

FT-NIR COMO FERRAMENTA DE APOIO À PRODUÇÃO ANIMAL E AGRO-ALIMENTAR: EXEMPLO DO LEITE DE OVELHA SERRA DA ESTRELA

Oliveira, J.^{1,2,3}, Lima, M. J.^{1,2,4}, Costa, J. M.^{1,2}, Barracosa, P.^{1,2,3}, Coelho, C.^{1,2,3,5}, Monteiro, A.^{1,2,4}, Brito, M.^{1,2}, Esteves, F.^{1,2}, Pinto, A.^{1,2,3}, Coutinho, R.¹, Madanelo, J.⁶, Dinis, R.⁶
*joliveira@esav.ipv.pt; ¹Escola Superior Agrária de Viseu (ESAV), Viseu; ²Centro de Estudos em Educação, Tecnologias e Saúde (CI&DETS), Instituto Politécnico de Viseu, Viseu; ³Centro de Investigação e Tecnologias Agroambientais e Biológicas (CITAB), Vila Real; ⁴Centro de Recursos Naturais, Ambiente e Sociedade (CERNAS), Coimbra; ⁵Centro de Ciência Animal e Veterinária (CECAV), Vila Real; ⁶Associação Nacional de Criadores de Ovinos Serra da Estrela (ANCOSE), Oliveira do Hospital.

INTRODUÇÃO

A evolução e o conhecimento actual da produção de leite das ovelhas da raça Serra da Estrela foram conseguidos ao longo das campanhas de contraste leiteiro promovidas pela ANCOSE, desde 1990 (Dinis, 2013). No entanto, este conhecimento apenas se reporta à quantidade de leite produzido, não existindo, por aspectos vários, informação robusta sobre os teores butirico (TB) e proteico (TP) do leite. O óbvio interesse da inclusão destes parâmetros em futuro esquema de melhoramento desta raça é desejo de todos os intervenientes na fileira. Por outro lado, sabendo da importância destes componentes como matéria útil para a produção de queijo, é muito relevante o seu conhecimento para a elaboração de um produto singular que é o Queijo Serra da Estrela (QSE) DOP. Também a avaliação em tanque colectivo, nas queijarias, do leite para a elaboração do QSE DOP, é extremamente relevante na melhor estratégia para a eficiência do rendimento de produção e valorização qualitativa deste produto.

As análises a estes parâmetros podem ser efectuadas em laboratórios através de procedimentos de referência de modo a que os produtores e associações disponham desta informação para tomar decisões relativas ao manejo animal e aos processos de fabrico de queijo. Contudo, tratam-se de análises bastante morosas e onerosas, explicando, pelo menos em parte, a não existência de muita informação acerca destes parâmetros.

Para além disso, as metodologias clássicas utilizadas para determinação dos parâmetros de qualidade do leite e queijo utilizam reagentes químicos que apresentam um elevado grau poluente, representando não só um risco ambiental, mas também para o operador.

A optimização de uma metodologia que permita resultados igualmente fiáveis, mais rapidamente e com mais baixos custos será bastante útil para os produtores, associações de produtores e empresas. Os sistemas de espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) poderão contribuir para atingir esse objectivo, sendo uma mais valia para a optimização da resposta a um sector produtivo regional de grande importância.

Com o desenvolvimento deste sector produtivo, associado concomitantemente à recolha e acumulação de grande quantidade de dados relativos a estes (e eventualmente outros) parâmetros (De Marchi *et al.*, 2014), mais evidente é a necessidade de alteração do paradigma técnico-científico associado, directa e indirectamente, à fileira da produção do QSE DOP, alavancando necessariamente a economia associada.

Pretende-se com este trabalho a adequação da utilização desta técnica na análise de parâmetros químicos do leite dos ovinos Serra da Estrela e mostrar a sua importância na fileira do Queijo Serra da Estrela DOP.

MATERIAL E MÉTODOS

Na continuidade do processo de recolha de amostras de leite da raça ovina Serra da Estrela para a calibração e validação do equipamento FT-NIR (NIRFlex N 500, Büchi Labortechnik AG, Switzerland), foram usadas 53 amostras de leite, obtidas em março e novembro de 2017 (16 amostras de 4 animais de 4 explorações e 37 de tanques de 10 queijarias onde se labora o QSE DOP - de 1 a 8 amostras por queijaria). As amostras foram recolhidas em duplicado para análise num laboratório acreditado com metodologias certificadas e simultaneamente analisadas no FT-NIR.

As análises da humidade e teores butirico e proteico, realizadas às amostras seguiram metodologias analíticas de referência consideradas *gold standard* neste estudo.

Os dados obtidos foram submetidos a análises de correlação de Pearson e regressões lineares, após a exclusão de alguns pares de dados considerados *outliers*. Foram excluídos os pares de valores cujas diferenças absolutas entre os valores previstos por regressão e os valores obtidos no FT-NIR fossem superiores, em módulo, a 4 para a humidade, 1,5 para o teor butírico e 1,2 para o teor proteico.

Após as análises laboratoriais clássicas e no FT-NIR, procedeu-se à recalibração das curvas de calibração de cada um dos parâmetros através do software NIRCalc e posterior validação das novas curvas do equipamento NIRFlex N 500 (Büchi Labortechnik AG, Switzerland).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise descritiva dos diferentes parâmetros: humidade, TB e TP revelam um padrão de semelhança entre os valores provenientes dos métodos de referência e aqueles obtidos com o FT-NIR. Este facto é verificado noutros estudos semelhantes, analisando leite de ovelha (Aernouts *et al.*, 2015; Šustová *et al.*, 2007; Šustová *et al.*, 2014). No quadro 1, comprovamos a relação muito estreita entre os pares de valores, através de correlações muito elevadas: 0,80 (humidade), 0,93 (TB) e 0,93 (TP) ($p < 0,001$).

A representação gráfica dos pares de dados, através de rectas de regressão (Figura 1), bem como os valores elevados dos coeficientes de determinação (acima de 0,99 para os três parâmetros estudados; Quadro 1) evidenciam a relação estreita entre as duas metodologias utilizadas.

Considerando que as curvas de calibração relativas à humidade, TB e TP do equipamento utilizado (FT-NIR NIRFlex N 500) foram obtidas com mais de um milhar de amostras de leite de diversos países, principalmente de vaca e de cabra, os valores dos parâmetros analíticos assim obtidos têm uma elevada fiabilidade para leites de composição média, relativamente às amostras que serviram de base às calibrações iniciais. No entanto, as composições de cada tipo de leite estão podem estar fora desta padronização global, pelo que o ajustamento a uma nova curva de calibração, aferida à realidade do leite das ovelhas Serra da Estrela, é imprescindível para os resultados analíticos serem cientificamente credíveis e aplicáveis à prática da nossa fileira produtiva. De facto, verificámos que, como os valores de resíduo seco (100%-humidade) e dos TB e TP são mais elevados no leite das ovelhas Serra da Estrela (Figura 2), a inclusão destes novos dados permite aferir a metodologia de análise pelo FT-NIR, adequando a curva de calibração do processo analítico à realidade química do leite das ovelhas Serra da Estrela.

Uma das grandes potencialidades desta abordagem é a escalabilidade que se consegue dos procedimentos e metodologias validadas a nível do contraste leiteiro dos ovinos Serra da Estrela (ICAR, 2017), podendo assim dar suporte técnico à ANCOSE e directamente aos produtores de leite desta ovelha. Pode mesmo ser possível a sua aplicação na análise de leite de outras raças autóctones nacionais.

Com a abordagem empreendida, estamos igualmente a potenciar trabalhos futuros com a avaliação mais alargada das causas de natureza multifatorial que contribuam para a diversidade de características organolépticas e de rendimento do queijo Serra da Estrela, bem como a análise química do QSE DOP. Existem, de facto, muitos trabalhos que confirmam a importância da utilização desta metodologia no estudo de vários parâmetros em diversos produtos agro-alimentares, nomeadamente associados ao leite e às propriedades funcionais durante o processamento do queijo (Čurda and Kukačková, 2004; Currò *et al.*, 2017; Madalozzo *et al.*, 2013).

Além do mencionado, relativamente à utilização do FT-NIR como ferramenta de análise de amostras de leite e outros produtos agro-alimentares, podemos enumerar mais algumas vantagens da utilização do NIR: (1) Preparação mínima da amostra; (2) Avaliação da amostra no seu estado natural; (3) Análise simultânea de diferentes parâmetros (informação espectral); (4) Rápida velocidade de análise (cerca de 1 minuto, excluindo preparação); (5) Custo reduzido por análise; (6) Ausência de reagentes; (7) Facilidade de aprendizagem e utilização.

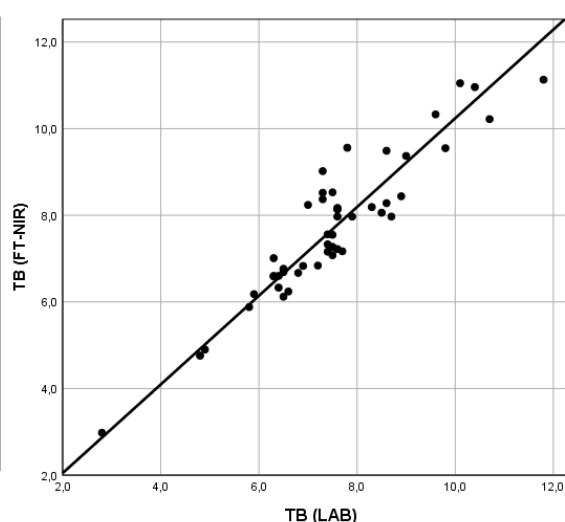
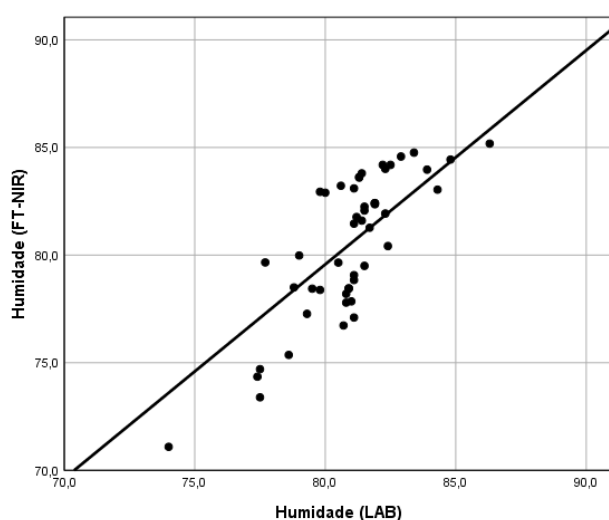
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Aernouts, B., Van Beers, R., Watté, R., Huybrechts, T., Lammertyn, J. and Saeys, W. (2015). *J Dairy Sci*, 98(10), 6727–6738.
- Čurda, L. and Kukačková, O. (2004). *J Food Eng*, 61(4), 557–560.
- Currò, S., Manuelian, C. L., Penasa, M., Cassandro, M. and Marchi, M. D. (2017). *J Dairy Sci*, 100(11), 8759–8763.
- De Marchi, M., Toffanin, V., Cassandro, M. and Penasa, M. (2014). *J Dairy Sci*, 97(3), 1171–1186.
- Dinis, R. M. M. (2013). Tese de Mestrado. Escola Superior Agrária de Viseu-IPV, Viseu.
- ICAR (2017). International Committee for Animal Recording. <http://www.icar.org/index.php/icar-recording-guidelines/>. Acedido em 13/12/2017.
- Madalozzo, E. S., Sauer, E. and Nagata, N. (2013). *J Food Sci Tech*, 52(3), 1649–1655.
- Šustová, K., Kuchtík, J. and Kráčmar, S. (2014). *Acta Univ Agric Silvic Mendel Brunensis*, 54(2), 131–138.
- Šustová, K., Růžičková, J. and Kuchtík, J. (2007). *Czech J Anim Sci*, 52(9), 284.

Agradecimentos: Trabalho financiado pelo CI&DETS/IPV e CGD, através do Projecto PROJ/CI&DETS/CGD/0010 Optimização de métodos analíticos para avaliação da qualidade do leite dos ovinos Serra da Estrela (Milk#LAB). Parte dos dados utilizados foram obtidos no âmbito do Projecto QCLASSE - Caracterização e Valorização da Autenticidade QSE DOP e sua vocação para a Promoção da Saúde. COMPETE 2020. Agradecemos a colaboração dos criadores de ovelhas e produtores de queijo Serra da Estrela.

Quadro 1. Médias±desvio padrão dos valores dos parâmetros de acordo com as metodologias adoptadas e relações entre os pares de valores (LAB vs FT-NIR), através de equações de regressão e correlações.

Parâmetro	n	FT-NIR	LAB	Eq. Regr.	R ²	Corr	Sig.
Humidade	49	80,5±3,3	80,9±2,1	0,995*Hum(LAB)	0,999	0,80	***
TB	50	7,7±1,6	7,5±1,6	1,024*TB(LAB)	0,994	0,93	***
TP	48	5,7±0,8	6,2±0,9	0,927*TP(LAB)	0,997	0,93	***



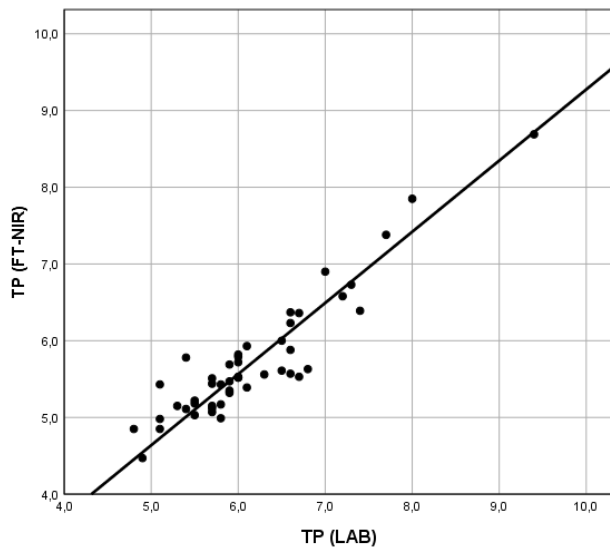


Figura 1. Regressões dos parâmetros humidade, teor butiroso e teor proteico relativamente aos valores obtidos em laboratório acreditado com metodologias de referência e obtidos no FT-NIR NIRFlex N 500 (Büchi Labortechnik AG, Switzerland) das amostras de leite da raça ovina Serra da Estrela.

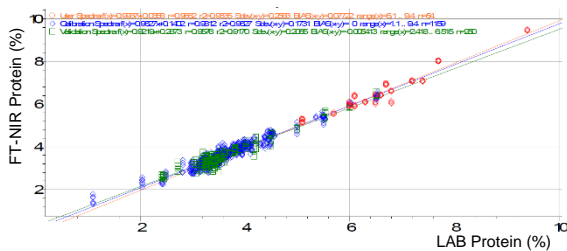
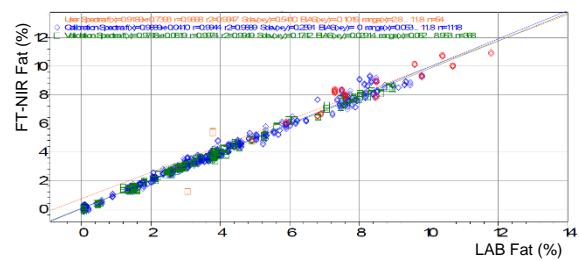
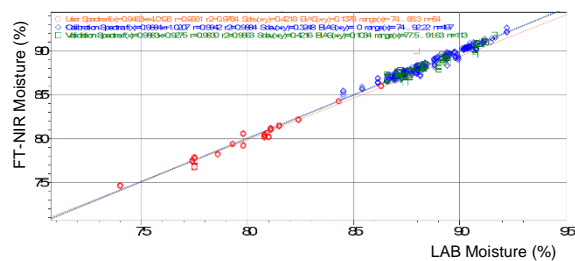


Figura 2. Novas calibrações no FT-NIR NIRFlex N 500 (Büchi Labortechnik AG, Switzerland) para os parâmetros humidade e teores butiroso e proteico do leite, considerando os novos valores dos parâmetros (a vermelho) do leite da raça ovina Serra da Estrela.

FT-NIR AS A SUPPORTING TOOL FOR ANIMAL AND AGRO-FOOD PRODUCTIONS: SERRA DA ESTRELA OVINE MILK CASE

ABSTRACT: Serra da Estrela sheep milk is an essential product for the Serra da Estrela Cheese (PDO). The production system implies the need for systematic knowledge of the values of useful matter (fat and protein) for the production of cheese. The need for simple, fast and reliable methodologies for this determination is fundamental for the sustainability of this productive sector, through the dairy records, for animal genetic valorisation, as well for the previous analysis of the bulk milk before the process of elaboration of the PDO Serra da Estrela Cheese.

In this work, 53 samples (in duplicate) of Serra da Estrela ewes' milk (16 individual samples and 37 samples of bulk milk) were collected and the parameters moisture and fat and protein contents were analysed by reference methodologies and by FT-NIR.

The results showed a significant agreement between the pairs of values obtained for any of the parameters, with correlations of 0.80 for moisture and 0.93 for the fat and protein contents ($p < 0.001$).

With the inclusion of the new data in the recalibration of the FT-NIR curves, we created a broader approach to better accommodate these more “extreme” values (lower humidity and higher fat and protein contents) than those used in the original curves.

Keywords: FT-NIR spectrometry; ewe's milk; ovelha Serra da Estrela, fat; protein.

20ª edição do Congresso de Zootecnia – Zootec5 Abril @ 8:00 - 7 Abril @ 17:00
Navegação do Evento; Comunicação oral