ANÁLISIS DE LECHE DE OVEJA CON LA TÉCNICA NIRS: COMPARACIÓN DE DISTINTOS MÉTODOS DE TRATAMIENTO DE MUESTRA

ALBANELL E., CÁCERES P.*, CAJA G., MOLINA E., GARGOURI A.

Agricultura y Producción Animal. Fac. Veterinaria. Universitat Autónoma de Barcelona. 08193 Bellaterra (Barcelona).

* Bran+Luebbe S.L., Caleruega 102, 2803 Madrid.

INTRODUCCIÓN

En los últimos años se han desarrollado diferentes técnicas analíticas de tipo físico para la determinación rápida y simultánea de constituyentes en leche y derivados lácteos. Entre ellos, los equipos basados en la espectroscopia en el infrarrojo cercano (NIRS) y en el infrarrojo medio son los más difundidos. La zona espectral correspondiente al infrarrojo cercano está comprendida entre 0.8-2.5 μ, mientras que en el infrarrojo medio está entre 2.5-25 μ.

Los analizadores para leche, están provistos de homogeneizadores diseñados para reducir el tamaño del glóbulo de grasa, siendo éste un componente esencial en los analizadores que utilizan el infrarrojo medio (Smith et al., 1993 y 1995).

La tecnología de NIRS es muy utilizada actualmente en la industria alimentaria y se han descrito calibraciones tanto para leche de vaca como para productos lácteos (Sato et al., 1987; Giangiacomo y Nzabonimpa, 1994; Rodríguez et al., 1995). Sin embargo, hay escasas referencias de la aplicación de esta tecnología en el análisis de leche de oveja (Pascual et al., 1995). Los analizadores NIRS permiten el análisis de muestras bajo distintas formas de presentación (sólido, polvo, pastoso o líquido), utilizándose diferentes tipos de cápsulas según sea el estado físico de la muestra. Según la metodología utilizada las medidas se realizan por transflectancia o reflectancia. En ambos casos, previamente al tratamiento de los datos y la realización de las calibraciones, éstos son transformados en absorbancia (A=log 1/Reflectancia, A=log 1/Transmitancia).

El objetivo de este estudio es el desarrollo y evaluación de calibraciones NIRS para leche de oveja y la comparación de las calibraciones obtenidas utilizando tres tratamientos de muestra: transflectancia, reflectancia y transflectancia con homogeneización previa.

MATERIAL Y MÉTODOS

Colección de muestras: Se utilizaron un total de 128 muestras distintas de leche de oveja de raza Manchega y Lacaune del rebaño experimental de la Facultad de Veterinaria de Barcelona. Las muestras procedían de los controles individuales de producción de leche realizados semanalmente durante toda la lactación (8 am y 5 pm). Tras la adición de dicromato potásico, las muestras fueron conservadas a 4°C y analizadas al día siguiente.

Análisis químico: Las muestras se analizaron por duplicado determinándose la Proteína Bruta (N x 6.38) y la Grasa Bruta (Gerber).

Análisis NIRS: Se utilizó un autoanalizador InfraAlyzer 450 (Bran+Luebbe) dotado de 19 filtros. Cada muestra fue medida por duplicado de tres formas diferentes (Tabla 1).

Las calibraciones se realizaron con 113 muestras para la grasa y 90 para la proteína. Finalmente se usaron, para ambos parámetros, 15 muestras para validar las calibraciones obtenidas.

Tabla 1. Forma de presentación de las muestras utilizadas en las medidas NIRS.

	Homogeneizador	Temperatura	Medida	Paso óptico
Unidad líquidos	Si	40°C	Transflectancia	Fijo (<0.3 mm)
Cápsula italiana	No	ambiente	Reflectancia	No fijo
Cápsula británica	No	ambiente	Transflectancia	Fijo (=0.3 mm)

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Tabla 2 se puede observar que las muestras usadas para la calibración y la validación cubrieron amplios rangos de variación para cada uno de los componentes, representando la variabilidad que debe esperarse en la práctica en los parámetros a predecir.

Tabla 2. Composición de las muestras (%) de leche de oveja utilizadas en el análisis NIRS.

	Calibración				Validación			
	n	Rango	Media	SD	n	Rango	Media	SD
Proteína	113	4.15- 7.36	5.57	0.64	15	4.41- 7.49	5.48	0.68
Grasa	90	4.60-12.50	7.01	1.21	15	4.60- 9.20	6.86	1.11

Las mejores calibraciones se obtuvieron utilizando 4 filtros, para el contenido en proteína, y 3 para el contenido en grasa. Los parámetros estadísticos de las calibraciones pueden observarse en la Tabla 3.

Las calibraciones obtenidas para la predicción del contenido en proteína, presentaron unos coeficientes de correlación (R) de 0.96 al utilizar el homogenizador y transflectancia; 0.95 con la cápsula italiana y reflectancia y 0.98 con la cápsula británica y transflectancia. El mayor valor de R (0.98) fue obtenido con la cápsula británica utilizando los filtros: 1778, 1818, 2139 y 2180 nm. El mayor error estándar de calibración (SEC) obtenido fue de 0.200 para la cápsula italiana, mientras que el menor 0.132 lo presentó la calibración obtenida con la cápsula británica. El coeficiente de variación de las calibraciones fueron en todos los casos inferior o igual al 3.7%.

Los valores de R para las calibraciones de grasa fueron satisfactorios para las tres calibraciones obtenidas. El valor superior (0.99) se obtuvo con la cápsula británica y transflectancia, utilizando los filtros: 1680, 1722 y 1818 nm. Los valores de SEC obtenidos variaron desde 0.258 para el homogenizador a 0.171 para la cápsula británica.

Los resultados estadísticos de la validación (Tabla 3) también fueron en general satisfactorios. Puede observarse que los valores del error estándar de predicción (SEP) se encuentran entre 0.168-0.258 para la proteína y entre 0.186-0.283 para la grasa, siendo el sesgo cercano a 0. En leches comerciales de vaca con un 2-5% de grasa se han obtenido valores de SEP de 0.177 (Kamishikiryo et al., 1994).

Tabla 3. Estadísticos de calibración y validación para la predicción de la composición de leche de oveja.

Componentes y	Calibración		Validación			
método utilizado	R	SEC	r	SEP	Sesgo	Pendiente
Proteína						
Homogeneizador	0.96	0.199	0.94	0.258	0.180	0.967
C. Italiana	0.95	0.200	0.96	0.196	0.041	1.082
C. Británica	0.98	0.132	0.97	0.168	0.056	0.998
Grasa						
Homogeneizador	0.98	0.258	0.97	0.283	0.091	1.004
C. Italiana	0.98	0.226	0.99	0.186	0.064	1.013
C. Británica	0.99	0.171	0.98	0.225	0.084	0.986

R = coeficiente de correlación múltiple; SEC = error estándar de calibración; r = coeficiente de correlación; SEP = error estándar de predicción.

Los resultados obtenidos en este estudio muestran que las calibraciones NIRS obtenidas sin utilizar la unidad de líquidos, utilizando la cápsula británica (de aluminio) y el sistema típico para sólidos, puede ser de interés para predecir de forma rápida y bastante precisa el contenido en proteína y grasa de leche de oveja.

La ventaja que presenta el uso de esta metodología, es la posibilidad de trabajar a temperatura ambiente y sin acondicionamiento previo de la muestra (homogeneización). Además permite utilizar la misma configuración de autoanalizador tanto para el análisis de líquidos, como es el caso de la leche, como para el análisis de sólidos como queso o leche en polvo.

BIBLIOGRAFIA

Giangiacomo R., Nzabonimpa R. 1994. *Bull. Int. Dairy Fed*, 298:37-42.

Kamishikiryo H., Oritani Y., Takamura H., Matuba T. 1994. *J. Food. Sci.*, 59:313-315.

Pascual J.J., Molina P., Puchades R. 1995. Proc. 7th. Int. Conf. NIRS, Montreal, Canada.

Rodriguez J.L., Hermida M., Cepeda A. 1995. *J. AOAC*, 78:802-806.

Sato T., Yoshimo M., Furukawa S., Someya Y., Yano N., Vozumi J., Iwamoto M. 1987. *Jpn. J. Zootech. Sci.*, 58:698-706.

Smith E.B., Barbano D.M., Lynch J.M., Fleming J.R. 1993. *J. AOAC*, 76:1033-1041.

Smith E.B., Barbano D.M., Lynch J.M., Fleming J.R. 1995. *J. AOAC*, 78:1225-1233.