

ANÁLISIS NIRS DE PARÁMETROS QUÍMICOS Y MICROBIOLÓGICOS DE LECHE DE CABRA Y SUERO DE QUESERÍA

M^a Dolores Pérez Marín¹; Ana Garrido Varo¹; Juan M. Serradilla Manrique¹; Nieves Núñez Sánchez¹; José L. Ares² y Julio Sánchez González³.

¹ Departamento de Producción Animal. Avda. Menéndez Pidal s/n. 14080 -Córdoba.

² C.I.F.A. Hinojosa del Duque (Córdoba). Junta de Andalucía.

³ Fromandal, S.A. Lebrija (Sevilla).

INTRODUCCIÓN

La legislación vigente en materia alimentaria obliga a la industria láctea a la realización de una serie de controles para garantizar la seguridad alimentaria y la calidad del producto. Asimismo, en muchos casos la industria láctea realiza el pago de la leche al ganadero teniendo en cuenta la calidad tanto bacteriológica como nutricional del producto. Aunque la mayoría de los análisis requeridos en la leche se pueden realizar con métodos instrumentales, es necesario para ello disponer de distintos equipos de elevado coste (Milkoscan, Fossomatic, Bactoscan) para poder obtener un análisis completo. En este sentido la tecnología NIRS aporta como ventajas principales su rapidez y sobre todo su versatilidad, no sólo porque permite la determinación de todos los parámetros requeridos en el análisis de leche, sino porque además permite el análisis de otros productos derivados como el suero de quesería o el queso.

Existen estudios previos sobre la aplicación de la Espectroscopía NIRS a la determinación de la composición de leche de diferentes especies: caprino (Díaz et al., 1993; Angulo, 1997; Albanell et al., 1999), ovino (Pascual et al. 1996; Albanell et al. 1997; Núñez et al. 2001), vacuno (Tsenkova et al., 1995), si bien en la mayoría de los casos se han venido realizando con ganaderías experimentales. En el presente estudio sin embargo se utilizaron muestras procedentes de una industria, buscando reproducir lo que serían las condiciones de trabajo reales en su laboratorio o en un laboratorio interprofesional.

El presente estudio se plantea como objetivo el desarrollo de ecuaciones de calibración NIRS para la determinación de los parámetros de calidad de leche de cabra y suero de quesería.

MATERIAL Y MÉTODOS

Material experimental

Se han utilizado 123 muestras de leche de cabra y 109 muestras de suero de quesería procedentes de la empresa Fromandal, S.A., cuya colaboración con el Dpto. de Producción Animal de la ETSIAM se enmarca dentro del Proyecto de Investigación 1FD1997-0990. La toma de muestras se realizó semanalmente en la industria, a lo largo de un período de un año (Enero2000-Enero2001), con el propósito de recoger la máxima variabilidad en relación a la época del año.

Previo a su análisis, las muestras se calentaron a 40°C en estufa y se agitaron (invirtiendo varias veces el bote que las contenía) para conseguir la homogeneización de la grasa dentro de la fase acuosa.

Análisis químico

Las muestras se analizaron por duplicado para la determinación en leche y suero de grasa (Gerber), sólidos totales (estufa a $103 \pm 2^\circ\text{C}$) y proteína (Kjeldahl). En leche además se determinaron los contenidos de caseína (Kjeldahl) y lactosa (Milko-Scan), y se realizó el recuento de bacterias/ml (Bactoscan) y de células somáticas (Fossomatic).

Análisis espectroscópico NIRS

El análisis NIRS de las muestras de leche y suero se realizó en un instrumento monocromador FOSS NIRSystems 6500 I provisto de módulo giro, que trabaja en reflectancia en la región del espectro comprendida entre 400-2500 nm. Las medidas se realizaron en cápsulas circulares de doble transmisión, con superficie reflectante de oro y paso óptico de 0.1 mm. Cada muestra se analizó por duplicado en dos cápsulas diferentes, utilizándose para el estudio posterior el espectro medio.

El tratamiento quimiométrico de los datos espectroscópicos y químicos generados se realizó utilizando el software WinISI 1.04 (ISI, 1998). En primer lugar, y en base únicamente a información espectral, se estructuró la población muestral y se eliminaron las muestras que resultaron anómalas, para lo que se utilizó el algoritmo "Center" del software citado. Se procedió después al desarrollo de las ecuaciones de calibración, para lo cual se utilizaron las siguientes opciones: MPLS (Modified Partial Least Squares) como método de regresión; la región 1100-2500 nm (cada 2 nm); los tratamientos SNV y Detrending para la corrección de los fenómenos de radiación difusa. Asimismo, se ensayaron dos tratamientos matemáticos de derivación. Los estadísticos utilizados para la selección de las mejores ecuaciones de calibración fueron: el error típico de los residuales para el colectivo de calibración (ETC) y para el de validación cruzada (ETVC), el coeficiente de determinación para el proceso de calibración (R^2) o validación cruzada (r^2), junto con los ratios RPD (DT/ETVC) y RER (Rango/ETVC), aconsejándose en la bibliografía valores del RPD superiores a 3 y valores del RER superiores a 10 (Williams y Sobering, 1996).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Tabla 1 presenta las características de los colectivos de calibración de leche y suero de cabra empleados, mostrando sus valores de composición media, rango de variación y desviación típica (DT) para cada uno de los parámetros analíticos testados.

Tabla1. Composición (%) y recuentos de (expresado en miles) y células somáticas (expresado en miles) de las muestras de leche de cabra y suero analizadas.

	LECHE			SUERO		
	Media	Rango	DT	Media	Rango	DT
Grasa	4,99	4,0-6,4	0,701	0,941	0,70-1,35	0,127
Sólidos totales	13,50	11,69-15,59	0,967	7,103	6,29-7,84	0,332
Proteína	3,76	3,31-4,55	0,277	1,110	0,88-1,54	0,148
Caseína	3,60	3,09-4,33	0,275	-	-	-
Lactosa	4,37	4,03-4,68	0,158	-	-	-
Bacterias/ml	890,83	20,0-3500	761,96	-	-	-
C. somáticas	2495,10	1343-4168	624,56	-	-	-

C. somáticas: Células somáticas

Tabla 2. Estadísticos de calibración obtenidos para el análisis cuantitativo de leche de cabra.

Parámetro	N	ETC	ETVC	r ²	RPD	RER
Grasa	112	0,18	0,20	0,92	3,44	11,76
Sólidos totales	105	0,19	0,22	0,95	4,40	17,73
Proteína	106	0,05	0,07	0,94	3,90	17,46
Caseína	93	0,05	0,07	0,93	3,83	17,27
Lactosa	97	0,04	0,05	0,89	3,02	12,43
Bacterias/ml	93	353,97	499,32	0,58	1,53	6,97
C. Somáticas	97	169,14	276,89	0,81	2,26	10,20

N: número de muestras utilizadas en calibración

Las ecuaciones de calibración NIR desarrolladas muestran una elevada precisión para la predicción de la composición química de leche de cabra (Tabla 2), encontrándose los valores del coeficiente de determinación de la regresión (r^2) en torno a 0,9 para todos los parámetros. Asimismo, los errores de calibración presentaron valores muy bajos, siendo en todos los casos inferiores a los obtenidos por Díaz et al. (1993) (0,26 en grasa, 0,15 en proteína, 0,29 en caseína y 0,09 en lactosa), y por Angulo (1996) (0,42 en grasa, 0,20 en proteína y 0,60 en sólidos totales), utilizando en ambos casos el método DESIR, así como a los obtenidos en presentación líquida por Albanell et al. (1999) (0,24 en grasa, 0,18 en proteína y 0,34 en sólidos totales).

En el caso del recuento de células somáticas (Tabla 2), parámetro éste de gran importancia desde el punto de vista higiénico-sanitario, la ecuación desarrollada presenta una adecuada precisión. Tsenkova et al. (1995), trabajando con leche de vaca, desarrollaron un modelo de predicción NIRS para el recuento de células somáticas, obteniendo un valor de r^2 de 0,35, muy inferior al 0,81 resultante en el presente trabajo.

Para la predicción del número de bacterias totales presentes en la leche (Tabla 2), la ecuación de calibración NIRS desarrollada explica el 58% de la variabilidad de la población debida a dicho parámetro, lo que indica que permite la separación entre muestras de alto, medio y bajo contenido en bacterias/ml (Shenk y Westerhaus, 1996). Conviene destacar que el colectivo de calibración ($n=93$) es todavía reducido si se tiene en cuenta la dificultad del parámetro testado, por lo que la ampliación de dicho colectivo seguramente posibilitaría el aumento de la precisión de dicha aplicación.

Tabla 3. Estadísticos de calibración obtenidos para la predicción de la composición de suero de quesería.

Parámetro	N	ETC	ETVC	r^2	RPD	RER
Grasa	106	0,07	0,08	0,66	1,69	8,64
Sólidos totales	104	0,18	0,19	0,67	1,75	8,16
Proteína	101	0,05	0,07	0,76	2,11	9,43

N: número de muestras utilizadas en calibración

En el caso del suero de quesería se logran igualmente ecuaciones de una adecuada precisión (Tabla 3). Las calibraciones obtenidas para grasa, sólidos totales y proteína presentan valores del ETVC muy bajos, y aunque los valores de r^2 están en torno a 0,7 es normal dado los reducidos rangos de variación existentes para los tres constituyentes analizados, lo que también se ve reflejado en los discretos valores de los estadísticos RPD y RER.

CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos confirman la viabilidad de la tecnología NIRS para la predicción de parámetros químicos, microbiológicos y recuento de células somáticas en leche de cabra, así como para la predicción de la composición de suero de quesería. Las ventajas que la utilización de esta tecnología reportaría al sector lácteo frente a otro tipo de técnicas de análisis químico o instrumental vienen derivadas fundamentalmente de la rapidez de análisis, y sobre todo de su versatilidad, en cuanto a tipo producto y a parámetro a determinar.

BIBLIOGRAFÍA

- Albanell E., Cáceres P., Caja G., Molina E. y Gargouri A. 1997. ITEA, Vol. Extra 18, Tomo II: 664-666.
 Albanell E., Peris S., Rovai M., Caja G. y Such X. 1999. ITEA, Vol. Extra 20, Tomo I: 161-163.
 Angulo C. 1997. Tesis Doctoral. Universidad de Córdoba.
 Díaz E., Muñoz A., Alonso A. y Serradilla J.M. 1993. J. Near Infrared Spectroscopy 1: 141-146.
 ISI, 1998. FOSS NIRSystems/TECATOR. Infracore International, LLC. Sylver Spring MD, USA.
 Núñez N., Garrido A., Serradilla J.M. y Ares J.L.. 2001. ITEA (en prensa).
 Pascual J.J., Molina P. y Puchades R. 1996. Near Infrared Spectrosc.: The Future Waves. Davies A.M.C. y Williams P.C.(Eds.). NIR Publications, Chichester, G.B.: 559-564.
 Tsenkova R., Itoh K., Himoto J. y Asahida K. 1995. Leaping Ahead with Near Infrared Spectroscopy. Eds. Royal Australian Chemical Institute, Victoria, Australia: 329-333.
 Shenk J.S. y Westerhaus, M.O. 1996. Near Infrared Spectrosc.: The Future Waves. Davies A.M.C. y Williams P.C.(Eds.). NIR Publications, Chichester, G.B.: 198-202.
 Williams P.C. y Sobering D. 1996. Near Infrared Spectrosc.: The Future Waves. Davies A.M.C. y Williams P.C.(Eds.). NIR Publications, Chichester, G.B.: 185-188.

Agradecimientos

El presente trabajo se ha desarrollado en el marco del Proyecto CICYT-Feder IFD1997-0990, utilizando el equipamiento e infraestructura del SCAI (Unidad NIR/MIR) de la UCO, con la colaboración técnica de D^a Francisca Baena, D. Alberto Sánchez de Puerta, D. Antonio López y D^a Isabel Leiva del Dpto. de Producción Animal (ETSIAM-UCO).