

Determinazione degli acidi grassi su latte fresco e congelato: confronto tra la spettroscopia nel medio e vicino infrarosso

Andrea Revello Chion

Daniele Giaccone

Associazione Regionale Allevatori del Piemonte

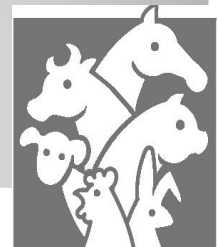
Giorgio Borreani, Mauro Coppa, Ernesto Tabacco

Dipartimento di Scienze Agrarie, Alimentari e Forestali

Università di Torino

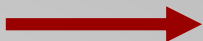
Anne Ferlay

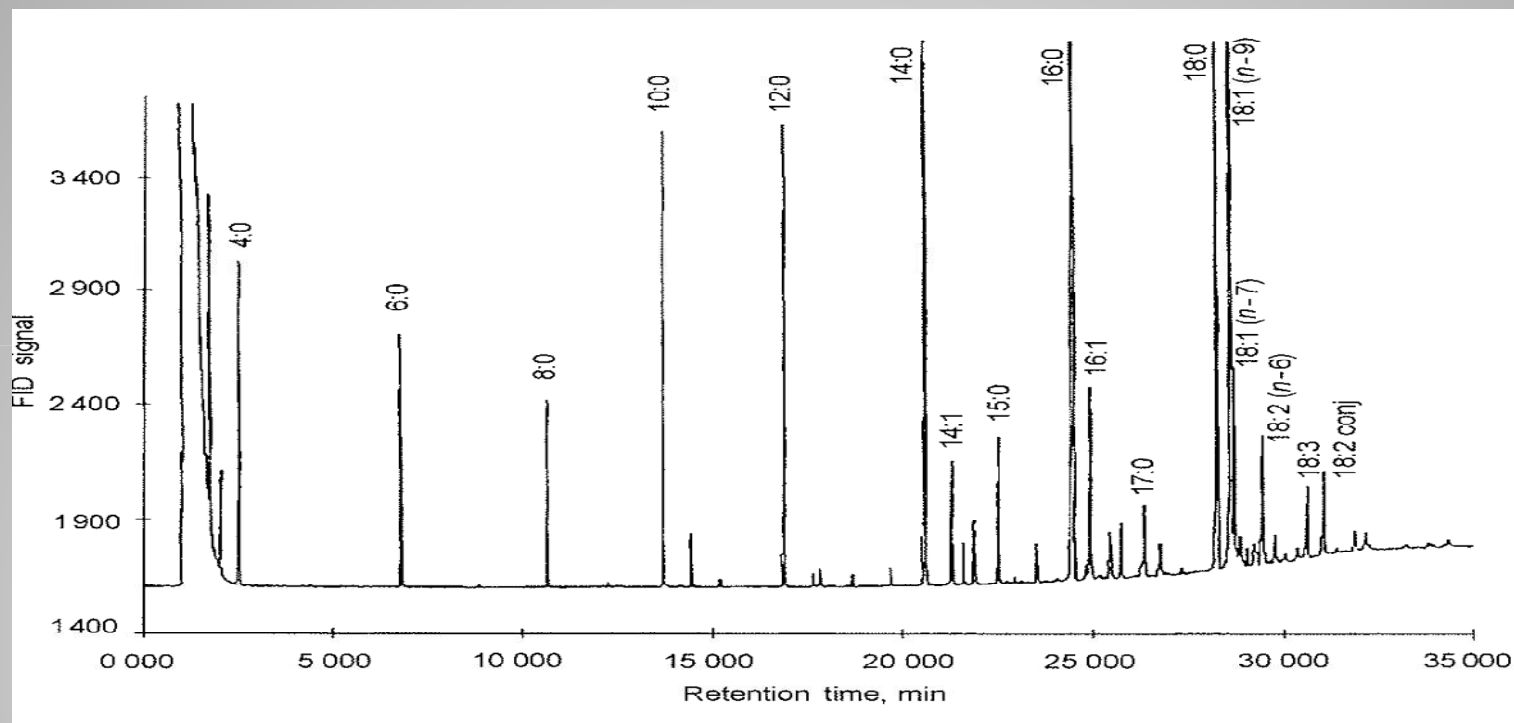
INRA Francia



A.R.A.P.

Acidi grassi nel latte

Grasso del latte: Quantità  Qualità



Composizione o profilo in acidi grassi



Perché gli acidi grassi nel latte

- Salute umana
- Elevato contenuto di acidi grassi saturi (SFA):
Effetti negativi: obesità, diabete, malattie cardiovascolari
(Kratz et al., 2013)
- Acidi grassi insaturi, quali acidi grassi essenziali (linoleico e linolenico) e CLA:
Effetti positivi sulla salute umana (Stark et al., 2008; Dilzer & Park, 2012)

....ma non solo...



Perché gli acidi grassi nel latte

- **Salute animale**

- Possono dare delle informazioni sullo stato di salute e sullo stato riproduttivo dell'animale: Profilo acidico del latte potenzialmente correlato la chetosi sub-clinica (Van Haelst et al., 2008)

- **Qualità dei prodotti lattiero-caseari**

- Correlazione con le caratteristiche organolettiche e le proprietà tecnologiche (Coppa et al., 2011; Martin et al., 2005)

- **Emissioni di gas serra**

- Correlazione positiva tra contenuto di acidi grassi saturi del latte ed emissioni di metano (Chilliard et al., 2009)



mega5 - X

NOTRE DÉMARCHE NOTRE UNIVERS VOTRE ÉQUILIBRE VOTRE PLAISIR VOS QUESTIONS ESPACE PRO

Filière nutrition
OMEGA 3 NATURELS
Association Bleu-Blanc-Cœur

Bleu-Blanc-Cœur
Agriculture à vocation SANTÉ

Newsletter
S'inscrire pour recevoir

Accueil
Accéder à l'accueil

> VOTRE ÉQUILIBRE > Oméga 3 & oméga 6

VOTRE ÉQUILIBRE

OMÉGA 3 & OMÉGA 6

Ces deux acides gras sont dits « essentiels », parce qu'ils sont nécessaires au bon développement et au fonctionnement de l'organisme mais que ce dernier n'est malheureusement pas capable de les fabriquer. On a beaucoup entendu parler, ces derniers temps, des Oméga 3. Pourtant, pour comprendre leur rôle, il faut aussi s'intéresser à celui des Oméga 6. Car c'est un véritable bras de fer qui s'est installé entre les deux acides gras, mais pourtant les uns ne vont pas sans les autres...

Une petite piqure de rappel...

Nos deux acides gras sont synthétisés par les végétaux. Les Oméga 6 proviennent de l'acide linoléique et les Oméga 3 de l'acide alpha-linolénique. On retrouve les Oméga 6 dans les graines comme le soja, le tournesol ou encore le maïs et les Oméga 3 dans les végétaux verts comme l'herbe, la luzerne ou les algues et dans certaines graines comme le lin et le colza.

Les Oméga 3

Les Oméga 3 assurent une croissance normale et interviennent dans les fonctions physiologiques de tous nos tissus. Ils occupent un rôle important dans la protection des maladies cardio-vasculaires, ils favorisent l'élasticité des artères et la fluidité du sang et participent au développement de la rétine, du cerveau et du système nerveux.

Les Oméga 6

Les Oméga 6 participent à l'élaboration des médiateurs cellulaires. Ils viennent également ajouter leur pierre sur les chantiers de développement du système nerveux, de l'équilibre cardiovasculaire, de l'immunité, de la guérison des blessures et des réactions allergiques et inflammatoires. Mais consommés en excès, ils peuvent empêcher les Oméga 3 de tenir leur rôle, notamment lors de la protection cardiovasculaire et provoquer des douleurs et des maladies inflammatoires comme l'asthme ou l'arthrite.

[Découvrir le Science](#)



Acidi Grassi nel latte: l'esempio olandese

**Aumento del 30% di Acidi Grassi Insaturi
rispetto "al valore medio stabilito"**

**Impegno delle Aziende a
raggiungere e mantenere
l'obiettivo**

**Aumento del valore
economico del latte con
una compensazione
stagionale dei costi
aggiuntivi**

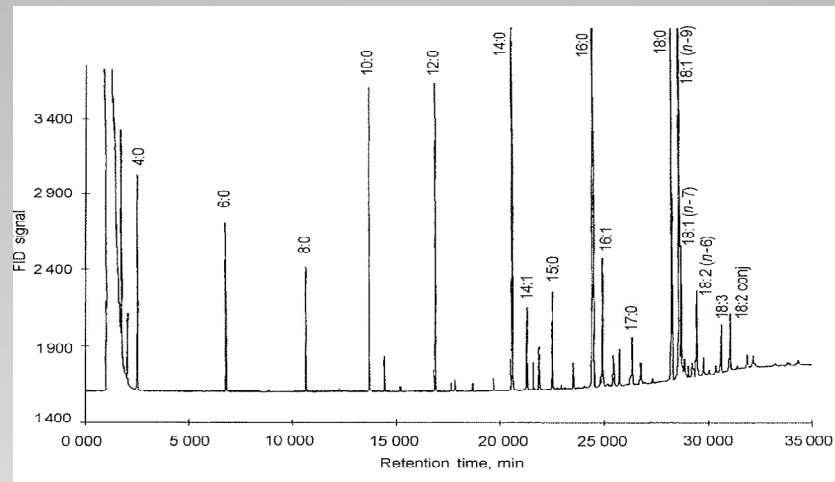
+	3,50	€ 3,40
	2,50	€ 3,00
	1,50	€ 2,60
	0,50	€ 2,20
	0,25	€ 2,10
Riferimento		€ 2,00
-	0,25	€ 1,75
	0,50	€ 1,50
	1,50	€ 0,50
	1,75	€ 0,25
	2,00	€ 0,00

Fonte: Qlip (Olanda)

"Sistema Allevatori". Lavoriamo insieme per il futuro



Il ruolo delle analisi?



"Sistema Allevatori". Lavoriamo insieme per il futuro



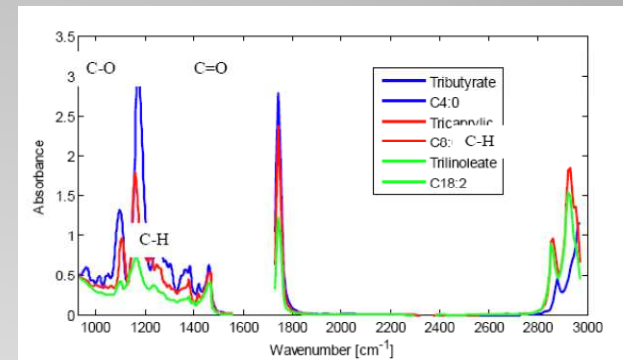
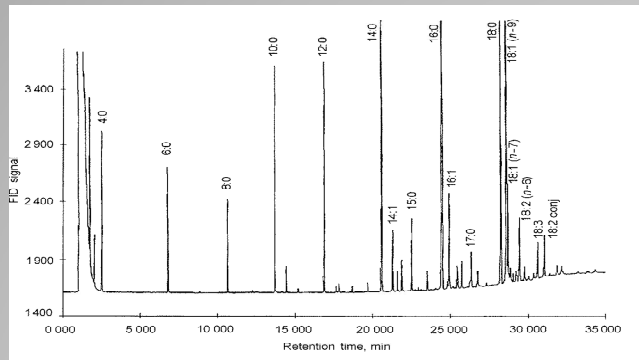
Determinazione degli acidi grassi

- Gas cromatografia
- Metodo di riferimento
- ISO IDF 15884_2002_GC e ISO IDF 15885_2002_GC
- Differenti metodi in bibliografia
- Profilo sempre più dettagliato (varia da 25-30 a più di 80 acidi grassi individuali)
- Non applicabile ad analisi di routine

Necessità di un metodo veloce e poco costoso ma allo stesso tempo preciso ed accurato



Infrarosso



MIR (es. MILKOSCAN)

- Rapido (500 campioni/h)
- Multiparametrico (GPL)
- Analisi di routine
- Costi contenuti
- Specifico per matrice
- Apparecchiatura costosa

NIR

- Rapido (150 campioni/d)
- Costi contenuti
- Adatto a più matrici
- Apparecchiatura poco costosa



Scopo:

Confrontare due metodi di analisi basati sull'infrarosso, MIR e NIR, per la determinazione del profilo in acidi grassi del latte in maniera veloce e poco costosa



Analisi del profilo acidico con GC:

- Tempi lunghi, costi elevati e richiesta di elevato profilo professionale
- **Analisi precisa, accurata e dettagliata**



**curva di calibrazione per
MIR e NIR**

Predizione del profilo acidico con:

- **Analisi precisa, accurata e dettagliata**
- Analisi in routine
- Costi contenuti



Esperienza diretta di ARAP

QUALITY MILK (2011/2013)



FOSS

"Sistema Allevatori". Lavoriamo insieme per il futuro



Materiali e metodi

- 250 campioni di latte di massa prelevati in 70 aziende tra il 2011 e il 2012
- Scelta delle aziende per avere il maggior range possibile di variazione del profilo in acidi grassi
- Fattore principale di scelta: tipo di razione alimentare
- Allevamenti intensivi che allevano razza Frisona (produttori di circa l'80% del latte della Pianura Padana)
- Inclusione di circa 20 aziende estensive per avere profili acidi maggiormente differenti



Campionamento e analisi

- Razioni, alimenti e latte in diversi momenti stagionali
- Analisi di riferimento con GC (colonna da 100 m)
- NIR (NIRSystems XDS, Foss)
 - Latte fresco
 - Liquido
 - Secco
 - Latte congelato
 - Liquido
 - Secco
- MIR (Milkoscan FT6000, Foss)
 - Latte fresco e congelato liquido
- Salvataggio degli spettri



Elaborazione dati

- WinISI II:
 - 200 campioni in **calibrazione**
 - 50 campioni in **validazione**

	Procedure di correzione	Trattamenti matematici
Partial least square (PLS)	Nessuna correzione	0,0,1,1
Modified partial least square(MPLS)	Standard normal variate (SNV)	1,4,4,1
	Detrend (D)	2,10,10,1
	SNV & D	
	Multiple scatter correction (MSC)	

- Inclusione di un campione in ripetibilità



Valutazione delle equazioni

Classificazione	R^2CV & R^2V
Povera	$\leq 0,66$
Approssimativa	0,67-0,81
Promettente	0,81-0,90
Applicabile	$\geq 0,91$





Risultati



Origine dei campioni

Item	Mean	Min	Max	SD ^a
Dairy cows per farm (n)	115	5	550	98
Days in milk (d)	191	100	295	28
Milk yield (kg/cow × day)	23.4	3.5	40.5	10.3
Total roughage (% of diet DM)	66	37	100	19
Total concentrates (% of diet DM)	34	0	63	19
Corn silage (% of diet DM)	22	0	63	17
Grass or legume silage (% of diet DM)	8	0	42	12
Hay (% of diet DM)	15	0	93	20
Fresh herbage (% of diet DM)	19	0	100	36
Total forages (% of diet DM)	24	0	100	19
Altitude (m a.s.l.)	546	95	2500	572



Profilo degli acidi grassi

Fatty acids	g/kg milk							
	Calibration set				Validation set			
	Mean	Min	Max	SD	Mean	Min	Max	SD
Fat	37.44	29.20	45.60	3.18	37.22	31.50	46.40	3.21
ECSCFA	22.09	15.44	38.87	3.04	21.76	17.11	28.41	2.37
OCFA	0.78	0.52	1.70	0.18	0.81	0.57	1.30	0.15
BCFA	0.75	0.46	1.94	0.27	0.76	0.47	1.51	0.24
Total SFA	23.62	17.36	41.01	3.13	23.32	18.74	30.48	2.42
MUFA	10.92	6.59	22.35	1.94	10.81	7.81	17.16	1.62
PUFA	1.91	1.01	4.53	0.56	1.90	1.28	3.60	0.48
UFA	12.82	7.61	26.87	2.40	12.72	9.16	19.29	1.97
C18:1cis	8.35	4.62	16.91	1.48	8.31	5.97	14.04	1.35
C18:1trans	1.24	0.56	3.30	0.50	1.21	0.65	2.73	0.50
Trans-FA	1.92	0.99	5.70	0.91	1.88	1.06	4.82	0.88
n-6	0.90	0.32	1.78	0.23	0.89	0.45	1.63	0.27
n-3	0.34	0.15	1.30	0.20	0.34	0.17	0.83	0.16
n-6/n-3	3.42	0.70	6.71	1.62	3.33	0.76	6.16	1.68
C18:1cis9/C16:0	0.75	0.42	1.30	0.18	0.77	0.54	1.17	0.17
Total CLA	0.35	0.16	1.36	0.26	0.35	0.15	1.21	0.24



Profilo degli acidi grassi

Fatty acids	g/100 g fatty acids							
	Calibration set				Validation set			
	Mean	Min	Max	SD ^a	Mean	Min	Max	SD
Fat								
ECSFA	60.13	47.35	68.73	4.61	59.86	49.87	65.31	3.90
OCFA	2.13	1.52	3.28	0.38	2.23	1.63	3.46	0.35
BCFA	2.02	1.37	3.91	0.63	2.07	1.34	3.45	0.57
Total SFA	64.28	51.64	72.51	4.05	64.16	56.11	69.78	3.40
MUFA	29.63	22.82	41.28	3.05	29.66	24.67	35.43	2.52
PUFA	5.17	3.60	10.34	1.20	5.23	3.73	8.22	1.14
UFA	34.80	26.73	47.49	3.93	34.89	28.95	42.74	3.31
C18:1cis	22.67	16.27	33.27	2.40	22.78	18.86	27.93	2.18
C18:1trans	3.36	1.82	7.80	1.18	3.31	1.80	6.73	1.27
Trans-FA	5.19	2.82	13.03	2.13	5.16	2.85	11.00	2.22
n-6	2.45	1.10	4.06	0.60	2.46	1.30	4.72	0.70
n-3	0.91	0.43	3.12	0.49	0.93	0.46	1.92	0.44
n-6/n-3	3.42	0.70	6.71	1.62	3.33	0.76	6.16	1.68
C18:1cis9/C16:0	0.75	0.42	1.30	0.18	0.77	0.54	1.17	0.17
Total CLA	0.93	0.39	2.98	0.62	0.95	0.39	2.76	0.62



Miglior equazione

	MIR		NIR			
			Liquido		Secco	
	fresco	congelato	fresco	congelato	fresco	congelato
g/kg latte	MPLS Nessuna correzione 1,4,4,1	MPLS Nessuna correzione 1,4,4,1	MPLS SNV 2,10,10,1	MPLS D 2,10,10,1	PLS MSC 1,4,4,1	PLS MSC 2,10,10,1
g/100g FA	MPLS Nessuna correzione 1,4,4,1	MPLS Nessuna correzione 1,4,4,1	MPLS SNV 2,10,10,1	MPLS SNV 2,10,10,1	PLS MSC 1,4,4,1	PLS MSC 2,10,10,1



MIR liquido fresco

	povera	approssimativa	promettente	applicabile
R ² CV & R ² V	≤ 0,66	0,67-0,81	0,81-0,90	≥ 0,91
g/kg latte	n-6 FA	OCFA	BCFA PUFA Total C18:1cis n-3 FA	ECSFA Total SFA MUFA UFA Total C18:1trans Total trans-FA C18:1cis9/C16:0 Total CLA
g/100g FA	OCFA n-6 FA	-	BCFA PUFA Total C18:1cis n-3 FA	ECSFA Total SFA MUFA UFA Total C18:1trans Total trans-FA C18:1cis9/C16:0 Total CLA



MIR liquido congelato

	povera	approssimativa	promettente	applicabile
R ² CV & R ² V	≤ 0,66	0,67-0,81	0,81-0,90	≥ 0,91
g/kg latte	n-6 FA	OCFA	BCFA PUFA Total C18:1cis n-3 FA	ECSFA Total SFA MUFA UFA Total C18:1trans Total trans-FA C18:1cis9/C16:0 Total CLA
g/100g FA	OCFA n-6 FA	-	BCFA PUFA Total C18:1cis n-3 FA	ECSFA Total SFA MUFA UFA Total C18:1trans Total trans-FA C18:1cis9/C16:0 Total CLA



NIR liquido fresco

	povera	approssimativa	promettente	applicabile
R ² CV & R ² V	≤ 0,66	0,67-0,81	0,81-0,90	≥ 0,91
g/kg latte	OCFA n-6 FA	BCFA	PUFA Total trans-FA C18:1cis9/C16:0 Total CLA n-3 FA Total C18:1trans Total C18:1cis	ECSFA Total SFA MUFA UFA
g/100g FA	OCFA Total C18:1cis n-6 FA	Total C18:1trans BCFA	MUFA PUFA Total trans-FA C18:1cis9/C16:0 Total CLA n-3 FA	ECSFA Total SFA UFA



NIR liquido congelato

	povera	approssimativa	promettente	applicabile
R ² CV & R ² V	≤ 0,66	0,67-0,81	0,81-0,90	≥ 0,91
g/kg latte	MUFA OCFA Total C18:1trans Total C18:1cis n-6 FA C18:1cis9/C16:0	PUFA BCFA	Total trans-FA Total CLA n-3 FA	ECSFA Total SFA UFA
g/100g FA	OCFA Total C18:1trans Total C18:1cis n-6 FA	MUFA C18:1cis9/C16:0 BCFA n-3 FA	ECSFA Total SFA UFA PUFA Total trans-FA Total CLA	-



NIR secco fresco

	povera	approssimativa	promettente	applicabile
R ² CV & R ² V	≤ 0,66	0,67-0,81	0,81-0,90	≥ 0,91
g/kg latte	ECSFA Total SFA MUFA OCFA n-6 FA	UFA BCFA	PUFA C18:1cis9/C16:0 n-3 FA Total C18:1cis Total trans-FA Total CLA	Total C18:1trans
g/100g FA	OCFA n-6 FA	-	PUFA C18:1cis9/C16:0 n-3 FA Total C18:1cis BCFA	ECSFA Total SFA MUFA UFA Total C18:1trans Total trans-FA Total CLA



NIR secco congelato

	povera	approssimativa	promettente	applicabile
R ² CV & R ² V	≤ 0,66	0,67-0,81	0,81-0,90	≥ 0,91
g/kg latte	ECSFA Total SFA MUFA OCFA n-6 FA	Total C18:1cis UFA BCFA	PUFA C18:1cis9/C16:0 n-3 FA Total trans-FA Total CLA	Total C18:1trans
g/100g FA	OCFA n-6 FA	BCFA	PUFA C18:1cis9/C16:0 n-3 FA Total C18:1cis	ECSFA Total SFA MUFA UFA Total C18:1trans Total trans-FA Total CLA



NIR vs MIR

- Nessuna precedente comparazione sullo stesso dataset
- Stesse elevate performance di predizione per ECSFA, SFA e UFA quando espressi in g/100g di FA
- Migliori predizioni con il NIR secco per MUFA e PUFA
- Quando i valori sono espressi come g/kg di latte le predizioni ottenute con il MIR presentano migliori risultati per quasi tutti i gruppi di acidi grassi



Fresco vs congelato

- La bontà di predizione del MIR non viene alterata dal congelamento del campione
- Il NIR liquido congelato presenta minori performance di predizione rispetto al campione liquido fresco
- L'essiccazione del campione azzerava la differenza di predizione ottenuta con il NIR tra il latte fresco e quello congelato



g/kg di latte vs g/100g FA

- La struttura del dataset ha consentito di ottenere elevate performance di predizione con il MIR anche quando gli acidi grassi sono espressi come g/100g FA
- g/kg di latte: non fornisce nessuna informazione sulla "bontà" del profilo in acidi grassi
- Valori molto influenzati dal tenore in grasso
- Non consente di confrontare e discriminare il latte in base al profilo in acidi grassi



Considerazioni conclusive

- I risultati ottenuti sottolineano l'importanza di avere un buon dataset per ottenere buone curve di predizione sia con il MIR che con il NIR, sia con latte fresco che con latte congelato
- Le performance di predizione del MIR rimangono elevate anche con l'utilizzo del latte congelato
- L'utilizzo dell'infrarosso può diventare un buono strumento per la misurazione del profilo degli acidi grassi del latte



Per ulteriori informazioni...

Food Chemistry 150 (2014) 49–57



ELSEVIER

Contents lists available at ScienceDirect

Food Chemistry

journal homepage: www.elsevier.com/locate/foodchem



Comparison of near and medium infrared spectroscopy to predict fatty acid composition on fresh and thawed milk



Mauro Coppa^{a,*}, Andrea Revello-Chion^b, Daniele Giaccone^b, Anne Ferlay^{c,d}, Ernesto Tabacco^a, Giorgio Borreani^a

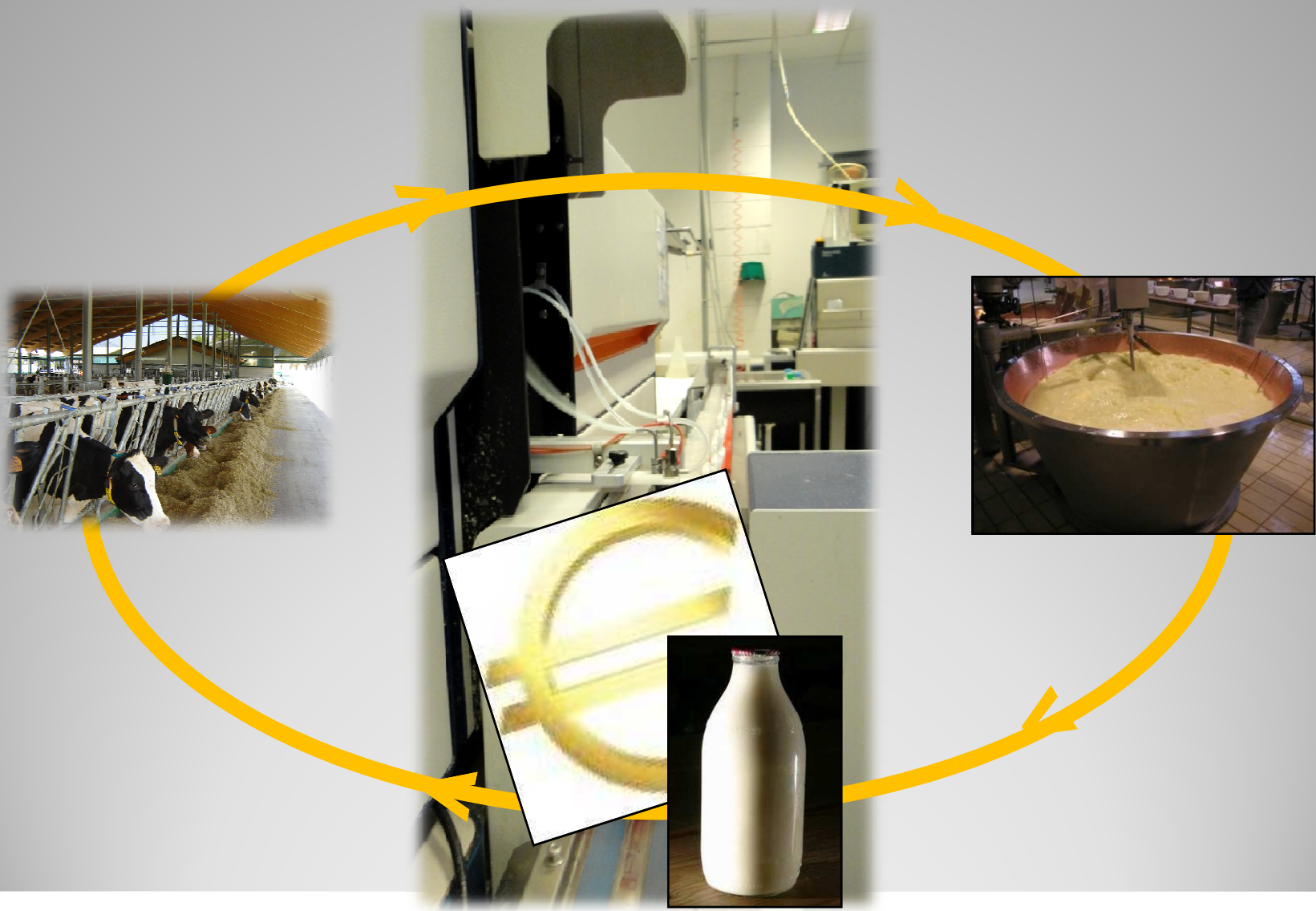
"Sistema Allevatori". Lavoriamo insieme per il futuro



Grazie per l'attenzione



"Sistema Allevatori". Lavoriamo insieme per il futuro



"Sistema Allevatori". Lavoriamo insieme per il futuro



Origine dei campioni

	Media $\pm$ SD	Min	Max
Vacche allevate (n)	115 $\pm$ 98	5	550
Produzione (kg/capo/d)	23,4 $\pm$ 10,3	3,5	40,5
Foraggi (% s.s. dieta)	66 $\pm$ 19	37	100
Concentrati (% s.s. dieta)	34 $\pm$ 19	0	63
Silomais (% s.s. dieta)	22 $\pm$ 17	0	63
Insilati d'erba (% s.s. dieta)	8 $\pm$ 12	0	42
Fieno (% s.s. dieta)	15 $\pm$ 20	0	93
Erba verde (% s.s. dieta)	19 $\pm$ 36	0	100
Altitudine (m)	546 $\pm$ 572	95	2500

