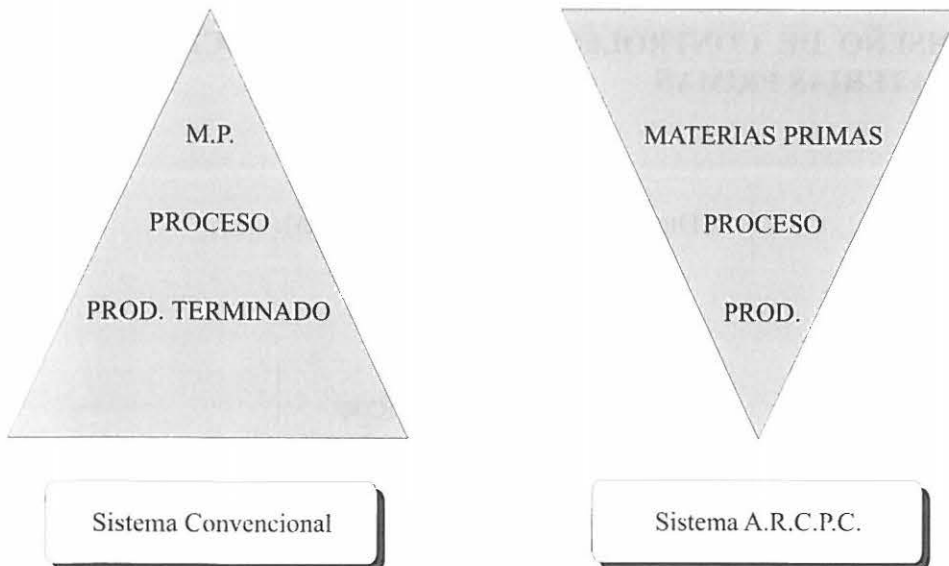


# CONTROL DE CALIDAD DE LECHE Y DERIVADOS

Dr. D. A. RUEDA RUEDA

## CRITERIOS PARA EL DISEÑO DEL CONTROL DE CALIDAD



## CONTROL DE CALIDAD EN LA INDUSTRIA LÁCTEA

\* Sistema Convencional:

- Control exhaustivo sobre producto terminado.
  - Baja operatividad (Reacción lenta).
  - Bajos niveles de seguridad.
  - Altos costes.
    - Alto porcentaje de defectuosos
    - Mano de obra elevada

- \* Sistema A.R.C.P.C. (Análisis de Riesgos y Control de Puntos Críticos).
  - Control de calidad preventivo
  - Clasificación de puntos efectivos de control
    - PCC1
    - PCC2
  - Control de procesos
    - Gran capacidad de reacción
    - Niveles de seguridad elevados
    - Reducción de costes
      - Objetivo: Cero defectos
      - Racionalización de mano de obra

## **DISEÑO DE CONTROLES ANALÍTICOS EN RECEPCIÓN DE MATERIAS PRIMAS**



## ANÁLISIS SISTEMÁTICOS

– <i>Características</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Rapidez</li> <li>– Amplia información</li> <li>– Grado de dificultad bajo</li> </ul>	
– <i>Análisis</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– TEMPERATURA DE RECEPCIÓN</li> <li>– ENSAYO ORGANOLÉPTICO</li> <li>– DETERMINACIÓN DE ACIDEZ</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>6 °C / L.D.</li> <li>10 °C / C.D.</li> <li>Detección de alteraciones de origen microbiano</li> </ul>
	Volumétrica	
	* <i>Determinación</i> pH	
	Indicadores	
	18 °D / 6.35-6.40	
	* <i>Valores límites</i> 13 °D /6.80-6.85	Electrodo selectivo Espectrofotom. AA
	– ESTABILIDAD DE LA CASEÍNA	Detección de alteraciones de origen microbiano
	* <i>Test del alcohol (68°-72°)</i>	
	* <i>Test del fosfato monopotásico (0.1 M)</i>	
	* <i>Estabilidad al hervido</i>	
	– ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO	Interés balance de materia Balance proteína/lactosa Niveles de M.G. y E.S.M.
	* <i>Técnicas rápidas (IR próximo)</i>	
	– PUNTO CRIOSCÓPICO	Aguado Valor límite (-516 m°C)
	– ANÁLISIS MICROBIOLÓGICO	No determinantes en A/R
	– CÉLULAS SOMÁTICAS	Pago por calidad

PROCESO: Fases previas a la transformación

OPERACIÓN	RIESGOS	MED. PREVENTIVAS	PCC	LÍMITE CRÍTICO	VIGILANCIA	ACC. CORRECTORAS	REGISTRO
RECEPCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LECHE CRUDA	1.- T° leche en recepción 2.- Estabilidad de producto 3.- Carga microbiana 4.- Adulteraciones 5.- Contaminac. transporte o almacenamiento	1.- Refrigeración 2.- Control proveedores 3.- " " 4.- " " 5.- Programa limpieza de cisternas y tanques	2	1.- 6°C Larga distancia 10°C Corta distancia 2.- Estabilidad alcohol 72° y al hervido 3.- Acidez máxima 18°D 4.- Ausencia adulteraciones	1.- Control analítico 2.- " " 3.- " " 4.- " " 5.- Inspecc. visual cisternas y control estación CIP	1.- Restablecimiento T° 2.- Rechazo. 3.- " 4.- " 5.- Restablecimiento de condiciones de limpieza	1.- Libro de laboratorio 2.- Libro de laboratorio 3.- Libro de laboratorio 4.- Libro de laboratorio 5.- Registro de salida de vehículos
CENTRIFUGACIÓN	1.- Contaminación equipo	1.- Higiene de maquinaria	2	1.- Equipo higiénico	1.- Control estación CIP. Mantenimiento equipo	1.- Restablecimiento de condiciones de limpieza	
DESNATADO	1.- Contaminación equipo	1.- Higiene de maquinaria	2	1.- Equipo higiénico	1.- Control estación CIP. Mantenimiento equipo	1.- Restablecimiento de condiciones de limpieza	
TERMIZACIÓN	1.- Carga microbiana inicial 2.- T° de tratamiento insuficiente 3.- Contaminación equipo	1.- Control de proveedores. 2.- Control automático de T° de tratamiento 3.- Higiene de maquinaria	2	1.- Acidez máxima 18°D 2.- Mínimo 62°C/15seg 3.- Equipo higiénico	1.- Control analítico 2.- Cuadro de control (T°). Mantenimiento equipo 3.- Control estación CIP. Mantenimiento equipo	1.- Rechazo 2.- Restablecimiento de condiciones de tratam. 3.- Restablecimiento de condiciones de limpieza	1.- Libro de laboratorio 2.- Registro gráfico del termizador
ALMACENAMIENTO ISOTERMO	1.- T° de almacenamiento 2.- Desarrollo microbiano excesivo en almacenam 3.- Contaminación equipo.	1.- Control Temperatura 2.- Priorización envío de leche a tratamientos 3.- Higiene de maquinaria	2	1.- Máximo 6°C 2.- Acidez máxima 16°D 3.- Equipo higiénico	1.- Cuadro de control (T°) 2.- Control analítico. 3.- Control estación CIP. Mantenimiento equipo	1.- Restablecimiento T° 2.- Repetición del tratamiento térmico 3.- Restablecimiento de condiciones de limpieza	1.- Libro de laboratorio 2.- Libro de laboratorio

**ANÁLISIS RECOMENDADOS (fraudes más frecuentes)**– *Origen de los anteriores*– *Análisis* – DETERMINACIÓN DE INHIBIDORES

\* Criticidad en autorización / rechazo de la mat. prima

\* Programas de seguimiento

\* *Test inespecíficos*

B.R. Test

B.R. Test + Penicililasa

\* *Test Específicos*

E.I.A.

## – DETECCIÓN DE CONSERVANTES

\* Especial importancia en productos fermentados

\* *Agua oxigenada*

Tiras reactivas

\* *Ácido bórico y boratos*

Tiras reactivas

\* *Formol*

Ensayo de Identificación

\* *Benzoatos y Salicilatos*

Ensayo de Identificación

## – ADICIÓN DE AZÚCARES

\* *Glucosa*

Tiras reactivas

\* *Sacarosa*

Ensayo de Identificación

\* *Almidón y féculas*

Ensayo de Identificación

## – DETERMINACIÓN DE CLORUROS

Ensayo organoléptico

Método volumétrico

## – DETERMINACIÓN DE CATIONES

\* *Posible neutralización*

TÉCNICAS

Electro ión-selectivo

Espectrofotom. A.A.

LÍMITES

Na &gt; 600 p.p.m.

K &gt; 1800 p.p.m.

Tabla I. NIVELES MÍNIMOS DE DETECCIÓN

DELVOTEST®P		DELVOTEST® SP			
Antibióticos *1	C.B.	2 ½ h	C.B.	2 ¾h	3 h
Penicilina G	0.0025	0.003	0.002	0.0025	0.0025
Penicilina G**	0.004	0.005	0.003	0.003-0.004	0.003-0.004
Cloxacilina	0.015-0.025	0.025	0.015	0.015-0.025	0.02-0.025
Dicloxacilina	0.015	0.02	0.01	0.01-0.015	0.01-0.015
Oxacilina	0.01	0.01-0.015	0.005	0.01	0.01
Nafcilina	0.005-0.01	0.01	0.005	0.005-0.008	0.01
Ampicilina	0.003-0.004	0.005	0.002-0.003	0.003-0.004	0.003-0.005
Amoxicilina	0.004	0.005-0.006	0.002	0.003-0.004	0.003-0.005
Cefafirina	0.005	0.008-0.01	0.005	0.005-0.008	0.005-0.01
Cefalonium	0.01-0.015	0.015-0.02	0.005-0.01	0.01-0.02	0.015-0.025
Cefalexina	0.04-0.06	0.06-0.1	0.04-0.06	0.06-0.1	0.06-0.1
Cefacetil	0.02-0.03	0.03-0.04	0.02	0.02-0.04	0.02-0.04
Cefoperazon	0.04-0.06	0.08	0.04	0.06-0.1	0.06-0.1
Tetraciclina	0.05-0.1	0.2-0.3	0.1	0.2-0.4	0.3-0.6
Oxitetraciclina	0.05-0.2	0.3	0.1	0.2-0.4	0.4-0.5
Clorotetraciclina	0.05-0.1	0.25-0.3	0.1-0.15	0.2-0.4	0.3-0.6
Tilosina	0.04-0.15	0.1-0.3	0.01-0.02	0.03-0.05	0.1
Eritromicina	0.3-1.0	0.5-1.5	0.05	0.1-0.15	0.25
Lincomicina	0.1-0.3	0.4-1.0	0.1	0.2	0.3-0.4
Espiramicina	1.0-5.0	5.0-n.s.	0.2	0.35-0.75	n.s.
Centamicina	0.2-0.8	1.0-4.0	0.1-0.3	0.2-0.4	0.4-0.5
Neomicina	0.3-1.0	1.0-5.0	0.1-0.2	0.3-1.0	0.4-2.0
Dihidroestreptomocina	2.0-5.0	n.s.	0.3-0.5	1.5-3.0	2.5-10.0
Kanamicina	7.5-n.s.	n.s.	2.5	7.5	n.s.
Cloramfenicol	2.5-5.0	5.0-7.5	2.5	7.5	7.5-10.0
Sulfametacina	n.s.	n.s.	0.025	0.05-0.1	0.1-0.2
Sulfadimetoxina	n.s.	n.s.	0.05	0.05-0.1	0.1
Sulfatiazol	n.s.	n.s.	0.05	0.05-0.1	0.1-0.15
Sulfadiacina	n.s.	n.s.	0.05	0.05-0.1	0.1
Dapsona	n.s.	n.s.	0.001	0.001-0.004	0.004-0.008
Trimetoprim	0.2-0.5	0.5-1.5	0.05	0.1-0.3	0.5

\* Concentración dada en partes por millón (µg/ml o mg por litro de leche).

\*\* Concentración en Unidades Internacionales por ml de leche.

C.B. Tiempo en el que el control blanco ha cambiado a amarillo.

n.s. No sensible, límite de detección por encima p.p.m.

Tabla II

Cloro activo	200 ppm
Yodo	150 ppm
Peróxido de Hidrógeno (30 %)	600 ppm
Cetramide (bromuro de amonio cuartenario)	100 ppm
Farmquat (5% cloruro de amonio cuartenario)	10.000 ppm
Rodalon (cloruro de amonio cuartenario)	30 ppm
Niroklar (agente de limpieza basado en ácido fosfórico)	500 ppm
Calgonite (5 % dicloro-iso-cianurato potásico)	100 ppm
Sublimate (cloruro mercúrico)	10 ppm
Dicromato Potásico	20 ppm
Ázida Sódica	50 ppm

Tabla III

EL TEST DETECTA, POR EJEMPLO, LOS SIGUIENTES PRODUCTOS

$\beta$ -lactamas	Nivel de detección ng/ml (ppb)
Penicilina G	2-4
Ceftiofur	4-8
Cefapirina	4-8
Ampicilina	4-8
Amoxicilina	4-8
Cloxacilina	30-60

## ANÁLISIS ESPECIALES (fraudes más frecuentes)

### – Origen de los anteriores

#### – Análisis – PRESENCIA DE LACTOSUERO

\* Determinación de ácido siálico (N.A.N.A.)

\* Determinación de glicomacropéptido caseínico

\* *Problemas de falsos positivos (en “leches viejas”)*

#### – DETECCIÓN DE ADICIÓN DE GRASAS EXTRAÑAS

\* Índice de refracción de la grasa – Estacionalidad

– Obsoleto

\* Acidograma (1.4540)

#### – DETERMINACIÓN DE AFLATOXINAS

Alimentos Compuestos

Ensilados

\* *Análisis inmunológico*

– Columnas de Ab específico

– E.I.A.

– Fluorescencia

AFLATOXINA B1

AFLATOXINA M1

LECHE

#### – DETECCIÓN DE MEZCLAS DE LECHE

– Importancia en leches de cabra y oveja

– Inmunodifusión radial / electroforesis

#### – PRESENCIA DE ORGANOCOLORADOS

– Solubilidad en grasas – Termoestables

\* *Especial interés en mantequilla*

– Detección mediante C.L.A.R.

#### – DETECCIÓN DE RESIDUOS DE ANTIPARASITARIOS

+ Fasciolicidas \* B.R. Test +++

+ Antihelmínticos \* C.L.A.R. / E.M.

#### – PRESENCIA DE METALES PESADOS

\* *Cu y Fe.*

\* *Cd*

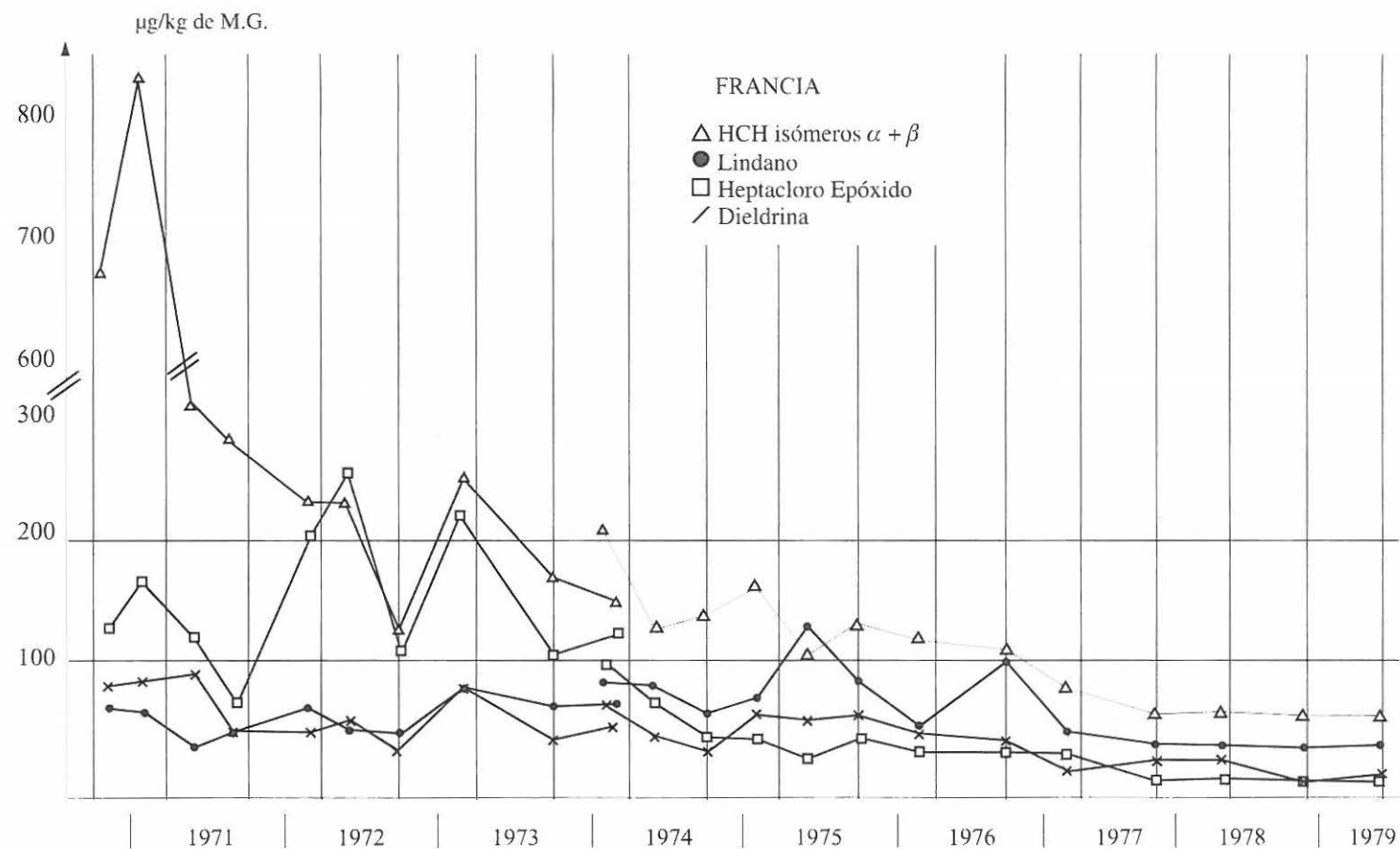
#### – RADIATIVIDAD

<sup>131</sup>I

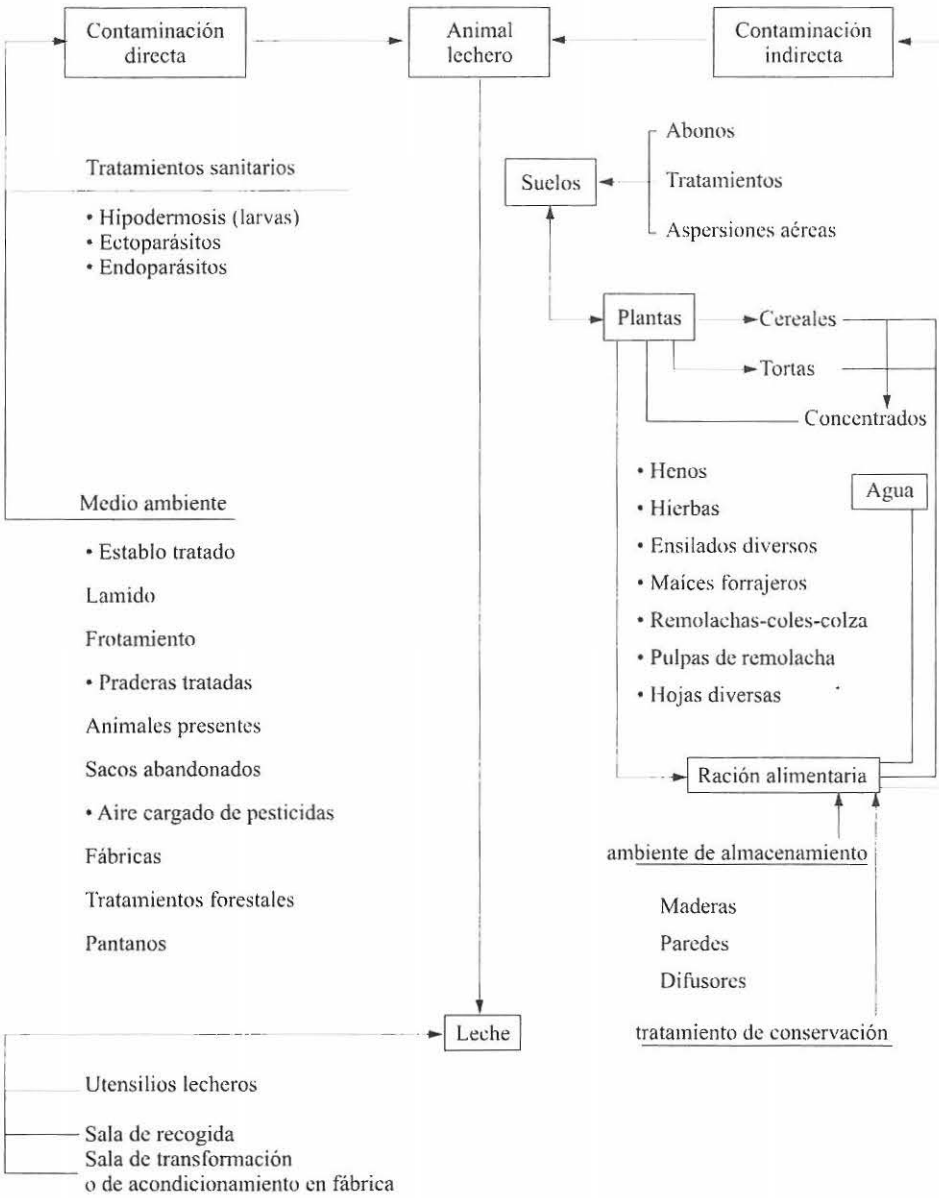
<sup>137</sup>Cs

<sup>89</sup>Sr / <sup>90</sup>Sr





Evolución de la contaminación de la leche en Francia, por residuos de pesticidas organoclorados (MAHIEU, 1979)



Vías y origen de la contaminación de la leche por residuos de pesticidas organoclorados (LUQUET Tesis, 1973)

## Índices de la Materia Grasa

	JUÁREZ 1978	GARCÍA OLMEDO y Col. 1979	NORMA DE CALIDAD PARA LA NATA (ORDEN 12-7-83)	ESTUDIO COLABORATIVO NATA 1991 - 1992		
				$\bar{x}_{21}$	Valores extremos	Desviación Standard
I. DE REICHERT	26,3 -29,0	26,0 -30,9	26,0- 32,0	28,9	27,9 - 30,3	0,732
I. DE POLENSKE	0,9 -2,0	1,7 -4,0	1,0- 4,0	2,4	1,8 - 3,0	0,258
I. DE KIRSCHNER	19,3 -21,5	19,0 -26,6	19,0- 27,0	24,3	21,4 - 26,6	1,166
I. DE REFRACCION 40° C	1,4538 -1,4560	1,4534 -1,4555	1,4540- 1,4557	1,4538*	1,4528-1,4542	3,303.10 <sup>-4</sup>

\* El 61% de estos valores son inferiores a 1,4540

## Ácidos grasos

	GALLACIER y Col 1974	JUÁREZ y Col 1978	JUÁREZ 1979		ESTUDIO COLABORATIVO NATA 1991 - 1992		
			$\bar{x}$	Valores extremos	$\bar{x}_{30}$	Valores extremos	Desviación Standard
C <sub>4</sub>	3,15-4,01	2,93 - 5,34	4,08	2,45 - 6,21	3,6	3,2- 4,2	0,360
C <sub>6</sub>	1,95-2,60	1,84 - 3,20	2,46	1,48- 3,80	2,4	2,1-2,7	0,210
C <sub>8</sub>	1,15-1,53	1,01 - 1,68	1,31	1,03-1, 90	1,5	1,3-1,6	0,141
C <sub>10</sub>	2,41-3,37	2,09 - 3,60	2,81	2,12-3,99	3,1	2,4-3,5	0,265
C <sub>12</sub>	2,71-4,15	2,24 - 4,14	3,16	2,31- 4,71	3,7	3,1-4,8	0,451
C <sub>14</sub>	9,50-11,90	8,47 - 13,03	10,51	8,47-12,84	11,3	10,4-12,0	0,335
C <sub>14:1</sub>		0,76 - 1,39	1,04	0,64-1,52	1,2	0,9-1,7	0,190
C <sub>15</sub>	1,20-1,60	0,95 - 1,57	1,24	0,87-1,70	1,1	1,0-1,2	0,076
C <sub>16</sub>	23,60-30,50	24,54 - 31,60	27,56	24,01-33,28	30,3	29,1-33,1	0,864
C <sub>16:1</sub>	1,85-2,31	1,37 - 2,45	1,87	1,27-2,76	2,0	1,5-2,6	0,257
C <sub>17</sub>	0,69-1,35	0,49 - 1,11	0,84	0,35-1,60	0,7	0,6-0,9	0,086
C <sub>18</sub>	9,55-13,10	7,37 - 12,49	10,04	6,23-13,64	9,9	8,3-11,5	0,783
C <sub>18:1</sub>	21,20-28,60	19,92 - 28,64	24,90	19,74- 31,24	22,0	20,3-23,4	0,892
C <sub>18:2</sub>	1,52-2,05	1,32 - 4,50	2,92	1,33-5,19	2,1	1,7-2,7	0,272
C <sub>18:3</sub>	0,62-0,96	0,26 - 1,15	0,55	0,25-2,69	0,5	0,4-0,7	0,086
C <sub>18:2 conj</sub>			0,68	0,46-1,37	0,4	0,2-0,6	0,083