AOAC) - Repetibilidad	11%	7,3%
CV Máximo permitido (AOAC) - Precisión intermedia	16%	11%

Fuente: elaboración propia a partir de AOAC (2016), Apéndice F.

En las tablas 5 y 6 se presentan los resultados para repetibilidad y precisión intermedia, cumpliendo en ambos casos con el criterio de aceptación.

Tabla 5. Repetibilidad

Estadísticos	MDA mg kg ⁻¹		
	VAL-0001	VAL-0002	VAL-0003
\bar{x}	0,25	0,87	2,32
DE	0,02	0,03	0,05
CV (%)	9,50	3,19	2,09
Criterio de aceptación CV (%) (AOAC)	11 %		7,3 %

\bar{x} : promedio de siete réplicas de las muestras. DE: desviación estándar de las réplicas. CV: coeficiente de variación en porcentaje. VAL-0001 es la muestra de cerdo. VAL-0002 es la muestra de res dopada con TEP. VAL-0003 es la muestra de pollo dopada con TEP.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 6. Precisión intermedia

Estadísticos	MDA mg kg ⁻¹		
	VAL-0001	VAL-0002	VAL-0003
\bar{x}	0,24	0,86	2,50
DE	0,03	0,02	0,05
CV (%)	10,41	2,67	1,95
Criterio de aceptación CV (%) (AOAC)	<16 %		<11 %

\bar{x} : promedio de catorce réplicas de las muestras en dos días de análisis. DE: desviación estándar de las réplicas. CV: coeficiente de variación en porcentaje. VAL-0001 es la muestra de cerdo. VAL-0002 es la muestra de res dopada con TEP. VAL-0003 es la muestra de pollo dopada con TEP.

Fuente: elaboración propia.

La prueba t de comparación de medias se realizó sobre las repeticiones de las muestras VAL-0001, VAL-0002 y VAL-0003 (tablas 7, 8 y 9, respectivamente) entre el DÍA 1 y el DÍA 2, teniendo como hipótesis y criterios de aceptación y/o rechazo lo siguiente:

Hipótesis nula (H_0): $\mu_1 = \mu_2$ $\mu_1 - \mu_2 = 0$

Hipótesis alterna (H_1): $\mu_1 \neq \mu_2$ $\mu_1 - \mu_2 \neq 0$

Donde μ es la media de cada grupo de datos.

Se rechaza H_0 si:

1. el valor absoluto t-Student calculado (estadístico t) es mayor al t tabulado (valor crítico de t dos colas).

$$|t \text{ calculado}| > t \text{ tabulado}$$

2. Si el *p*-valor es menor al alfa de significancia de la prueba de t-Student ($\alpha = 0.05$).

$$p - \text{valor} \leq \alpha$$

Tabla 7. Prueba t-Student VAL-0001

Parámetros	VAL-0001- DÍA 1	VAL-0001- DÍA 2
Media	0,249390316	0,239533296
Varianza	0,000561454	0,00078527
Observaciones	7	7
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	12	
Estadístico t	0,710649384	
P(T<=t) dos colas	0,490883316	
Valor crítico de t (dos colas)	2,17881283	

VAL-0001 es la muestra de cerdo.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 8. Prueba t-Student VAL-0002

Parámetros	VAL-0002- DÍA 1	VAL-0002- DÍA 2
Media	0,873808831	0,855938422
Varianza	0,000778325	0,000189562
Observaciones	7	7
Varianza agrupada	0,000483944	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	12	
Estadístico t	1,519745944	
P(T<=t) dos colas	0,154475657	
Valor crítico de t (dos colas)	2,17881283	

VAL-0002 es la muestra de res dopada con TEP.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 9. Prueba t-Student VAL-0003

Parámetros	VAL-0003- DÍA 1	VAL-0003- DÍA 2
Media	2,323583074	2,674075783
Varianza	0,002362704	0,001483085
Observaciones	7	7
Varianza agrupada	0,001922894	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	12	
Estadístico t	-14,95323988	
P(T<=t) dos colas	4,02768E-09	
Valor crítico de t (dos colas)	2,17881283	

VAL-0003 es la muestra de pollo dopada con TEP.

Fuente: elaboración propia.

De acuerdo con la prueba t, no se rechaza la H_0 para las muestras VAL-0001 (Tabla 7) y VAL-0002 (Tabla 8) entre el DÍA 1 y DÍA 2, por lo cual no hay diferencia estadísticamente significativa entre las medias.

Para el caso de la muestra VAL-0003 (Tabla 9), la prueba t-Student arrojó que sí existe diferencia significativa entre las medias de las repeticiones entre DÍA 1 y DÍA 2. Este efecto puede estar relacionado al dopaje de la muestra con una mayor concentración de TEP y un mayor efecto sobre la homogeneidad del sistema; sin embargo, de acuerdo con el criterio de aceptación de la AOAC que tiene como límite superior un CV del 11 % y habiendo obtenido un CV experimental de 1,95 %, se puede apreciar una amplia diferencia, lo cual sugiere la suficiente precisión del método en el intervalo de concentración superior en condiciones de análisis rutinario.

El intervalo lineal del instrumento ($0,2-8,0 \mu\text{mol L}^{-1}$ de TEP) resultó ser más amplio que el reportado por Wang et al. (2002), en donde como límite máximo establecieron $5 \mu\text{mol L}^{-1}$ de TEP. Los límites de detección obtenidos (LDM: $0,04 \text{ mg kg}^{-1}$; LCM: $0,09 \text{ mg kg}^{-1}$) resultaron ser significativamente bajos, lo que demuestra la gran sensibilidad del método. La precisión demostrada (CV $<11\%$ en repetibilidad y $<16\%$ en precisión intermedia) cumple con los criterios AOAC para métodos analíticos en matrices alimentarias, particularmente en el rango de bajas concentraciones ($<1 \text{ mg kg}^{-1}$), donde la técnica suele presentar mayor variabilidad.

El dopaje con TEP permitió simular condiciones avanzadas de oxidación, extendiendo el intervalo de trabajo hasta $2,50 \text{ mg kg}^{-1}$ de MDA. Esta aproximación metodológica resulta particularmente útil para evaluar muestras con alta susceptibilidad a la oxidación o en estudios de vida útil. Sin embargo, se recomienda precaución al extrapolar estos resultados a matrices con perfiles lipídicos radicalmente diferentes, ya que la composición grasa puede afectar la eficiencia de extracción del MDA.

Conclusiones

Se validó un protocolo TBARS para carnes con parámetros de desempeño que cumplen los requisitos de métodos analíticos cuantitativos. El método demostró una sensibilidad adecuada (LCM: $0,09 \text{ mg kg}^{-1}$), precisión aceptable (CV $\leq 16\%$), linealidad en el rango de $0,2-8,0 \mu\text{mol L}^{-1}$. El dopaje con TEP permitió establecer un intervalo de trabajo amplio ($0,09-2,50 \text{ mg kg}^{-1}$ MDA). La técnica es confiable para el monitoreo rutinario de oxidación en carnes, aunque se recomienda validación específica para matrices atípicas (muestras con diferente composición grasa o sometidas a procesos de conservación). Estos hallazgos

proporcionan un marco de referencia estandarizado para laboratorios que implementen TBARS en control de calidad cárnico, optimizando la reproducibilidad entre estudios.

Agradecimientos

A la Agencia de Cooperación Internacional del Japón (JICA) a través del proyecto SATREPS convenio RD n.º 2111, al Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural de Colombia (MADR), código interno ID 1001653, ID 1002570, ID1002686. Al amable pueblo japonés.

Referencias bibliográficas

- AOAC (2016). Appendix F: *Guidelines for Standard Method Performance Requirements*. www.aoac.org/wp-content/uploads/2019/08/app_f.pdf
- CÉSPEDES, E. y Castillo, J. (2008). La peroxidación lipídica en el diagnóstico del estrés oxidativo del paciente hipertenso: realidad o mito. *Revista Cubana de Investigaciones Biomédicas*, 27(2), 0-0. http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S086403002008000200003&lng=es&ftlng=es
- ERKAN, N. y Ozden, O. (2008). Quality assessment of whole and gutted sardines (*Sardina pilchardus*) stored in ice. *International Journal of Food Science and Technology*, 43, 1549-1559. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2007.01579.x>
- EUROLAB ESPAÑA. P.P. Morillas y colaboradores. Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados (1ª ed. 2016). www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_ES.pdf
- HERNÁNDEZ, J. (2016). Implementación de la técnica para la determinación cuantitativa de malondialdehidos en materias primas (harina y aceite de pescado) y productos terminados de piscicultura para la compañía industrial de productos agropecuarios (CIPA S.A). <https://repositorio.utp.edu.co/server/api/core/bitstreams/c9eb3357-4eff-4683-a469-b357d9f2b161/content>
- HUH, S.; Kim, H.-J.; Lee, S.; Cho, J.; Jang, A. y Bae, J. (2021). Utilization of electrical impedance spectroscopy and image classification for non-invasive early assessment of meat freshness. *Sensors*, 21, 1001. <https://doi.org/10.3390/s21031001>
- MEDINA, J.; Melica, A.; Lorenzati, J. y Pérez, G. (2016). Study of a protocol for determining autoxidation in lipids of freshwater fish products. *Nexo Revista Científica*, 29(01), 14-21. <http://dx.doi.org/10.5377/nexo.v29i01.4396>
- PAPASTERGIADIS, A.; Mubiru, E.; Van Langenhove, H. y De Meulenaer, B. (2012). Malondialdehyde measurement in oxidized foods: evaluation of the spectrophotometric Thiobarbituric Acid Reactive Substances (TBARS) Test in various foods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*,

- 60(38), 9589-9594. doi:10.1021/jf302451c
- PATTON, S. y Kurtz, G. (1951). 2-thiobarbituric acid as a reagent for detecting milk fat oxidation. *J. DairySci*, 34, 669-674. <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0022030251917638?token=70AC09BDB18D8325AE4C12B20C920C6A6007BF237CAE82CE6823DA6E7F8B78CA3A883C69E130F1E047CE7AE63B64F40B&originRegion=us-east-1&originCreation=20221014133615>
- REITZNEROVÁ, A.; Šuleková, M.; Nagy, J.; Marcinčák, S.; Semjon, B.; Čertík, M. y Klempová, T. (2017). Lipid peroxidation process in meat and meat products: a comparison study of malondialdehyde determination between Modified 2-Thiobarbituric Acid Spectrophotometric Method and reverse-phase high-performance liquid chromatography. *Molecules*, 22(11), 1988. DOI:10.3390/molecules22111988.
- ROJANO, B.; Gaviria, C. y Sáez, J. (2008). Determinación de la actividad antioxidante en un modelo de peroxidación lipídica de mantequilla inhibida por el isoespintanol. *Vitae*, 15(2), 212-218. www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=s0121-40042008000200002&lng=en&tlng=es
- WANG, B.; Pace R.; Dessai A.; Bovell-Benjamin, A y Phillips B. (2002). Modified extraction method for determining 2-thiobarbituric acid values in meat with increased specificity and simplicity. *Journal of Food Science*, 67, 2833-2836.
- ZÁRATE, M. y Ávila, F. (2017). Optimización de la técnica de TBA para medir la estabilidad oxidativa en carne de pollo. *Jóvenes en la ciencia*, 2(1), 49-52. www.jovenesenlaciencia.ugto.mx/index.php/jovenesenlaciencia/article/view/996
- ZHANG, H.; Wu, J. y Guo, X. (2016). Effects of antimicrobial and antioxidant activities of spice extracts on raw chicken meat quality. *Food Science and Human Wellness*, 5(1), 39-48. <https://doi.org/10.1016/j.fshw.2015.11.003>