

Application Note AN-NIR-128

Análisis de leche en polvo mediante espectroscopia de infrarrojo cercano

Determinación del contenido de humedad, grasa, lactosa y proteínas.

Para los productores de leche en polvo, el control del producto final es esencial para cumplir con las estrictas normas regulatorias, garantizar un control de calidad integral, asegurar una calidad nutricional constante y prolongar la vida útil. Todo esto es especialmente importante para las fórmulas infantiles y los ingredientes lácteos utilizados en aplicaciones sensibles.

La espectroscopia de infrarrojo cercano (NIRS) es un método rápido y sin reactivos para medir parámetros clave de calidad como la humedad, las proteínas, la lactosa y el contenido de grasa directamente en la leche en polvo. La solución NIRS no requiere preparación de muestras, lo que permite la monitorización en tiempo real, ya sea en el laboratorio o directamente en la línea de producción. Esto permite a los productores reaccionar rápidamente ante las variaciones del proceso, minimizar el desperdicio y mantener la integridad del producto lote tras lote.

EQUIPO EXPERIMENTAL

Se analizaron más de 600 muestras de leche en polvo de diferentes proveedores en un analizador NIR OMNIS (Figura 1). Las diferentes leches en polvo se colocaron en un recipiente de muestra OMNIS y se analizaron en modo de reflexión difusa. Para incluir la variedad de la muestra, esta se rotó durante la medición para obtener espectros de diferentes ubicaciones. Los espectros promedios automáticamente se utilizaron para el desarrollo del modelo. Los valores de referencia se obtuvieron mediante métodos oficiales, como AOAC 927.05 (humedad), AOAC 939.02 (proteínas) y AOAC 932.06 (grasas). Para la determinación del contenido de lactosa, se utilizó un método de fenol-ácido sulfúrico.



Figure 1. OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid.

RESULTADO

Los espectros NIR obtenidos (Figura 2) se utilizaron para crear modelos de predicción para los diferentes parámetros de referencia. Se empleó un conjunto de validación externa para verificar el rendimiento predictivo de los modelos calculados. Los diagramas de correlación que muestran la relación entre la predicción NIR y los valores de referencia se muestran en las Figuras 3-6, junto con las respectivas figuras de mérito (FOM).

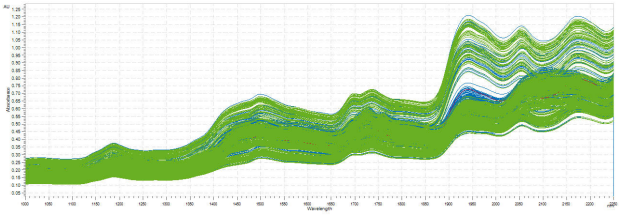
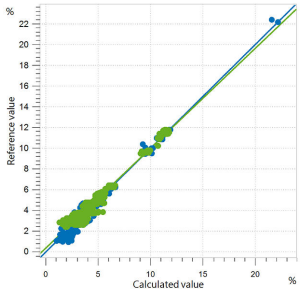


Figura 2. Espectros NIR de muestras de leche en polvo. Los datos se obtuvieron con un analizador NIR OMNIS. Los espectros en azul se utilizaron para calibrar el modelo, mientras que los espectros en verde se utilizaron para la validación.

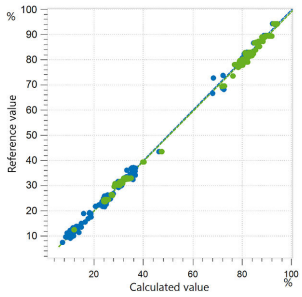
Resultado de humedad en la leche en polvo



Figures of Merit	Value
Number of samples	638
Range	0.94 – 22.40%
R2	0.977
Standard Error of Calibration	0.44%
Standard Error of Cross-Validation	0.48%
Standard Error of Prediction	0.47%

Figura 3. Diagrama de correlación y sus respectivos formularios para la predicción del contenido de humedad en leche en polvo mediante un analizador NIR OMNIS. Los valores de referencia se obtuvieron según la norma AOAC 927.05.

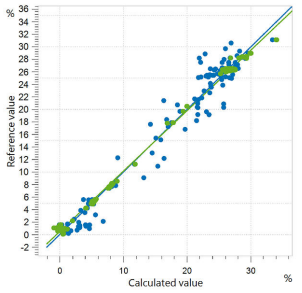
Proteína resultante en la leche en polvo



Figures of Merit	Value
Number of samples	666
Range	7.44 – 94.34%
R2	0.999
Standard Error of Calibration	0.94%
Standard Error of Cross-Validation	1.07%
Standard Error of Prediction	1.00%

Figura 4. Diagrama de correlación y sus respectivos FORMs para la predicción del contenido proteico en leche en polvo mediante un analizador OMNIS NIR. Los valores de referencia se obtuvieron según la norma AOAC 939.02.

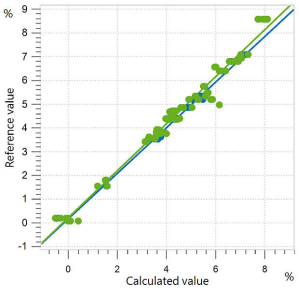
Grasa resultante en la leche en polvo



Figures of Merit	Value
Number of samples	552
Range	0.09 – 31.12%
R2	0.992
Standard Error of Calibration	1.64%
Standard Error of Cross-Validation	1.68%
Standard Error of Prediction	0.74%

Figura 5. Diagrama de correlación y sus respectivos formularios para la predicción del contenido de grasa en leche en polvo mediante un analizador OMNIS NIR. Los valores de referencia se obtuvieron según la norma AOAC 932.06.

Resultado lactosa en leche en polvo



Figures of Merit	Value
Number of samples	130
Range	0.08 – 8.58%
R2	0.977
Standard Error of Calibration	0.07%
Standard Error of Cross-Validation	0.16%
Standard Error of Prediction	0.36%

Figura 6. Diagrama de correlación y las respectivas FOMs para la predicción del contenido de lactosa en leche en polvo utilizando un analizador OMNIS NIR.

CONCLUSIÓN

Esta Nota de Aplicación presentó el análisis de leche en polvo mediante espectroscopía NIR. Se crearon modelos para diversos parámetros de calidad (grasa, proteína, lactosa y contenido de humedad). Muestras de validación independientes confirmaron la robustez y fiabilidad de los modelos, con altos coeficientes de correlación y bajos errores de predicción en todos los parámetros. Cabe destacar que el conjunto de datos incluyó muestras de diversos orígenes globales, lo que permitió capturar una amplia variabilidad del producto. Este estudio demuestra que la NIRS puede integrarse con éxito en el flujo de trabajo de control de calidad para el análisis de lácteos en polvo.

CONTACT

Metrohm Argentina S.A.
Avda. Regimiento de Patricios 1456
1266 Buenos Aires
info@metrohm.com.ar

CONFIGURACIÓN



OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid

Espectrómetro del infrarrojo cercano para el análisis de muestras de materia sólida, líquidas y viscosas.

Desarrollado y producido de conformidad con las normas de calidad suizas, el OMNIS NIR Analyzer es la solución de espectroscopía del infrarrojo cercano (NIRS) para efectuar análisis de rutina en toda la cadena de producción. La aplicación de las tecnologías más avanzadas y la integración en el moderno OMNIS Software se reflejan en la velocidad, la manejabilidad y el uso flexible de este espectrómetro NIR.

Visión conjunta de las ventajas del OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid:

- Medidas de muestras de materia sólida, fluidas y viscosas en menos de 10 segundos
- Rápida medida secuencial de muestras sólidas y líquidas, sin conversión del sistema
- Sencilla integración en un sistema de automatización o vinculación con tecnologías de análisis adicionales (titulación)
- Permite usar numerosos recipientes de muestras

Aspectos destacados de las medidas de líquidos:

- Regulación de temperatura de la muestra en el rango de 25–80 °C
- Detección automática de la muestra

Aspectos destacados de las medidas de materia sólida:

- Medidas automatizadas automáticas en múltiples posiciones para resultados reproducibles, incluso con muestras no homogéneas



Soporte grande OMNIS NIR, 100 mm

Soporte grande para recipiente de muestras grande OMNIS NIR de 100 mm (6.07402.110).

Permite el posicionamiento inequívoco del recipiente de muestras y la rotación del recipiente de muestras.



Placa grande OMNIS NIR, 100 mm

Recipiente de muestras grande para la adquisición de espectro de polvos y granulados en reflexión en diferentes puntos de muestra.
El fondo de vidrio está hecho de resistente Gorilla® Glass.
Compatibles con:

- Soporte grande OMNIS NIR, 100 mm (6.07402.100)

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licencia "Stand-Alone" de OMNIS

Habilita el modo "Stand-Alone" del software OMNIS en un ordenador con WindowsTM.

Características:

- Se incluye una licencia de los aparatos OMNIS.
- Debe activarse en el portal de licencias de Metrohm.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licencia de software de Quant Development

Licencia de software para la creación y edición de modelos de cuantificación en una instalación de OMNIS Software "Stand-Alone".



Precalibración, leche en polvo, sólido

Precalibración OMNIS para la determinación de la humedad y el contenido de proteína, grasa y lactosa en leche en polvo mediante la espectroscopía NIR.