

## Utilizzo della spettroscopia NIR per il controllo del grasso nelle panna

Alberto Zaniboni \* Luca Sillari\* Enzo Casarini\* Giuseppe Ferrari \*\*

\* *Newlat S.r.l. Reggio Emilia*

\*\* *BÜCHI Italia S.r.l., Assago (MI)*

### Introduzione

La panna è un importante prodotto dell'industria casearia. Il contenuto in grassi è uno dei principali parametri controllati, sia per motivi economici che tecnici.

Per la sua determinazione, come metodo di riferimento, si usa il Butirrometro, strumento che presuppone l'impiego di personale specializzato, l'utilizzo di acido solforico ad alta concentrazione ed alcool amilico. Ne consegue un discreto impatto ambientale dovuto allo smaltimento dei rifiuti, un rischio per l'operatore ed un notevole dispendio di tempo per l'analisi stessa con costi consistenti.

Nonostante ciò, attualmente il butirrometro è lo strumento più pratico ed affidabile. Esistono tuttavia alcune tecniche alternative, ideate per l'analisi del latte, che permettono di velocizzare i controlli su prodotti liquidi ma presentano delle evidenti difficoltà su campioni molto densi.

Nasce da qui l'esigenza di trovare una tecnica alternativa per permettere di effettuare rapidamente ed in sicurezza l'analisi del grasso su campioni ad elevata densità come la panna.

Lo studio si è svolto acquisendo circa 60 campioni di varie tipologie di panna con uno spettrometro NIR a trasformata di Fourier, cercando di creare una calibrazione in grado di predire correttamente l'analita, indipendentemente dalla tipologia di prodotto impiegato.

### Materiali e Metodi

Per l'esperimento, è stato utilizzato uno Spettrometro FT-NIR NIRLab N-200 prodotto dalla Buchi Labortechnik AG con sede a Flawil (Svizzera).

Il range di lavoro utilizzato è stato da 4.000 a 10.000  $\text{cm}^{-1}$  con una risoluzione di 4  $\text{cm}^{-1}$ .

Essendo il campione un prodotto abbastanza denso, si è utilizzato il sistema di presentazione in piastra Petri di vetro da 9 cm di diametro prodotte dalla Schott Glass GmbH (Germania), associate all'accessorio Buchi per analisi in trasflettanza da 0.3 mm (Fig. 1 TFKO 0.3). Questa presentazione del campione, risulta molto comoda perché non utilizza tubicini e pompe peristaltiche che si possono facilmente intasare.

L'accessorio utilizzato, prevede la lettura dello spettro dal basso, con un dispositivo di campionamento rotante che permette di ampliare la superficie di lettura. Le 192 scansioni effettuate durante la misura, associate alla rotazione della petri, assicurano un completa ed approfondita informazione NIR dell'analita.

Come tecnica d'analisi di riferimento si è utilizzato il Butirrometro, secondo la metodica ufficiale proposta dalla normativa FIL – IDF 152 A: 1997, verificata con il metodo Rose – Gottlieb secondo la metodica FIL – IDF 1°: 1969.

Tale metodica prevede l' utilizzo di butirrometri tarati per la determinazione del grasso nei campioni di panna (ne esistono naturalmente anche per latte, formaggio ecc.), mediante digestione della frazione non lipidica con acido solforico concentrato (densità 1.820 – 1.825  $\text{gr/ml}$  a 15 °C), ed



Fig. 1 TFKO 0.3

estrazione con alcol amilico (C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>OH) in centrifuga riscaldata ( 65°C, rotazione 1000 rpm per 15 minuti).

L'analisi di una panna col butirrometro è di solito il metodo utilizzato in caso di controversie relativamente al titolo di grasso, poichè da risultati precisi e ripetibili e permette di valutare con sicurezza scarti nei valori entro l' 1%, soglia al di sotto della quale è di solito più facile una mediazione tra le parti.

## Risultati e Discussione

Lo studio si è svolto acquisendo 54 campioni di varie tipologie di panna tra cui panna cruda in arrivo allo stabilimento, panna pastorizzata da avviare alla burrificazione, panna da cucina omogeneizzata e sottoposta a trattamento termico U.H.T.

Questi prodotti sono differenti per contenuto in grasso, consistenza, modalità di scrematura (affioramento, scrematura di siero, centrifugazione), acidità, residuo secco magro.

Data l'ampia tipologia di prodotti utilizzati gli spettri hanno della evidenti differenze tra loro (Fig. 2).

Un metodo analitico di tipo strumentale che si prefigge di sostituire il butirrometro nell' analisi delle panne, deve tenere conto di queste differenze in modo da fornire un risultato univoco non influenzato dalle diverse caratteristiche del prodotto, poichè trattandosi di campioni ad elevato tenore di grasso anche piccoli scostamenti possono dare origine ad elevati errori sulla misura di quest' ultimo.

Quarantaquattro campioni sono stati utilizzati per sviluppare la curva di calibrazione, mentre nove campioni sono stati utilizzati per validare il metodo.

Per lo sviluppo della calibrazione sono state mediate le tre scansioni da 54 cicli l'una, ottenendo un singolo spettro per campione. Per la scelta del pretrattamento, dell' algoritmo e del numero di fattori si è utilizzata la funzione Wizard del Software Chemometrico NIRCal<sup>®</sup> di produzione della Buchi AG. Tra le opportunità disponibili, si è scelto la più potente che prova in sequenza tutti i pretrattamenti e gli algoritmi disponibili. L'elaborazione automatica ha proposto un modello in PLS con l'utilizzo in sequenza della Derivata Prima by BCAP<sup>®</sup>

$$f''(X_i) = \frac{f(X_{i+2}) + f(X_{i+1}) - f(X_{i-1}) - f(X_{i-2})}{4}$$

e la normalizzazione by Cluster

$$NC = \frac{N \cdot T}{\sum_{i=1}^N T_i}$$

Gli spettri pretrattati con questa sequenza, acquistano l'aspetto di figura 3.

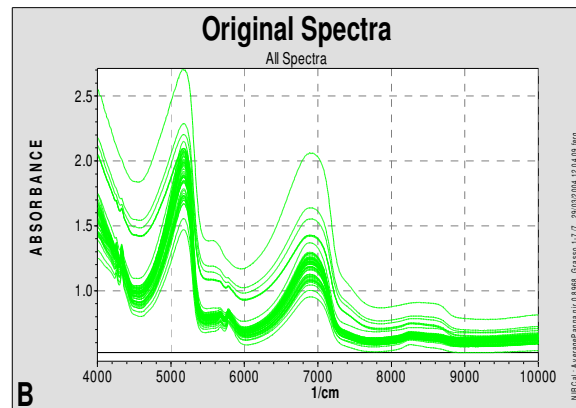


Fig. 2 Spettri Analita

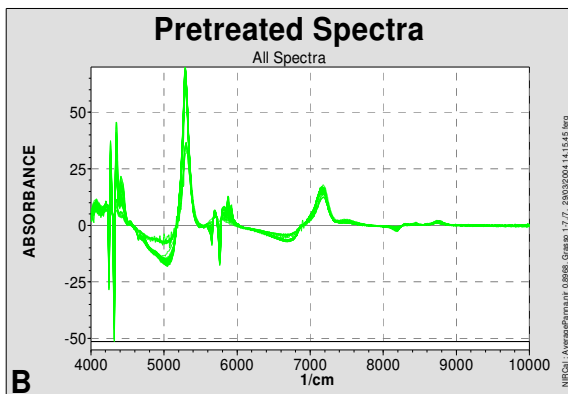
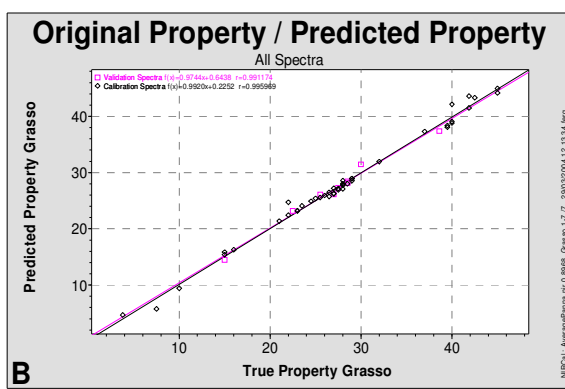


Fig. 3 Spettri Pretrattati

La calibrazione ottenuta ha le seguenti caratteristiche:



Metodo	N. Fattori	R	SEC	SEP
PLS	7	0.99	0.86	0.83

Facendo la predizione sui campioni incogniti utilizzati per la validazione si ottengono i seguenti risultati:

Campione	Grasso Lab	Grasso NIR	Grasso Diff.
1	15.00	14.48	0.52
2	28.50	28.16	0.34
3	28.50	28.44	0.06
4	25.50	26.12	-0.62
5	27.50	27.29	0.21
6	30.00	31.47	-1.47
7	22.50	23.17	-0.67
8	38.60	37.39	1.21
9	27.00	26.17	0.83

Tabella 1 Valori Lab, NIR, differenza

Lo studio ha dimostrato che si ottengono delle ottime correlazioni tra gli spettri NIR e il contenuto in grasso nella panna, con differenze prevalentemente contenute al di sotto dell' 1%, anche utilizzando una curva universale formata da campioni eterogenei. I risultati possono essere ulteriormente migliorati riducendo il range di lavoro e creando delle applicazioni dedicate per piccoli gruppi di prodotto (panne crude, pastorizzate per burrificazione, da cucina con trattamento termico U.H.T. ecc.).

