

# ESTUDIO COLABORATIVO PARA LA DETERMINACIÓN DE LACTOSA EN LECHE CRUDA

M. Bilotta<sup>1</sup>, A. Delgado<sup>2</sup>, C. Pecorino<sup>1</sup>, G. Rodríguez<sup>1</sup>, S. Sarquis<sup>1</sup>, F. Castro<sup>1</sup>, M. Murphy<sup>1</sup>, P. Labacá<sup>1</sup>, R. Castañeda<sup>1</sup>  
<sup>1</sup>INTI Lácteos PTM, <sup>2</sup>INTI Informática  
 plabaca@inti.gov.ar

## OBJETIVO

Establecer las figuras de precisión (repetibilidad y reproducibilidad), del método Determinación de lactosa por diferencia al resto de los macromoléculas en leche cruda.

## DESCRIPCIÓN

En la actualidad, existen varias metodologías internacionalmente aceptadas, para la Determinación del contenido de Lactosa en leche fluida. La FIL IDF, incluye las siguientes normas: ISO 22662|IDF 198:2007 - Milk and milk products - Determination of lactose content by high-performance liquid chromatography (Reference method), y la ISO 26462 IDF 214:2010 - Milk - Determination of lactose content - Enzymatic method using difference in pH.

Estos métodos reemplazaron al antiguamente utilizado por los laboratorios de cloramina-T, método en desuso por la alta toxicidad de dicho reactivo.

Debido a diversas causas, principalmente por el generalizado uso de equipos de IR y el alto costo del equipamiento, la mayoría de los laboratorios Lácteos en Argentina, que determinan el contenido de lactosa, no utilizan metodología de referencia, sino que lo determinan por diferencia de los macromoléculas. Es decir, por diferencia entre el contenido de Sólidos totales y los contenidos de materia grasa, proteínas totales y cenizas. De allí, la importancia de conocer las figuras de precisión correspondientes, para ser usadas en la evaluación del desempeño de quienes participan en los CMLC (Controles mensuales de Leche Cruda), organizados desde hace varios años por INTI-Lácteos, en el marco de la REDELAC, Red argentina de Laboratorios Lácteos.

El Estudio Colaborativo se programó conjuntamente con el EIL (Ensayo de Aptitud por comparación interlaboratorios para Leche fluida) en Noviembre 2010. En el mismo, participaron siete laboratorios invitados, seleccionados como expertos por sus desempeños históricos en diferentes rondas de CMLC y EIL.

Cada laboratorio participante fue instruido para analizar por duplicado las muestras, y para que realicen los ensayos de composición por metodología de referencia.

En el estudio se utilizaron tres muestras de leche fluida, con distintos valores composicionales.

lab	Contenido de lactosa (g / 100 g)		
	A	B	C
3	4,665	4,405	4,250
5	4,720	4,475	4,305
31	4,730	4,455	4,285
71	4,705	5,430	4,275
11	4,840	4,600	4,395
32	4,645	4,430	4,255
40	4,670	--	4,300
promedio	4,711	4,633	4,295
desvest	0,065	0,397	0,049
L	7	6	7

Tabla 1: Contenido de lactosa por laboratorio

Nota: Se excluyeron los valores de la muestra B reportados por el laboratorio 40, por repetibilidad propuesta por norma.



Fig 1: Equipo IR para composición de leche.

	Muestra		
	A	B	C
rango	4,65 a 4,84	4,41 a 4,60	4,25 a 4,40
media	4,71	4,47	4,30
Sr	0,0296	0,0274	0,0371
r	0,0830	0,0767	0,1040
S <sub>ii</sub>	0,0682	0,0782	0,0554
R	0,1910	0,2188	0,1550
L	7	5	7
eliminado lab. N°	-	40	-
Cochran	-	-	-
(eliminado lab NF)	-	-	-
Grubbs	-	1	-
(eliminado lab NF)	-	71	-

Tabla 2: Datos obtenidos del cálculo estadístico por rango de contenido de lactosa (g / 100 g).

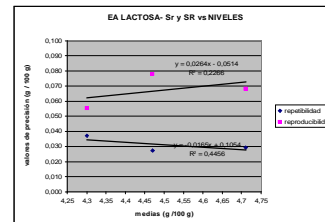


Figura 2: Gráfico de Sr y SR vs. Niveles.

## RESULTADOS

En primera instancia, se verificó que los resultados reportados por cada uno de los ensayos, cumplieran con la repetibilidad de cada uno de los métodos utilizados. Posteriormente, se calcularon los contenidos de lactosa para cada muestra, para cada duplicado, realizando la diferencia entre el contenido de Sólidos totales y los contenidos de materia grasa, proteínas totales y cenizas. (ver Tabla 1).

Para el análisis estadístico de los datos obtenidos de lactosa, se siguieron los lineamientos de la Norma FIL IDF 135 B: 1991 y la Norma ISO 5725-2.

Para cada nivel de lactosa y cada laboratorio, se calcularon los estadísticos de Mandel para detectar valores anormales o posibles "outliers", y posteriormente se realizaron los Test estadísticos de Cochran y Grubbs, para confirmar su presencia.

No se observaron "outliers" por el Test de Cochran, test estadístico que detecta la presencia de laboratorios que presentan una diferencia entre duplicados excepcionalmente alta, respecto del resto de los laboratorios, en ninguna de las tres muestras, A, B y C.

Al aplicar Grubbs, test estadístico que identifica si los valores extremos en las medias de los laboratorios son suficientemente diferentes de las otras medias para ser considerados "outliers", y ser eliminados del set de datos previo al análisis estadístico, no se observaron "outliers" en las muestras A y C, mientras que para la muestra B, se detectó que la media del laboratorio 71, era significativamente mayor que las medias del resto de los laboratorios. (Ver Tabla 2).

Los valores de precisión son válidos para la matriz y el nivel del analito analizado, pero se puede establecer una figura que agrupe a todos los niveles ensayados en el estudio.

Para cada grupo de desvío estándar establecidos de repetibilidad y de reproducibilidad se realizó un gráfico con los diferentes niveles de concentración determinados.

## CONCLUSIONES

Al no observarse ninguna tendencia en función de la concentración de lactosa, se pudo establecer un valor único para el rango de determinación evaluado en este estudio colaborativo. Ver Figura 2).

Las figuras de repetibilidad y reproducibilidad obtenidas en este Estudio Colaborativo, expresadas en g de lactosa / 100 g de leche, son:

Sr general	0,03
r general	0,03
S <sub>ii</sub> general	0,07
R general	0,19

Tabla 3: figuras de precisión obtenidas en el Estudio Colaborativo (g de lactosa / 100 g de leche)