

VALIDACIÓN DEL MÉTODO BUTIROMÉTRICO DE *TEICHERT* EN LA DETERMINACIÓN DE MATERIA GRASA EN LA LECHE EN POLVO CON CACAO Y AZÚCAR

Carola Íñiguez

Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia, Carretera al Guatao, km 3 1/2,

La Habana, Cuba, CP 19200

E-mail: carola@iiaa.edu.cu

RESUMEN

El objetivo del trabajo fue la correlación del método ácido butirométrico de *Teichert* utilizado a nivel industrial para la determinación de grasa en la leche en polvo con cacao y azúcar. El contenido de grasa se analizó de forma paralela por el método de extracción por disolventes como referencia y el de *Teichert*. La ecuación de regresión obtenida comprueba que el método en estudio puede ser utilizado a nivel de industria para la determinación de la materia grasa.

Palabras clave: leche en polvo, cacao, azúcar, método butirométrico.

ABSTRACT

Validation of teichert 's method for fat determination in powder milk with cocoa and sugar

The objective of this paper was to verify in the powder milk with cocoa and sugar application of a modified Teichert method, fat content was analyzed in parallel by the gravimetric method taken as reference. Linear regression equation obtained for comparing results of the methods used proved that equivalent Teichert method can be used for fat content determination

Keywords. Powder milk, cocoa, sugar, butyrometric method.

INTRODUCCIÓN

Al nivel de la industria láctea en Cuba para la determinación de materia grasa en productos lácteos en polvo es utilizado el método ácido butirométrico de *Teichert* (1). En éste una cantidad pesada de producto es mezclada con ácido sulfúrico y alcohol amílico, con el propósito de que el ácido ataque y disuelva las sustancias proteicas y fosfatos presentes en el producto y libere la grasa que tiende a ascender por su menor densidad. Esta separación o ascensión de la grasa a una columna calibrada basada en la densidad de la grasa láctea, es ayudada mediante la centrifugación, evitando la pequeña cantidad de alcohol amílico añadida a la formación de espuma (2-4).

**Carola Íñiguez Rojas: Licenciada en Química(UH, 1970). Investigador Auxiliar Dirección de Lácteos. Máster en Ciencia y Tecnología de los Alimentos (Instituto de Farmacia y Alimentos de la UH, 1999). Sus principales líneas de trabajo son: la caracterización, conservación y utilización del suero de queso en la alimentación humana; Desarrollo e implantación de técnicas analíticas para determinar índices de calidad fisicoquímicos de diferentes tipos de leches y derivados; Durabilidad y desarrollo de productos lácteos y de sucedáneos de quesos y utilización de extensores y cultivos prebióticos en leches fermentadas a partir de leche de búfala.*

Como prerequisite indispensable para considerar adecuada la lectura efectuada, la columna de grasa debe resultar traslúcida y nítida, libre de partículas en suspensión del resto de los componentes del producto bajo análisis (2-4).

Recientemente en el país se destaca la implantación de una leche en polvo con azúcar y cacao. La presencia en el producto de estos dos ingredientes, no permite asegurar si el procedimiento *Teichert* para la determinación de grasa en leches en polvo puede ser utilizado en el producto de referencia o si es necesario efectuar determinadas adecuaciones a dicho procedimiento analítico, que permitan su posterior utilización como norma de método de ensayos al nivel de la industria láctea.

El objetivo del presente trabajo fue establecer el procedimiento ácido butirométrico de *Teichert* más adecuado en términos de linealidad, exactitud, y precisión, para la determinación del contenido en materia grasa en este producto.

MATERIALES Y MÉTODOS

Se tomaron muestras representativas de 30 producciones de leche en polvo con azúcar y cacao para evaluar el contenido en materia grasa de forma paralela por el método de referencia de extracción por disolventes, según el principio del método *Rose Gottlieb* (1), y el método butirométrico de *Teichert* como equivalente, que considera el principio de la carbonización selectiva con ácido sulfúrico de determinada concentración (1).

La exactitud del método equivalente en estudio, se determinó estableciendo la ecuación de regresión lineal ($y_1 = a + bx_1$) entre ambos métodos, donde se tomaron como variable independiente los valores de materia grasa determinados por el método de *Teichert* y como variable dependiente los valores de materia grasa obtenidos por el método de extracción de disolventes (5, 6) Las determinaciones de grasa se realizaron por duplicado. Los resultados se procesaron por el paquete de programas SPSS/PC* (SPSS, INC versión 12.0 para Windows, Nov. 2003 EE.UU.).

Por considerarse un control de importancia en la calidad analítica del método equivalente en estudio, que se corresponde con su exactitud, los resultados de grasa obtenidos por ambos métodos, se procesaron por la prueba de las diferencias pareadas, no se admitieron diferencias entre las medias comparadas ($d_{media}=0$) (7) y se procesaron los resultados para 95 % de confiabilidad.

Se determinó la precisión del método equivalente expresada como repetibilidad (r) (8), esto permitió estimar la reproducibilidad (R), del método equivalente como ($R = 2r$) (8), así como los límites de confianza de la media para el procedimiento. Se calculó además la desviación estándar relativa de la repetibilidad ($RSDr$) (5, 6).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Tabla 1 muestra los principales indicadores de calidad del método equivalente. El coeficiente de determinación (R^2) se considera adecuado, en ensayos de linealidad, explicando la función lineal obtenida, en más de 98 % de los casos como varía la respuesta analítica en dependencia de la concentración de materia grasa presente en el producto en estudio (5,6). Los intervalos de confianza del intercepto y pendiente que incluyen el cero y el 1, respectivamente, corroboran por tanto la ausencia de errores sistemáticos de tendencia constante o de algún error sistemático proporcional a la concentración del indicador de calidad considerado, por lo que el procedimiento practicado se considera exacto (5, 6).

El error del modelo (o error típico de la estimación) al estimar el tenor de materia grasa por la ecuación en función del contenido de MG (x) determinado por el método equivalente en estudio y el que algunos autores refieren como desviación estándar de la exactitud (7), resultó adecuado tomando en consideración las características del procedimiento analítico practicado en el que fueron utilizados butirómetros *Teichert*, de 0 a 70 % con valor de división de la escala de 1 %. El análisis de los valores medios permite la aceptación de la hipótesis nula ($d_{media}=0$) concluyendo que no fueron encontradas diferencias significativas entre las medias de materia grasa obtenidas por el método fundamental de referencia y el equivalente en estudio.

El valor obtenido de la desviación estándar de las diferencias 0,449, inferior pero muy próximo, al de la desviación estándar de la exactitud, lo que confirma el hecho de que puede ser considerada un estimado de la desviación estándar de la exactitud.

Tabla 1. Parámetros de la regresión lineal entre ambos métodos

Parámetro	Valor
Intercepto	0,265
Pendiente	0,987
Coefficiente de correlación	0,993
Intervalo de confianza intercepto	0,213
Intervalo de confianza pendiente	0,018
Desviación estándar de la exactitud	0,456

n=30

La Tabla 2 muestra los resultados obtenidos al aplicar la prueba de las diferencias pareadas. La Tabla 3 indica los resultados obtenidos al evaluar la precisión del método equivalente de *Teichert*.

La repetibilidad del procedimiento practicado $r=0,97$, está en concordancia con la menor división de escala del butirómetro *Teichert* utilizado (1,0 %). El valor de la desviación estándar relativa de la repetibilidad (RSDr %)

menor a 5 %, permite evaluar de preciso el procedimiento analítico utilizado (5).

Consecuentemente con el valor de la repetibilidad informado, la reproducibilidad del método equivalente estimada como $R=2r$ (8) resultó de $\pm 1,92$. Por tanto, los límites de tolerancia de la media (error de precisión y error de exactitud) del procedimiento practicado en el producto resultaron en $\pm 1,54$.

Tabla 2. Diferencias pareadas

Método	X media	d media diferencias	Sd	T calculada	Sig.
Extracción por disolventes	9,52	0,1103	0,449	1,34	NS
Ácido butirométrico	9,66				

Tabla 3. Precisión del método equivalente de *Teichert*

Parámetro	
Repetibilidad (r)	0,97
Desviación estándar relativa de la repetibilidad % (RSDr)	0,99

CONCLUSIONES

El procedimiento ácido butirométrico de *Teichert*, diseñado para leches en polvo, puede ser utilizado en la determinación de materia grasa en la leche en polvo con cacao y azúcar, por presentar adecuados parámetros de validación en términos de linealidad, exactitud y precisión.

REFERENCIAS

- 1- NC 78-02. Leches concentradas y en polvo. Métodos de análisis, 1983.
- 2- FAO. Equipo Regional de Fomento y Capacitación Método de Análisis Químico, TRA 80/23-0, 1980.
- 3- Cienc y Tecnol Alimen 5 (1/2): 20-25, 1995.
- 4- Guía para el Análisis Químico de la Leche y Productos Lácteos., Fundación CIEPE Div. Cient. Técn., 1988.
- 5- ISO 8196.1-Part I Analytical attributes of indirect method, 2000.
- 6- ISO 8196.2-Part I Calibration and quality control in the dairy industries.
- 7- Dixon, W. 1974. Introducción al análisis estadístico. Ed. Revolucionaria La Habana, 2000.
- 8- Pinto, G. Validación del método del Dr. Gerber en comparación con el método Rose Gottlieb en la determinación de materia grasa en la leche. VII Congreso Panamericano de Lechería. La Habana, 2000.