

NOVIEMBRE 1980

Utilización del MILKOTESTER MK - III - U - Photometer en el análisis de materia grasa de leche en polvo

ing. quím. o. páez

ing. quím. r. tenconi

quím. farm. a. m. dovat

monografías tecnológicas

serie lácteos

1



Laboratorio Tecnológico del Uruguay

SUMMARY

In this work the possibility of utilizing the Milko Tester MK III U-Photometer in the determination of milk fat in partly skimmed milk powder or whole milk powder was studied. This method was compared to the Roesse-Gottlieb and Gerber reference procedures and the maximum standard deviation found for the whole milk powder was $\pm 0,004$ and $\pm 0,002$ for the partly skimmed milk powder. From the comparative statistical analysis the correlation values were found to be 0,998 for the partly skimmed milk powder and 0,991 for the whole milk powder.

UTILIZACION DEL MILKO TESTER MK III U-PHOTOMETER EN EL ANALISIS DE MATERIA GRASA DE LECHE EN POLVO

RESUMEN

Del presente trabajo surge la posibilidad de utilización del Milko Tester MK III U-Photometer en el análisis de la materia grasa de la leche en polvo, integral o descremada. Comparando este método con los métodos clásicos y laboriosos de Roesse-Gottlieb y Gerber da resultados alentadores encontrándose que el porcentaje de desviación máxima fue de $\pm 0,04$ en la leche en polvo integral y de $\pm 0,002$ para la leche en polvo descremada en polvo. Del estudio estadístico comparativo entre ambos procedimientos se encontraron valores de correlación de 0,998 para la leche descremada y 0,991 para la leche entera.

INTRODUCCION

La importancia de la materia grasa en los productos lácteos en polvo es reconocida a nivel mundial y en ella se basa la diferenciación en categorías de composición.

Hace ya 90 años que Babcock en los Estados Unidos, introdujo el procedimiento que lleva su nombre para la determinación de materia grasa en leche y crema. Los antecedentes a este método se remontan a 1854 y están muy bien detallados por Newlander J. A. y Atherton H. V. (6). En 1892, dos años después de Babcock, un químico suizo, Gerber, introduce un butirómetro y su método de ensayo de amplia difusión en nuestro país. Posteriormente se introduce el método Roesse-Gottlieb que sufre en USA la modificación de Mojonier, con el doble propósito de determinar materia grasa y humedad (5).

Estos métodos clásicos han sufrido pocas variaciones, consistentes en simplificaciones y automatizaciones y basan sus resultados en principios, materiales de laboratorio, reactivos y equipos diferentes. También el insumo de tiempo es diferente, cosas que pueden influir en la selección del método a utilizar.

Hace algunos años se introdujeron métodos instrumentales dentro de los que se señala el introducido por la Cía. Foss Electric de Dinamarca, con su aparato Milko Tester para la determinación de la materia grasa en la leche fluida (2) (7).

En el mismo aparato la leche es homogeneizada, complejada la proteína y el contenido de materia grasa medido por una célula fotoeléctrica.

Los principios en que se basan estos tres métodos analíticos se describen a continuación:

a. — Roesse-Gottlieb.

Se basa en el ataque del producto lácteo por medio de una solución concentrada de hidróxido de amonio sobre la combinación grasa-proteína, el poder del alcohol etílico de romper la emulsión del producto y la posterior extracción de la grasa por medio de una mezcla en partes iguales de éter etílico y éter de petróleo.

El éter de petróleo es utilizado para disminuir la solubilidad del agua y del alcohol en el éter etílico y por lo tanto disminuir la solubilidad de

las sales en la capa etérea. El éter de petróleo disminuye también la solubilidad del éter en la capa acuosa.

b. — Gerber.

Este método se basa en la disolución de las proteínas y sustancias minerales por medio del ácido sulfúrico. El alcohol amílico adicionado reacciona con el ácido sulfúrico formando un éster completamente soluble en el ácido, disminuyendo la tensión superficial entre los glóbulos de grasa y la mezcla producto-ácido sulfúrico, facilitando la separación cuantitativa de la materia grasa que se desplaza hacia la columna graduada del butirómetro.

c. — Milko Tester.

Este método está basado en el principio de dispersión de la luz. La muestra en estado líquido es mezclada con una solución de EDTA y agitada mecánicamente en un pequeño recipiente.

El producto diluído es pasado a través de un homogenizador de cuatro pasos para asegurar un adecuado tamaño de los glóbulos grasos. La solución homogeneizada pasa a través de una cubeta para formar un film delgado. La transparencia de este film a la luz, que es función de la cantidad de glóbulos grasos presentes, es convertida en una lectura directa del porcentaje de materia grasa.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En esta monografía se estudia la utilización del Milko Tester para la determinación de la materia grasa en los productos lácteos en polvo, comparándolo con los métodos de referencia Roesse-Gottlieb y con el Gerber que son los que normalmente se utilizan en nuestro país.

Se utilizó el Milko Tester MK III-UPhotómetro Tipo 12810 N° 717 011 con digitalizador tipo 17310 N° 703011. Este equipo admite la muestra solamente en estado líquido y fue diseñado para la determinación de materia grasa de la leche fluída.

Se trabajó con muestras de leche en polvo descremada y entera, previa reconstitución, con la suposición a priori de que este equipo podía ser útil para analizar el contenido de materia grasa de las mismas, aunque el estado final del producto no fuera similar al de la leche fluída.

El Milko Tester consta de: a) un instrumento central, b) un equipo auxiliar donde se encuentra el panel de lectura y c) unidades de calibración (calibox). Estas unidades de calibración dan la posibilidad de tener el equipo calibrado en distintos niveles de materia grasa, lo que facilita y agiliza el uso del Milko Tester.

Una de las unidades se calibró entre 0,05 % y 1,0 % y la otra entre 2,5 y 8 % de materia grasa. Con estos valores quedan cubiertos los rangos de trabajo para leche descremada y leche integral.

Otra de las ventajas de las unidades de calibración es que una vez calibrado dentro del rango específico, pueden volverse a calibrar para otro rango distinto, sin que se pierda la calibración anterior. Esto hace al equipo mucho más versátil ya que pueden cubrirse cualquier rango que se desee con mayor precisión.

a. — CALIBRACION EN EL RANGO DE 0,05-1,0 % (LECHE DESCREMADA).

Para cubrir este rango de Materia Grasa se hizo una mezcla de leche en polvo descremada y leche en polvo entera. Se reconstituyó esa mezcla con agua destilada para obtener un tenor de materia grasa del orden de 1,0 %

Como método de referencia se utilizó el de Gerber, empleando un butirómetro graduado de 0 a 1 %. Se determinó por quintuplicado el contenido de materia grasa con un mismo butirómetro obteniéndose un valor promedio de 0,96 %. A partir de este valor, por diluciones en matraces aforados se prepararon soluciones para obtener 6 puntos de la curva.

Se calculó el porcentaje teórico de materia grasa en cada punto y luego se determinó el mismo en el Milko Tester.

Los resultados promedios fueron los siguientes:

CUADRO N° 1. — DIFERENCIA ENTRE EL VALOR TEORICO Y EL LEIDO EN EL MILKO TESTER.

	1	2	3	4	5	6
VALOR TEORICO CALCULADO POR DILUCION %	0,048	0,096	0,288	0,480	0,768	0,960
LECTURA DEL MILKOTESTER "4": 4.00 % "8": 8.00 %	0,050	0,097	0,289	0,478	0,764	0,947
DIFERENCIA	+0,002	+0,001	+0,001	-0,002	-0,004	-0,013

Graficando las diferencias del contenido de materia grasa de cada muestra contra el nivel de grasa determinado, se obtiene una curva que indica la desviación dentro del rango elegido (FIGURA N° 1). Hecha la corrección en la unidad de calibración, el Calibox está pronto para ser utilizado:

Punto "4,00 %" se debe colocar en 4,00.

Punto "8,00 %" se debe colocar en 7,50.

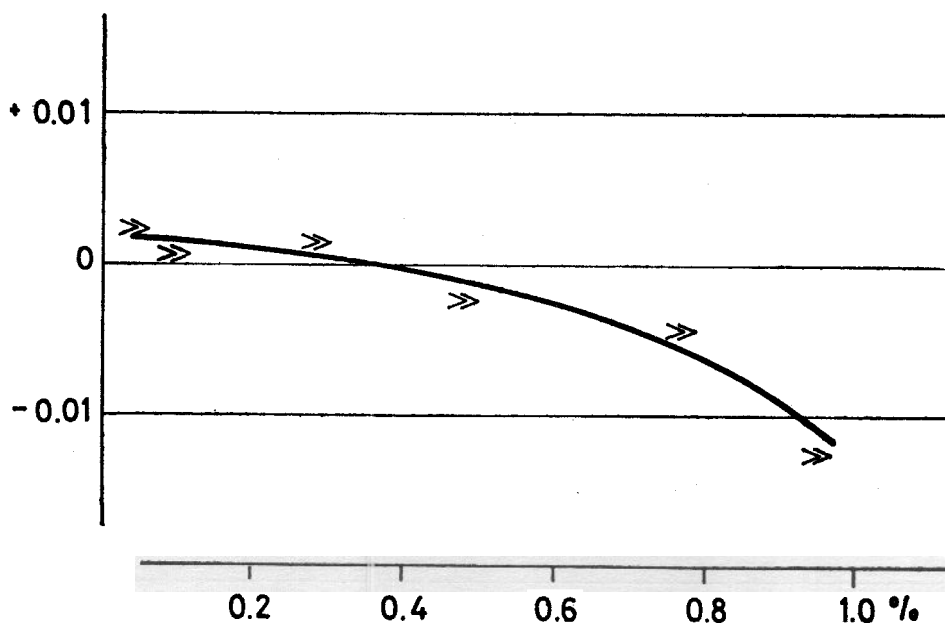
b. — Calibración en el rango de 2,5 % - 8,00 % de materia grasa.

Para cubrir el rango elegido, se preparan mezclas a partir de leche fluida (M. grasa \cong 2,6) y crema de leche (M. grasa \cong 40 %).

Para calcular las cantidades a mezclar para los distintos puntos elegidos arbitrariamente, pero que cubrieran todo el rango seleccionado se aplicó la siguiente fórmula:

$$b = \frac{a(x - 0,026)}{(0,40 - x)}$$

FIGURA N° 1 — DESVIACION DE LA LECTURA EN EL RANGO DE 0.05 - 1.0 % DE MATERIA GRASA.



donde:

- a = gramos de leche de M.G. \cong 2,6 %
- b = gramos de crema de M.G. = 40 %
- x = % de M.G. deseada en la mezcla.

También en este caso se utilizó el método Gerber como método de referencia, utilizando butirómetros tales que la columna de materia grasa a leer fuera por lo menos el 80 % de la escala total.

Cada muestra preparada como se describió anteriormente fue analizada por triplicado por el método de Gerber y por Milkotester.

Los resultados promedios fueron los siguientes:

CUADRO N° 2. — DIFERENCIA ENTRE EL VALOR PROMEDIO DETERMINADO POR EL METODO DE GERBER CON EL LEIDO EN EL MIKO TESTER.

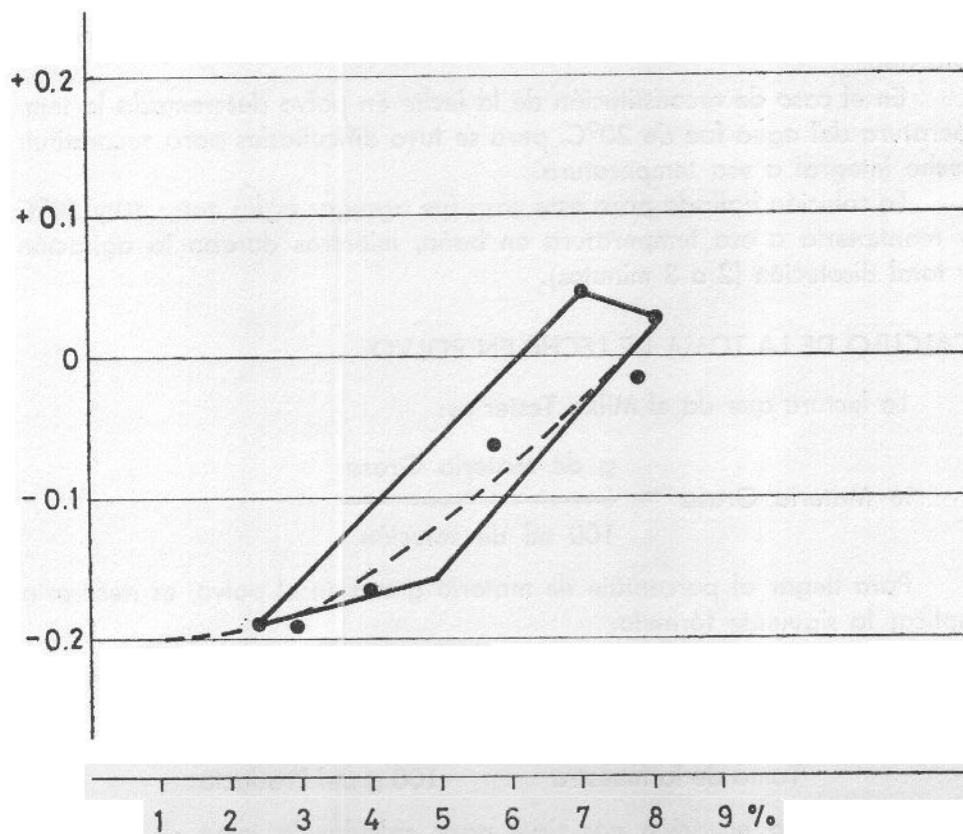
	1	2	3	4	5	6	7	8
BUTIROMETRO %	2,56	3,00	4,01	4,83	5,75	6,93	7,73	8,00
MILKO TESTER								
"4": 4,00 %	2,37	2,81	3,84	4,67	5,68	6,97	7,71	8,02
"8": 8,00 %								
DIFERENCIA	-0,19	-0,19	-0,17	-0,16	-0,07	+0,04	-0,02	+0,02

Graficando las diferencias del contenido de materia grasa de cada muestra contra el nivel de grasa determinado, se obtiene una curva que nos da la desviación en el rango elegido (FIGURA N° 2). Se observan los valores de la ordenada de corte de la curva con las abscisas "4,00 %" y "8,00 %" que son los de corrección.

El Calibox debe quedar con los siguientes parámetros:

- punto "4,00 %" debe colocarse en 4,16.
- punto "8,00 %" debe colocarse en 7,98.

FIGURA Nº 2. — DESVIACION DE LA LECTURA EN EL RANGO DE 2.5 - 8.0 % DE MATERIA GRASA.



Una vez corregido el calibox se comprobaron las distintas muestras observándose una total concordancia entre los valores leídos en el butímetro y el Milko Tester (CUADRO Nº 3).

CUADRO Nº 3. — DIFERENCIA ENTRE EL VALOR PROMEDIO DETERMINADO POR GERBER Y LEIDO EN EL MILKO TESTER DESPUES DE CORREGIDO EL CALIBOX.

	2	3	4	5	6
BUTIROMETRO %	3,00	4,01	4,83	5,75	6,93
MILKO TESTER PROMEDIO					
"4": 4,16	2,96	3,98	4,79	5,72	6,95
"8": 7,98					
DIFERENCIA	-0,04	-0,03	-0,04	-0,03	+0,02

ENSAYOS SOBRE LECHE EN POLVO

Las muestras de leches en polvo se analizaron por duplicado por dos métodos, Roese-Gottlieb y Milko Tester.

Se utilizó Roese-Gottlieb como método de referencia porque es el recomendado en el AOAC (4), Standard Methods (1) y A.S. NIRO ATOMIZER (3), (5) para productos lácteos en polvo.

Para el Milko Tester como se señaló anteriormente se procede a la reconstitución de la leche. Para la reconstitución de la leche se pesa una cantidad exacta de la misma y se diluye con agua destilada en matraz aforado.

En el caso de reconstitución de la leche en polvo descremada la temperatura del agua fue de 20°C, pero se tuvo dificultades para reconstituir leche integral a esa temperatura.

La solución hallada para este caso fue agregar agua entre 40 y 50°C y mantenerla a esa temperatura en baño, mientras duraba la agitación y total disolución (2 a 3 minutos).

CÁLCULO DE LA TOMA DE LECHE EN POLVO

La lectura que da el Milko Tester es:

$$\% \text{ Materia Grasa} = \frac{\text{g de Materia Grasa}}{100 \text{ ml de solución}}$$

Para llegar al porcentaje de materia grasa en el polvo, es necesario aplicar la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de M.G. en el polvo} = \text{Lectura del Milko Tester} \times \frac{\text{Volumen del Matraz}}{\text{Toma de la muestra}} \times \frac{\text{g de M. Grasa}}{100 \text{ g del Producto}}$$

Esta misma ecuación nos sirve para calcular la toma de leche en polvo para el análisis. Lo hacemos estimando la Materia Grasa que tiene el producto; la lectura que queremos en el Milko Tester según el rango calibrado y el volumen del matraz a utilizar.

Ej. para Leche integral en polvo:

$$\begin{aligned} \text{Toma} &= \text{Lectura del Milko Tester} \times \frac{\text{Volumen del matraz}}{\% \text{ de Mat. Grasa en el polvo}} = \\ &= \frac{3 \times 200 \text{ ml}}{28} = 21.4 \text{ g} \end{aligned}$$

Ej. para Leche descremada en polvo:

$$\text{Toma} = \frac{0,05 \times 200 \text{ ml}}{0,6 \%} = 16,66 \approx 17, \text{ g}$$

Las tomas dentro del rango anteriormente determinado son pesadas exactamente y llevadas a matraz aforado de 200 ml, diluyéndolas, resultando de esta forma soluciones apropiadas para ser ensayadas en el Milko Tester.

DATOS ANALITICOS

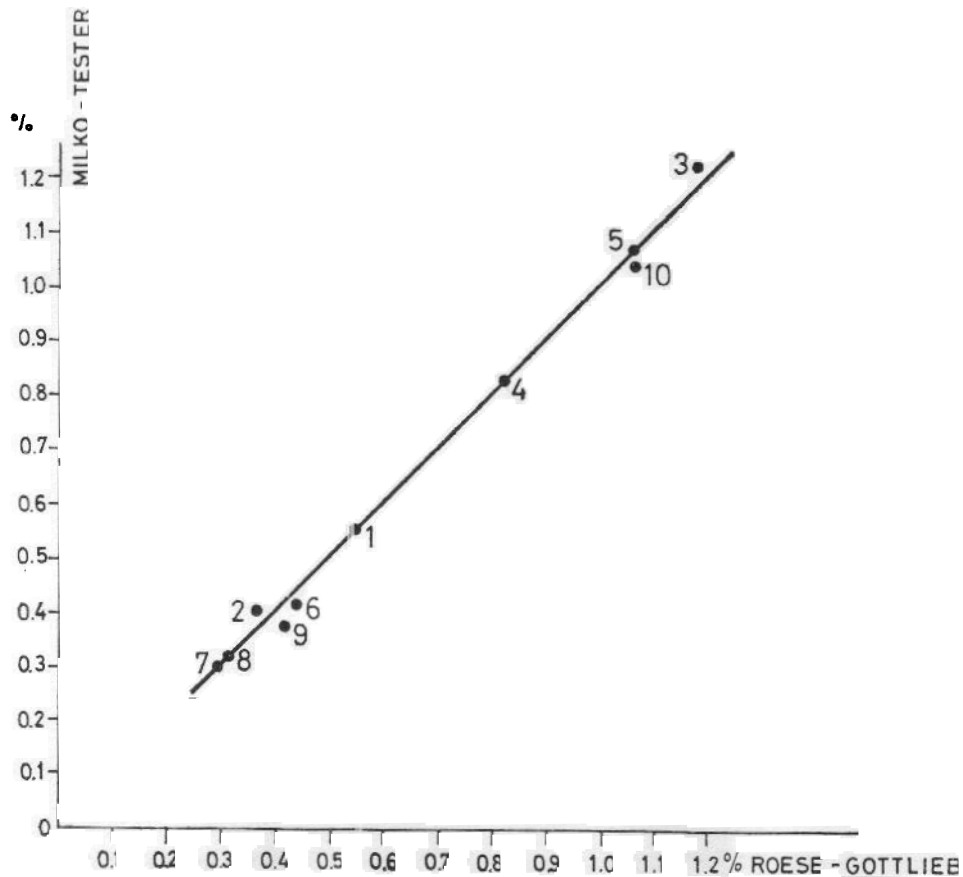
a. — Leche Descremada.

Se analizaron las muestras de leche en polvo descremada por duplicado, estando los datos promedios resumidos en el Cuadro N° 4 y graficados en la FIGURA N° 3.

CUADRO N° 4. — RESULTADOS PROMEDIO SOBRE 10 MUESTRAS EN DUPLICADO DE LECHE EN POLVO DESCREMADA.

N°	Roese-Gottlieb % M.G. \pm 0,01	Milko Tester
1	0,55	0,543
2	0,37	0,391
3	1,18	1,196
4	0,82	0,817
5	1,06	1,050
6	0,43	0,417
7	0,30	0,300
8	0,31	0,307
9	0,41	0,386
10	1,06	1,027

FIGURA N° 3. — GRAFICA COMPARATIVA DE LOS METODOS MILKO TESTER Y ROESE-GOTTLIEB SOBRE LECHE DESCREMADA.



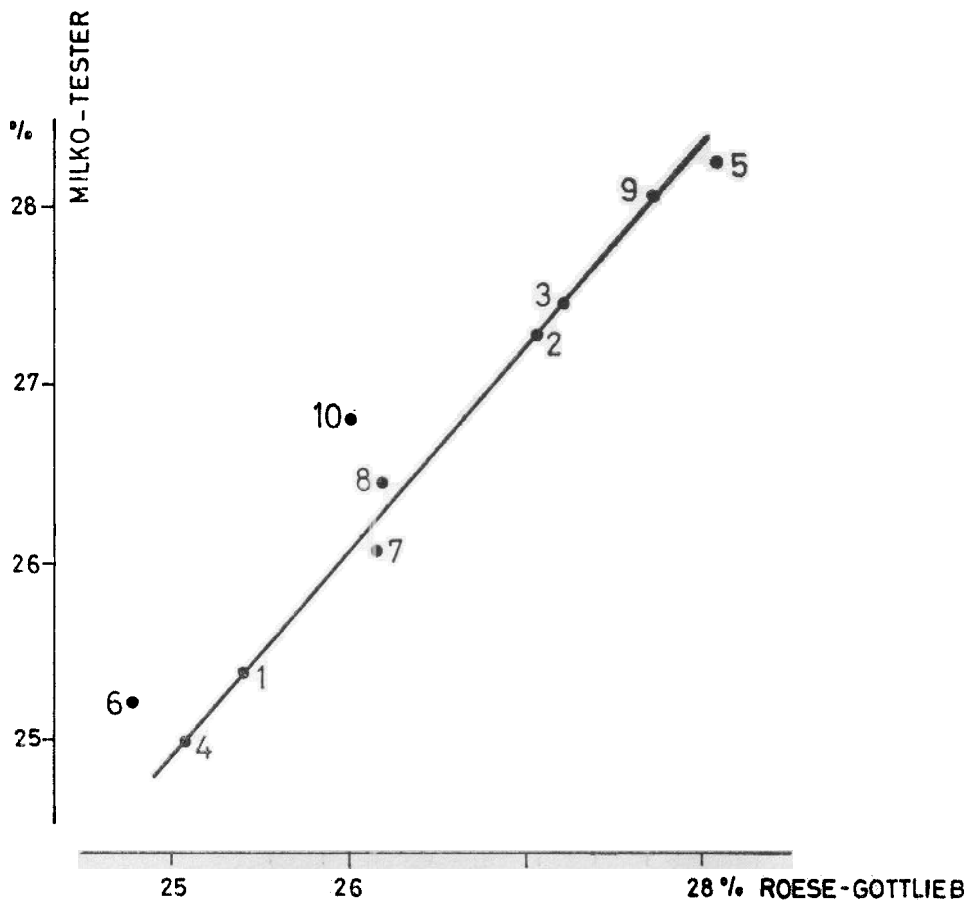
b. — Leche entera.

También para leche entera se analizaron 10 muestras por duplicado y los datos promedios obtenidos se resumen en el Cuadro N° 5 y se grafican en la FIGURA N° 4.

CUADRO N° 5. — RESULTADOS PROMEDIOS SOBRE 10 MUESTRAS EN DUPLICADO DE LECHE ENTERA.

N°	Roese-Gottlieb % MG. \pm 0,02	Milko Tester
1	25,41	25,35
2	27,03	27,27
3	27,20	27,45
4	25,10	24,95
5	28,02	28,22
6	24,79	25,17
7	26,15	26,05
8	26,18	26,42
9	27,66	28,02
10	25,98	26,77

FIGURA N° 4. — GRAFICA COMPARATIVA DE LOS METODOS MILKO TESTER Y ROESE-GOTTLIEB SOBRE LECHE ENTERA



Reproductibilidad de datos.

Para estudiar la reproductibilidad de datos obtenidos en las diferentes determinaciones, se analiza cómo se obtuvo el valor N° 6 del Cuadro N° 5 para el Milko Tester.

El valor obtenido de 25,17 % es el promedio de dos determinaciones cuyos valores fueron 25,30 % (toma = 28,7514 g) y 25,03 % (toma = 26,5157g).

CUADRO N° 6. — ESTUDIO DE LA DESVIACION MAXIMA DE LAS LECTURAS OBTENIDAS CON EL MILKO TESTER.

Valores obtenidos	25,30 %	25,03 %
Lecturas Milko Tester	2,89	2,58
	2,92	2,60
	2,91	2,60
	2,92	2,63
	2,90	2,61
	2,92	2,57
	2,89	2,57
	2,92	2,59
	Desviación máxima en el % de grasa	- 0,02

Análisis de Datos.

1º) Se calculó por el método de mínimos cuadrados la recta que más se aproxima en la correspondencia de los valores hallados:

$$\text{Ecuación de la Recta} \quad y = a x + b$$

$$\begin{aligned} \text{a) Leche descremada:} \quad & \text{M-T} = \text{Milko Tester} \\ & \text{RG} = \text{Roese-Gottlieb} \\ & r^2 = \text{Grado de correlación} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{M-T} &= 0,995 \times \text{RG} - 0,0024 \\ r^2 &= 0,998 \end{aligned}$$

b) Leche entera:

$$\begin{aligned} \text{M-T.} &= 1,153 \times \text{RG} - 3,947 \\ r^2 &= 0,991 \end{aligned}$$

Para el cálculo de esta ecuación los ensayos 6 y 10 fueron eliminados por ser los más alejados de la recta hallada.

2º) Se realizó el análisis estadístico "t" para los dos tipos de leches estudiadas.

a) Leche descremada:

Valor de t = 3,2 para 9 grados de libertad y 99 % de probabilidad.
Valor de t (calculado) = 1,09.

b) Leche entera:

Valor de $t = 3,5$ para 7 grados de libertad y 99 % de probabilidad.

Valor de t (calculado) = $-1,79$.

CONCLUSIONES

Cuando mostramos la reproductibilidad de datos, observamos que la desviación máxima del porcentaje de grasa fue de $\pm 0,02$ y $\pm 0,04$ en el caso de leche entera.

Para leche descremada el valor de desviación máxima encontrado fue de $\pm 0,002$. Estos valores están dentro de lo establecido en el manual del fabricante.

Del análisis de los puntos obtenidos (Cuadros N° 4 y 5) se obtuvieron valores para el grado de correlación de 0,998 para leche descremada y 0,991 para leche entera. La aproximación de estos valores al ideal de 1, nos están indicando en los dos casos la concordancia entre los valores obtenidos por el método de referencia y el Milko-Tester.

Esta conclusión es reforzada por el análisis estadístico "t". En el mismo, para los dos tipos de leche estudiados, el valor "t" calculado es menor que el valor "t" máximo para las condiciones establecidas. Esto significa que no hay diferencias significativas entre los dos métodos comparados.

Los análisis realizados y los estudios que sobre los datos obtenidos se efectuaron, nos permiten afirmar que es admisible la utilización del Milko-Tester para la determinación de materia grasa en leche en polvo descremada y entera.

AGRADECIMIENTOS

Nuestro agradecimiento al Ing. Quím. Julio C. Tessore por su colaboración en el análisis estadístico de datos.

BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

- 1) American Public Health Association 1978 Standard Methods for the Examination of Dairy Products Edited by E. H. Marth 14th. ed. - Washington.
- 2) A/S N. FOSS ELECTRIC 1974 Milko Tester Manual H K III-U 12800/PN 104505, Hillerod, Denmark.
- 3) A/S Niro Atomizer 1978 Analytical Methods for Dry Milk Products 4th. ed. Copenhagen, Denmark.
- 4) Association of Official Analytical Chemists 1975 Official Methods of Analysis 12th. ed. - Washington.
- 5) Jacobs, M. B. 1958 The Chemical Analysis of Foods and Food Products 3rd. ed. N. Y., Van Nostrand.
- 6) Newlander, J. A. and Atherton, H. V. 1964 The Chemistry and Testing of Dairy Products 3rd. ed. Wisconsin, Olsen Publishing Co.
- 7) Wolfchoon, A. F. Ensaio de utilização do Milko Tester III para a determinação de gordura no leite. Revista do Instituto de Laticínios Cândido Fostes 33 (196): 11 - 20, 1978.

Comisión del Papel. Amparada por el Art. 79, de la Ley Nº 13.349

BARREIRO

Dep. Legal Nº 158.081/80

LABORATORIO TECNOLOGICO DEL URUGUAY (LATU)

DIRECCION: GALICIA 1133

TELEFONOS: 98 44 32 Y 90 63 86

MONTEVIDEO - URUGUAY