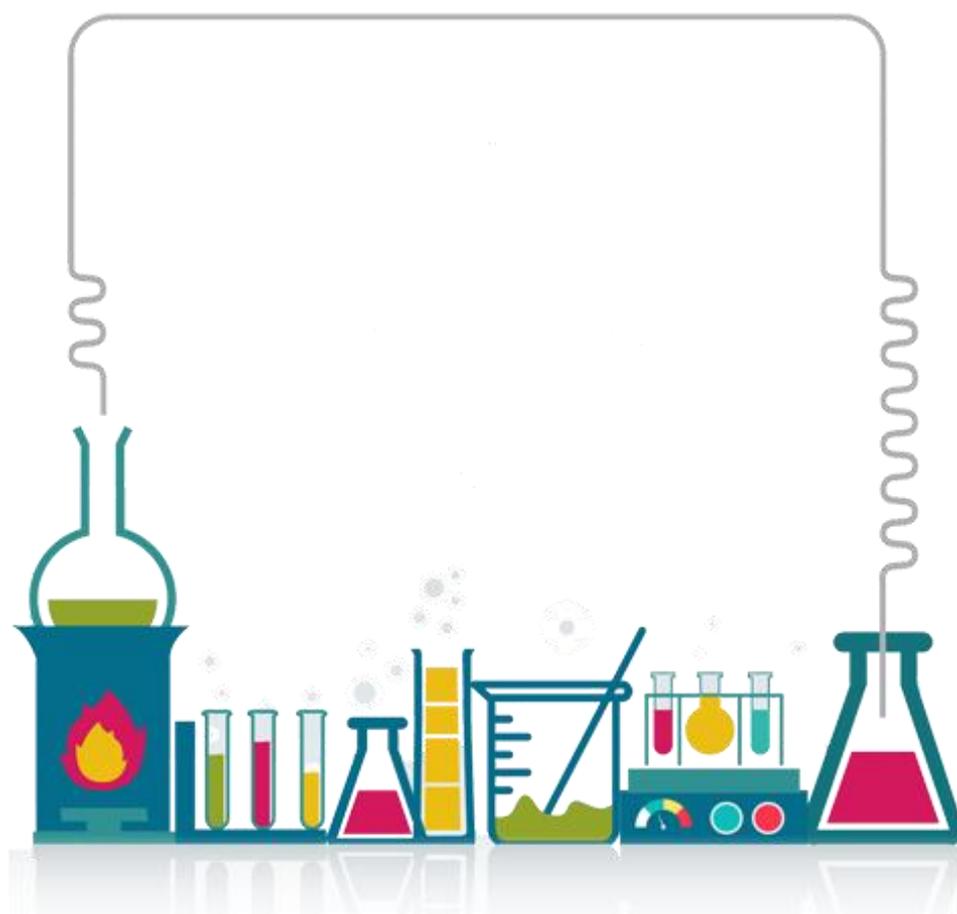


GUIA DE TRABAJOS PRÁCTICOS

ANÁLISIS Y CONTROL DE LOS ALIMENTOS





ÍNDICE

| | Páginas |
|---|---------|
| SEMINARIO: LEGISLACIÓN, COMPOSICIÓN Y ROTULADO NUTRICIONAL | 3 - 13 |
| T. P. Nº 1: COMPOSICIÓN CENTESIMAL Y ROTULADO NUTRICIONAL DE ALIMENTOS | 14 - 20 |
| T. P. Nº 2: EVALUACIÓN SENSORIAL Y OBJETIVA DE ALIMENTOS | 21- 27 |
| T. P. Nº 3: ANÁLISIS DE AGUAS DE CONSUMO | 28 - 35 |
| T. P. Nº 4: ANÁLISIS DE LECHE | 36 - 41 |
| T. P. Nº 5: ANÁLISIS DE PRODUCTOS DERIVADOS DE CEREALES | 42 - 49 |
| T. P. Nº 6: ANÁLISIS DE MIEL | 50 - 58 |
| T. P. Nº 7: ANÁLISIS DE GRASAS Y ACEITES | 59 - 66 |
| T. P. Nº 8: ANÁLISIS DE PESCADO | 67 – 70 |
| T. P. Nº 9: ANÁLISIS DE CHACINADOS | 71 - 75 |
| T. P. Nº 10: ANÁLISIS DE PRODUCTOS FRUTIHORTÍCOLAS EN CONSERVA | 76 - 80 |
| T. P. Nº11: ANÁLISIS DE JUGOS VEGETALES | 81 - 85 |



LEGISLACIÓN

- 1) Realice una reseña de los eventos históricos/tecnológicos a nivel mundial que pueden considerarse importantes en el desarrollo de la legislación alimentaria.
- 2) ¿Qué factores han influido en la actual tendencia de elaborar normas y reglamentos alimentarios unificados a nivel mundial?
- 3) Diferencie los términos inocuidad y calidad de un alimento
- 4) ¿Cuáles son los principales tipos de riesgos alimentarios y qué factores contribuyen en su ocurrencia?
- 5) Comente cuáles son los principales peligros microbiológicos, químicos y de adulteración, asociados con los alimentos. Realice una tabla destacando: agentes causales, tipos de alimentos, consecuencias e identificación del agente.
- 6) Explique qué se entiende por OGM (organismo genéticamente modificado) y nuevos alimentos. Cite algún ejemplo. ¿Qué ventajas y riesgos presentan y cómo se evalúan a nivel internacional?
- 7) ¿Qué entiende por control de los alimentos y sistema de control de alimentos? Cómo se denomina a un alimento que satisface las pautas establecidas en el CAA?
- 8) ¿Qué objetivos básicos debería perseguir un sistema de control de alimentos a nivel nacional y qué elementos deberían conformarlo para ser efectivo?
- 9) ¿Qué tipos de estructuras organizativas pueden aplicarse en un sistema de control de alimentos a nivel nacional? Explique brevemente cada una de ellas. ¿Cuál de estas estructuras se aplica en nuestro país?
- 10) Cuándo se promulga la creación de la Comisión Mixta FAO/OMS del *Codex Alimentarius* y cuál es su función?. Explique las actividades a cargo de la misma.
- 11) Presente mediante organigramas el sistema de legislación de alimentos vigente en Argentina.

COMPOSICIÓN Y ROTULADO NUTRICIONAL

12) Defina rótulo de un alimento envasado y enumere la información que debe figurar obligatoriamente según la normativa vigente a partir de agosto de 2006.

13) Diga si las siguientes expresiones en un rótulo se ajustan a la normativa y por qué:

- a) *Vino blanco tipo chardonais*
- b) *Consumir antes del 4/9/14* (en una fécula de maíz)
- c) *Hervir antes de consumir mínimo 3 minutos* (en salchichas tipo Viena)
- d) *Puede contener altos niveles de nitratos* (para espárragos en conserva)
- e) *Producto Nacional*
- f) *Alimento con bajo contenido glucídico* (en un polvo para preparar gelatina *light* con aspartamo como edulcorante)
- g) Jamón crudo tipo Parma

14) Confeccione una lista de ingredientes para el etiquetado según la normativa de una galletita tipo *cracker* elaborada a base de:

Agua.....20 %
Aceite de soja.....5 %
Harina de trigo.....40 %
Harina de centeno.....25 %
Propionato de calcio, caramelo, bicarbonato de sodio
Azúcar.....2 %
Sal.....1 %

15) La siguiente receta rinde 20 tapas para alfajores. Cada alfajor se arma con 12 g de dulce leche y 8 g de chocolate cobertura.

Manteca.....100 g
Azúcar.....80 g
Huevo..... 1 (33 g)
Esencia de vainilla.....2 mL
Harina 0000.....250 g
Cremor tártaro.....2,2 g
Bicarbonato de sodio.....1 g

- a) Confeccione la tabla de información nutricional, según el modelo presentado para el producto. b) ¿Puede informarse en el rótulo que el alfajor es “bajo en colesterol”? (ver guía de rotulado).

| INFORMACIÓN NUTRICIONAL porción: 1 unidad (138 g) | | |
|---|----------------------|---------------|
| | Cantidad por porción | % VD (*) |
| Valor energético |kcal | |
| Carbohidratos |g | |
| Proteínas |g | |
| Grasas totales |g | |
| Grasas saturadas |g | |
| Grasas trans |g | (No declarar) |
| Fibra alimentaria |g | |
| Sodio |mg | |
| Calcio |mg | |
| Vitamina A |mg | |

* % Valores Diarios con base a una dieta de 2.000 kcal u 8.400 kJ. Sus valores diarios pueden ser mayores o menores dependiendo de sus necesidades energéticas.

Harina 0000
enriquecida

Manteca

Huevo

| Nutrition Facts | |
|------------------------------|------------------------|
| Serving Size 227 g | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 1628 | Calories from Fat 1618 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 184g | 283% |
| Saturated Fat 117g | 583% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 488mg | 163% |
| Sodium 1307mg | 54% |
| Total Carbohydrate 0g | 0% |
| Dietary Fiber 0g | 0% |
| Sugars 0g | |
| Protein 2g | |
| Vitamin A 113% | Vitamin C 0% |
| Calcium 5% | Iron 0% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

NutritionData.com

| Nutrition Facts | |
|------------------------------|---------------------|
| Serving Size 33 g | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 16 | Calories from Fat 1 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 0g | 0% |
| Saturated Fat 0g | 0% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 55mg | 2% |
| Total Carbohydrate 0g | 0% |
| Dietary Fiber 0g | 0% |
| Sugars 0g | |
| Protein 4g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 0% | Iron 0% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

NutritionData.com

| Nutrition Facts | |
|-------------------------------|---------------------|
| Serving Size 1 ounce (28g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 101 | Calories from Fat 3 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 0g | 1% |
| Saturated Fat 0g | 0% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 1mg | 0% |
| Total Carbohydrate 20g | 7% |
| Dietary Fiber 1g | 3% |
| Sugars 0g | |
| Protein 4g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 1% | Iron 8% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

NutritionData.com

Dulce de leche

Chocolate cobertura

| |
|-------------------------------|
| Porción: 20g |
| Grasas totales: 1,3 g |
| Saturadas: 0 g |
| Colesterol: 10 mg |
| Carbohidratos totales: 11,5 g |
| Fibra alimentaria: 0 g |
| Azúcares: 11,5 g |
| Proteína: 1,3 g |
| Calcio: 51 mg |
| Vitamina A: 4 mg |

| Nutrition Facts | |
|----------------------------------|-----------------------|
| Serving Size 1 portion (100.0 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 580 | Calories from Fat 333 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 37.0g | 57% |
| Saturated Fat 29.0g | 145% |
| Total Carbohydrates 59.0g | 20% |
| Dietary Fiber 4.0g | 16% |
| Sugars 51.0g | |
| Protein 2.0g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 0% | Iron 10% |

* Based on a [2000 calorie diet](#)

- 16) Un fabricante de cereales para desayuno le solicita revisar un rótulo para uno de sus productos y le manifiesta que desea modificarlo, de tal manera que se ajuste a la nueva normativa y que, adicionalmente, queden expresadas las propiedades nutricionales beneficiosas del alimento. ¿Qué información sería relevante incluir en el rotulado nutricional que satisfaga las expectativas del fabricante? El producto se elabora en base a avena integral (95%), Jarabe de glucosa (2%), almidón de maíz (3%) y que la porción (ver anexo I de la Guía de Rotulado) aporta 120 mg de vitamina A (adicionada).

Jarabe de glucosa

| Nutrition Facts | |
|--|---------------------|
| Serving Size 1 cup 328g (328 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 938 | Calories from Fat 0 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 0g | 0% |
| Saturated Fat 0g | 0% |
| Trans Fat 0g | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 508mg | 21% |
| Total Carbohydrate 255g | 85% |
| Dietary Fiber 0g | 0% |
| Sugars 88g | |
| Protein 0g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 6% | Iron 7% |
| *Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs. | |
| © www.NutritionData.com | |

Avena integral

| Nutrition Facts | |
|--|----------------------|
| Serving Size 1 cup 81g (81 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 307 | Calories from Fat 44 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 5g | 8% |
| Saturated Fat 1g | 4% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 5mg | 0% |
| Total Carbohydrate 56g | 19% |
| Dietary Fiber 8g | 33% |
| Sugars 1g | |
| Protein 11g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 4% | Iron 19% |
| *Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs. | |
| © www.NutritionData.com | |

- 17) El fabricante de una barra de cereales utiliza los siguientes ingredientes por cada 100 g de producto: copos de arroz inflado 60 g, avena arrollada 15 g, aceite de girasol alto oleico 5 g, miel 20 g (y otros ingredientes que no afectan los valores a declarar en el rotulado nutricional). A partir de los datos suministrados confeccione la tabla de información nutricional para el producto, según modelo presentado.

Copos de arroz inflado

| Nutrition Facts | |
|--|----------------------|
| Serving Size 1 cup 32g (32 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 124 | Calories from Fat 10 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 1g | 2% |
| Saturated Fat 0g | 1% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 4mg | 0% |
| Total Carbohydrate 28g | 9% |
| Dietary Fiber 2g | 9% |
| Sugars 3g | |
| Protein 2g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 1% | Iron 2% |
| *Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs. | |

Aceite girasol alto oleico

| Nutrition Facts | |
|--|------------------------|
| Serving Size 218 g | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 1927 | Calories from Fat 1927 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 218g | 335% |
| Saturated Fat 21g | 106% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 0mg | 0% |
| Total Carbohydrate 0g | 0% |
| Dietary Fiber 0g | 0% |
| Sugars 0g | |
| Protein 0g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 0% | Iron 0% |
| *Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs. | |

Avena arrollada

| Nutrition Facts | |
|--|----------------------|
| Serving Size 1 cup 94g (94 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 231 | Calories from Fat 55 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 7g | 10% |
| Saturated Fat 1g | 6% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 4mg | 0% |
| Total Carbohydrate 62g | 21% |
| Dietary Fiber 14g | 58% |
| Sugars 1g | |
| Protein 16g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 5% | Iron 28% |
| *Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs. | |

Miel

| Nutrition Facts | |
|---------------------------------|---------------------|
| Serving Size 1 cup 339g (339 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 1031 | Calories from Fat 0 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 0g | 0% |
| Saturated Fat 0g | 0% |
| Trans Fat 0g | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 14mg | 1% |
| Total Carbohydrate 279g | 93% |
| Dietary Fiber 1g | 3% |
| Sugars 278g | |
| Protein 1g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 3% |
| Calcium 2% | Iron 8% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

| INFORMACION NUTRICIONAL Porción: 1 barra de 25 g | | |
|---|----------------------|---------------|
| | Cantidad por porción | % VD (*) |
| Valor energético | ... kcal | ... |
| Carbohidratos | ... g | ... |
| Proteínas | ... g | ... |
| Grasas totales | ... g | ... |
| Grasas saturadas | ... g | ... |
| Grasas trans | ... g | (No declarar) |
| Fibra alimentaria | ... g | ... |
| Sodio | ... mg | ... |
| Calcio | ...mg | ... |
| Hierro | ...mg | ... |

* % Valores Diarios con base a una dieta de 2.000 kcal u 8.400 kJ. Sus valores diarios pueden ser mayores o menores dependiendo de sus necesidades energéticas

18) Se dispone de la siguiente receta para un pan lacteado con agregado de miel y aceite de oliva: Agua 150 mL, aceite de oliva 90 mL ($\delta = 0,915 \text{ g/cm}^3$), miel 50 g, leche entera 100 mL ($\delta = 1,030 \text{ g/cm}^3$), levadura prensada 30 g, sal 20 g y cantidad suficiente de harina de trigo enriquecida según Ley 25630. El pan que se obtiene tiene un contenido de humedad del 37,9 %, pesa 550 g y rinde 22 fetas: a) ¿Qué cantidad de harina de trigo se utilizó? b) Complete la tabla de información nutricional.

Leche

| Nutrition Facts | |
|---------------------------------|----------------------|
| Serving Size 1 cup 244g (244 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 156 | Calories from Fat 79 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 9g | 14% |
| Saturated Fat 6g | 28% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 34mg | 11% |
| Sodium 120mg | 5% |
| Total Carbohydrate 11g | 4% |
| Dietary Fiber 0g | 0% |
| Sugars | |
| Protein 8g | |
| Vitamin A 7% | Vitamin C 6% |
| Calcium 29% | Iron 1% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

©www.NutritionData.com

Harina de trigo enriquecida

| Nutrition Facts | |
|--|---------------------|
| Serving Size 1 ounce 28g (1 ounce (28g)) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 102 | Calories from Fat 3 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 0g | 1% |
| Saturated Fat 0g | 0% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 1mg | 0% |
| Total Carbohydrate 21g | 7% |
| Dietary Fiber 1g | 3% |
| Sugars 0g | |
| Protein 3g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 1% | Iron 8% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

©www.NutritionData.com

Levadura prensada

| Nutrition Facts | |
|---------------------------------------|---------------------|
| Serving Size 1 cake 0.6 oz 17g (17 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 18 | Calories from Fat 3 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 0g | 0% |
| Saturated Fat 0g | 0% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 5mg | 0% |
| Total Carbohydrate 3g | 1% |
| Dietary Fiber 1g | 6% |
| Sugars 0g | |
| Protein 1g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 0% | Iron 3% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

©www.NutritionData.com

Miel

| Nutrition Facts | |
|---------------------------------|---------------------|
| Serving Size 1 cup 339g (339 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 1031 | Calories from Fat 0 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 0g | 0% |
| Saturated Fat 0g | 0% |
| Trans Fat 0g | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 14mg | 1% |
| Total Carbohydrate 279g | 93% |
| Dietary Fiber 1g | 3% |
| Sugars 278g | |
| Protein 1g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 3% |
| Calcium 2% | Iron 8% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

© www.NutritionData.com

Aceite de oliva

| Nutrition Facts | |
|---------------------------------|------------------------|
| Serving Size 1 cup 216g (216 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 1910 | Calories from Fat 1910 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 216g | 332% |
| Saturated Fat 30g | 149% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 0mg | 0% |
| Sodium 4mg | 0% |
| Total Carbohydrate 0g | 0% |
| Dietary Fiber 0g | 0% |
| Sugars 0g | |
| Protein 0g | |
| Vitamin A 0% | Vitamin C 0% |
| Calcium 0% | Iron 7% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

© www.NutritionData.com

| INFORMACION NUTRICIONAL Porción: 50 g (.....fetas) | | |
|--|----------------------|---------------|
| | Cantidad por porción | % VD (*) |
| Valor energético | ... kcal | ... |
| Carbohidratos | ... g | ... |
| Proteínas | ... g | ... |
| Grasas totales | ... g | ... |
| Grasas saturadas | ... g | ... |
| Grasas trans | ... g | (No declarar) |
| Fibra alimentaria | ... g | ... |
| Sodio | ... mg | ... |
| Calcio | ...mg | ... |
| Ácido fólico | ...µg | ... |
| Vitamina B1 | ...mg | ... |
| Vitamina A | ...mg | ... |

* % Valores Diarios con base a una dieta de 2.000 kcal u 8.400 kJ. Sus valores diarios pueden ser mayores o menores dependiendo de sus necesidades energéticas

Ley 25630, ARTICULO 3º: La harina de trigo destinada al consumo que se comercializa en el mercado nacional, será adicionada con hierro, ácido fólico, tiamina, riboflavina y niacina en las proporciones que a continuación se indican (en ppm): hierro 30 (como Fe elemental), ácido fólico 2,2, tiamina (B1) 6,3; Riboflavina (B2) 1,3 y niacina 13.

Valores de contenido de humedad (%) de los ingredientes: Aceite (0), miel (17), leche (97), levadura (75), sal (0), harina (11).

19) Una sopa de verduras deshidratada contiene los siguientes ingredientes (cuyas composiciones se presentan a continuación): arveja deshidratada, 26 %; zanahoria deshidratada, 22 %; espinaca deshidratada, 18 %; zapallo deshidratado, 14 %; almidón de maíz, 10%; sal, 3 %. Las instrucciones de preparación indican agregar a un sobre de 75 g de la sopa deshidratada, 1 litro de agua hirviendo. Complete la tabla de composición nutricional de acuerdo al modelo presentado.

| Composición por 100 g | | | | | |
|-----------------------|---------------------|------------------------|-----------------------|----------------------|-----------------|
| | Arveja deshidratada | Zanahoria deshidratada | Espinaca deshidratada | Zapallo deshidratado | Almidón de maíz |
| Carbohidratos (g) | 63,9 | 80,9 | 39,1 | 60 | 88,8 |
| Proteínas (g) | 22 | 8,7 | 31,3 | 13,3 | 0,4 |
| Grasas totales (g) | 2,1 | 3,5 | 7,2 | 0 | 0,6 |
| Grasas saturadas (g) | 0,39 | 0,8 | 0,9 | 0 | 0 |
| Grasas trans (g) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Fibra alimentaria (g) | 7,4 | 26,1 | 22,9 | 20 | 0,5 |
| Sodio (mg) | 26 | 574 | 494 | 13 | 2 |
| Vitamina A (g) | 0,433 | 8,213 | 14,137 | 9,800 | 0 |
| Calcio (mg) | 38 | 313 | 1554 | 267 | 10 |

| INFORMACION NUTRICIONAL Porción: 1 taza de 200 mL | | |
|---|----------------------|---------------|
| | Cantidad por porción | % VD (*) |
| Valor energético | ... kcal | ... |
| Carbohidratos | ... g | ... |
| Proteínas | ... g | ... |
| Grasas totales | ... g | ... |
| Grasas saturadas | ... g | ... |
| Grasas trans | ... g | (No declarar) |
| Fibra alimentaria | ... g | ... |
| Sodio | ... mg | ... |
| Calcio | ...mg | ... |
| Vitamina A | ...mg | ... |

* % Valores Diarios con base a una dieta de 2.000 kcal u 8.400 kJ. Sus valores diarios pueden ser mayores o menores dependiendo de sus necesidades energéticas

20) Los siguientes datos fueron obtenidos en el análisis composicional de una harina de soja:

Tara cristalizador: 82,6589 g
 Peso cristalizador más muestra de harina: 84,0076 g
 Peso cristalizador más muestra seca: 83,0938 g
 Tara crisol: 36,9076 g
 Peso crisol más muestra seca: 39,3938 g
 Peso crisol más cenizas: 37,0293 g
 Tara balón Soxhlet: 211,9076 g
 Peso muestra seca en cartucho papel: 3,9011 g
 Peso balón luego de evaporar el hexano: 212,7756 g
 Peso muestra seca y desgrasada: 298 mg
 Normalidad HCl estandarizado: 0,0922 N
 Volumen de HCl utilizados en la valoración de la muestra: 17,9 mL
 Volumen de HCl utilizados en el ensayo en blanco: 0,4 mL

Calcule: i) porcentaje de humedad, ii) contenido de minerales en mg/100 g de harina, base seca, iii) contenido graso de la harina por porción de 17 g y iv) porcentaje de proteína bruta, utilizando $F = 5,71$.

21) Complete la siguiente tabla de información nutricional para semillas de sésamo, según los datos experimentales suministrados:

| INFORMACION NUTRICIONAL Porción: 10 g (1 cucharada) | | | |
|--|---------------------------|-----------------------------|-----------------|
| | Cantidad por 100 g | Cantidad por porción | % VD (*) |
| Valor energético | kcal | | |
| Carbohidratos | | | |
| Proteínas | | | |
| Grasas totales | | | |
| Grasas saturadas | | | |
| Grasas monoinsaturadas | | | |
| Grasas poliinsaturadas | | | |
| Grasas trans | | | (No declarar) |
| Fibra alimentaria | | | |
| Sodio | | | |
| Calcio | | | |
| Hierro | | | |

* % Valores Diarios con base a una dieta de 2.000 kcal u 8.400 kJ. Sus valores diarios pueden ser mayores o menores dependiendo de sus necesidades energéticas

- a) 17,2210 g de semillas se pesan en un cristizador de tara 62,2075 g. Luego de someter las mismas a 100 °C en una estufa durante 8 h, se llega a un peso constante de 78,3091 g.
- b) Se pesan 3,7844 g de semillas secas y se colocan en un dedal de papel, el que se introduce en un extractor Soxhlet. Luego de un número conveniente de reflujos, el solvente del balón se evapora, resultando un peso de 125,7260 g. La tara del balón utilizado fue de 123,7427 g.
- c) Un análisis por cromatografía permitió conocer el perfil de ácidos grasos presentes en una muestra de la materia grasa extraída de las semillas, resultando prácticamente nula la proporción de compuestos saturados y monosaturados. La bibliografía indica, además, ausencia de grasas trans.
- d) 1,2572 g de semillas secas y desengrasadas se sometieron al método de Kjeldahl. Luego del proceso llamado de digestión, se realizó la neutralización y destilación. El NH_3 formado se retuvo en una solución de H_3BO_3 . Esta solución se valoró con HCl 0,4167 M, consumiéndose en el punto final 16,5 mL del mismo. Se conoce que el contenido de N de proteínas de oleaginosas es del 17 %.
- e) Por el rótulo de un producto similar importado, se sabe que:
- i- Del total de carbohidratos presentes en la semilla de sésamo, el 49 % corresponde a compuestos no asimilables.
 - ii- Una porción de 144 g de semillas suministra el 140 % de la IDR de Ca, el 116 % de Fe y 16 mg de Na.

22) Sabiendo que una galletita contiene en promedio la siguiente composición: harina de trigo integral enriquecida (22 %), harina de centeno (15 %), avena arrollada entera (18 %), copos de semillas de quinoa (12 %) y otros ingredientes que no aportan vitamina B1 (tiamina), a) Calcule el aporte de tiamina de una porción de galletitas b) Calcule el aporte a la IDR por porción c) Diga si en la etiqueta del producto se puede incluir la leyenda: “Fuente de vitamina B1” o “Alto contenido de vitamina B1”.

Datos:

- i) 120 g de harina de trigo integral contienen una cantidad de tiamina que representa el 42% del IDR y, además, según Ley 25.630 y decreto reglamentario 597/2003, art. 3º, la harina de trigo destinada al consumo que se comercializa en el mercado nacional, será adicionada con 6,3 ppm de tiamina.
 - ii) 156 g de avena arrollada proveen 1,2 mg de tiamina.
 - iii) 102 g de harina de centeno aportan el 25 % de tiamina de la IDR.
 - iv) Los copos de semillas de quinoa aportan 1,1 ppm de tiamina
 - v) La IDR de tiamina es 1,2 mg
 - vi) Una porción de galletitas corresponde a 30 g de producto (3 galletitas)
- d) 1,7890 g de galletitas secas y desengrasadas fueron sometidos a digestión en un equipo de Kjeldahl. Luego de la destilación sobre una solución de H_3BO_3 , la titulación frente a HCl 0,2283 M, consumió 10,5 mL del ácido en el punto final. Calcule el aporte de proteínas en g por porción de galletitas y el %VD correspondiente. Datos: F = 6,1, humedad = 6 % , grasas = 11%.

23) Se le solicita confeccionar una tabla de información nutricional de cereales para desayuno a base de maíz, avena y miel, según el siguiente modelo:

| INFORMACION NUTRICIONAL Porción: 30 g (1 taza) | | | |
|---|---------------------------|-----------------------------|-----------------|
| | Cantidad por 100 g | Cantidad por porción | % VD (*) |
| Valor energético | | | |
| Carbohidratos | | | |
| Proteínas | | | |
| Grasas totales | | | |
| Grasas saturadas | | | |
| Grasas monoinsaturadas | | | |
| Grasas poliinsaturadas | | | |
| Grasas trans | | | No declarar |
| Fibra alimentaria | | | |
| Sodio | | | |
| Calcio | | | |
| Hierro | | | |

* % Valores Diarios con base a una dieta de 2.000 kcal u 8.400 kJ. Sus valores diarios pueden ser mayores o menores dependiendo de sus necesidades energéticas

Se cuenta con los siguientes datos experimentales:

- 22,8990 g de la muestra se pesan en un cristizador de tara 71,7656 g. Luego de someter la misma a 100 °C en una estufa durante 8 h, se llega a un peso constante de 93,4968 g.
- Se pesan 2,5273 g de muestra seca y se colocan en un dedal de papel, el que se introduce en un extractor Soxhlet. Luego de un número conveniente de reflujos, el solvente del balón se evapora, resultando un peso de 126,4260 g. La tara del balón utilizado fue de 126,3355 g.
- Un análisis por cromatografía permitió conocer el perfil de ácidos grasos presentes en una muestra de los cereales. Un 20 % del total de grasas correspondió a compuestos saturados, mientras que la cantidad de monosaturados resultó despreciable. Además, puede considerarse ausencia de grasas trans en el producto.
- 3,2136 g del producto se sometieron al método de Kjeldahl. Luego del proceso llamado de digestión, se realizó la neutralización y destilación. El NH₃ formado se retuvo en una solución de H₃BO₃. Esta solución se valoró con HCl 0,1025 M, consumiéndose en el punto final 20,1 mL del mismo (F= 5,2).
- Por el rótulo de un producto de composición similar, se sabe que:

- i- Del total de carbohidratos presentes en los cereales, el 5 % corresponde a compuestos no asimilables.
- ii- Una porción de 150 g de los cereales semillas aporta el 25 % de la IDR de Ca, y el 12 % de la de Na.
- iii. Un análisis a partir de las cenizas, permitió saber que el producto contiene 99 µg Fe por cada g del mismo, en base seca.

Algunas fuentes de información:

1) GARANTÍA DE LA INOCUIDAD Y CALIDAD DE LOS ALIMENTOS: DIRECTRICES PARA EL FORTALECIMIENTO DE LOS SISTEMAS NACIONALES DE CONTROL DE LOS ALIMENTOS

Publicación conjunta FAO/OMS

Puede descargarse de:

<http://www.fao.org/3/a-y8705s.pdf>

2) GUÍA DE ROTULADO PARA ALIMENTOS ENVASADOS

Puede descargarse de:

<http://www.alimentosargentinos.gob.ar/contenido/publicaciones/calidad/Guias/GRotulado.pdf>

3) Rótulos de alimentos (EEUU, en inglés)

<http://nutritiondata.self.com/>

4) BIOTECNOLOGIA Y BIOSEGURIDAD AGROPECUARIA EN LA ARGENTINA. RESPUESTAS

http://www.produccion-animal.com.ar/temas_varios_veterinaria/53-biotecnologia.pdf

5) ¿QUÉ ES EL CODEX ALIMENTARIUS?

Disponible en la cátedra

TRABAJO PRÁCTICO N° 1



COMPOSICIÓN CENTESIMAL Y ROTULADO NUTRICIONAL DE ALIMENTOS

Luego de la elaboración, mediante un procedimiento estandarizado, de un producto alimenticio de potencial comercialización, el presente trabajo práctico propone el cálculo de la composición centesimal del mismo mediante dos vías: 1) prácticamente, mediante el análisis laboratorial de sus componentes principales, y 2) mediante cálculos, utilizando los datos de formulación, procedimiento y rotulado nutricional de los ingredientes utilizados.

Objetivos

Adquirir experiencia en técnicas de uso convencional para determinar proteínas, lípidos, humedad y cenizas en alimentos.

Obtener práctica en la realización de cálculos de composición centesimal a partir de datos experimentales obtenidos en el laboratorio.

Valorar la utilidad de conocer la formulación, el procedimiento de elaboración y la composición de los ingredientes utilizados en la obtención de un alimento para realizar una estimación de su composición centesimal.

Identificar las posibles fuentes de variabilidad entre los resultados obtenidos mediante datos experimentales y por cálculo.

Comprender la importancia de obtener resultados fiables en la confección del rotulado nutricional de un producto alimenticio y de ajustar el mismo a la normativa vigente.

Obtención de la muestra (budín)

Ingredientes

Harina Leudante 400g

Azúcar 300g

Aceite de girasol 150 g

Huevos 150 g (equivale aproximadamente a 3 huevos medianos)

Agua destilada 50 mL

Procedimiento

Pesar los ingredientes en contenedores individuales. En un recipiente adecuado mezclar, con la ayuda de un batidor de alambre, el aceite con el azúcar e incorporar los huevos. Homogenizar e ir agregando la harina tamizada alternado con el agua, hasta obtener una preparación suave.

Untar un molde perfectamente limpio, seco e identificado con rocío vegetal. Colocar el mismo sobre el platillo de la balanza (previamente tarada) y verter la preparación hasta la mitad de la altura del molde. Registrar el peso. Llevar a horno eléctrico y cocinar a 170 °C durante 25 min con la resistencia inferior encendida y luego durante 5 min adicionales, encendiendo además la

resistencia superior. Retirar y dejar enfriar a T ambiente. Pesar el budín con el molde y registrar. Se obtendrán 4 budines para ser utilizados en las determinaciones por cuadruplicado.

1. Determinación de humedad

Fundamento

Se aplicará un método gravimétrico basado en la eliminación de agua del alimento y la medida de la pérdida de peso del mismo. Es un método directo y confiable, siempre y cuando no se produzca descomposición térmica de la muestra y el agua sea el único componente volátil eliminado. Es particularmente adecuado para muestras con alto contenido de humedad (entre 60 y 95 %).

Procedimiento

Colocar una cápsula de porcelana en una estufa entre 90-120 °C durante una hora, pasar a desecador, dejar enfriar durante al menos una hora y tarar. Pesar una cantidad conveniente de muestra en la cápsula y distribuirla uniformemente sobre su fondo. De ser posible, usar la muestra finamente triturada en un mortero. En el caso de muestras pastosas, se consigue un desprendimiento de agua más rápido y uniforme si las mismas se mezclan con arena, para lo cual deber tararse el cristizador con una pequeña cantidad de arena lavada y calcinada y con una varilla de vidrio pequeña. En el caso de muestras con alto contenido de agua, previamente se debe desecar la misma sobre baño de agua. Colocar la cápsula en estufa entre 90-120 °C entre 2 y 5 h (las condiciones dependerán del tipo de alimento que se trate). Retirar la cápsula de la estufa, colocar en desecador, dejar enfriar y pesar inmediatamente. Volver a la estufa por 30-60 minutos adicionales. Repetir el proceso las veces necesarias hasta llegar a peso constante.

Expresar el contenido de humedad como %. Se podrá comparar el resultado con el obtenido mediante la técnica de determinación de humedad en balanza con lámpara de infrarrojo.

2. Determinación de cenizas totales

Fundamento

Este método gravimétrico es aplicable en forma directa a todo tipo de alimento, con excepción de aquellos ricos en grasa (> 50%), los que previamente deben ser desengrasados. La materia orgánica se quema a la temperatura más baja posible y la materia inorgánica remanente se enfría y pesa. El calentamiento se realiza en etapas, primero para eliminar el agua, a continuación para carbonizar totalmente el producto y, finalmente, para incinerar en horno de mufla a 550 °C.

Procedimiento

Calentar durante 15-30 min un crisol (o cápsula) de porcelana en mufla precalentada a 500-550 °C (rojo sombra), pasar a desecador, dejar enfriar durante al menos una hora y pesar. En el mismo crisol, pesar exactamente alrededor de 5 g de muestra, calentar suavemente bajo campana sobre llama de mechero en triángulo de pipa hasta carbonización total de la masa (no debe detectarse desprendimiento de humo).

Si la muestra fuera líquida la misma debe ser previamente desecada en baño de agua. Transferir a la mufla a 550 °C hasta quemar todo el carbono (puede requerir toda una noche). Deben resultar cenizas blanquecinas de aspecto limpio. Retirar el crisol y colocarlo en un desecador hasta que alcance temperatura ambiente. Pesar y calcular por diferencia el peso de cenizas.

Nota

Si las cenizas resultaran con trazas de carbón, humedecerlas con agua y romper las partículas de carbón con una varilla de punta achatada. Evaporar cuidadosamente sobre tela metálica o en estufa, antes de volver a calcinar.

Expresar el contenido de minerales como %, base fresca.

3. Determinación de proteínas

Principio

Se aplicará el método no extractivo de Kjeldahl basado en la digestión completa de la muestra con ácido sulfúrico concentrado y caliente en presencia de sulfato de cobre como catalizador, lo que convierte todo el nitrógeno orgánico presente en ión amonio. Por adición posterior de álcali al digerido, se libera amoníaco que se destila sobre un exceso de solución de ácido bórico y se determina por titulación con ácido clorhídrico. Si bien es un método versátil y reproducible, presenta varias limitaciones. En primer lugar no mide directamente la proteína, sino que utiliza un factor de corrección empírico para estimar el contenido proteico a partir del contenido de nitrógeno total, lo que representa una fuente de inexactitud. Este factor varía de acuerdo a la naturaleza de la proteína considerada (por ej., para productos cárnicos vale 6,25; para lácteos 6,38, cereales y harinas 5,70 y como valor general se usa 6,25, el que surge de considerar que la mayor parte de las proteínas tiene 16% de N, de donde: $100/16 = 6,25$). En segundo lugar, este método sobreestima la cantidad verdadera de proteínas de la muestra, ya que se toma en cuenta el valor de nitrógeno total que incluye el procedente de componentes nitrogenados no proteicos. Finalmente, este método no dice nada acerca de la calidad nutricional de la proteína determinada.

Reactivos

H₂SO₄ conc., $\delta = 1,84$ g/mL

HCl 0,1 N normalizado

Solución de H₃BO₃ al 4 % p/v

Solución de NaOH exenta de carbonato al 40 % p/v

CuSO₄·5H₂O

K₂SO₄ anhidro

Solución indicadora: 0,02 g de rojo de metilo y 0,04 g de verde de bromocresol se disuelven en 19 mL de alcohol y 1 mL de agua destilada.

Procedimiento

A. Digestión

1) Pesar exactamente unos 2 g de muestra y colocar en el tubo del digestor Kjeldahl junto con 10 g de catalizador (mezcla al 7 % de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en K_2SO_4 anhidro).

2) Añadir 25 mL de H_2SO_4 conc., $\delta = 1,84$ g/mL y rotar suavemente el tubo.

3) Acomodar los tubos en el bloque calefactor y conectar el sistema de aspiración de gases. Comenzar el calentamiento suavemente hasta que cese la formación de espuma (30 min aprox.) y completar la digestión de la materia orgánica por ebullición vigorosa hasta la desaparición completa de partículas carbonosas y la obtención de un líquido claro y transparente de color azul verdoso (3 hs aprox.)

4) Dejar enfriar hasta unos 40 °C y retirar los tubos del bloque calefactor. Añadir con cuidado 100 mL de agua, mezclar y dejar enfriar nuevamente.

5) Realizar un ensayo en blanco siguiendo el mismo procedimiento anterior, pero sin muestra.

B. Destilación con vapor

1) En un erlenmeyer graduado de 250 mL, verter 50 mL de una solución de H_3BO_3 al 4% que contiene la solución indicadora (en la proporción 5 mL / L de ácido). Colocar el erlenmeyer en la salida del condensador para recoger el amonio destilado.

2) Añadir al tubo con la muestra digerida, solución de NaOH al 30% hasta que la solución toma una coloración azul intensa. Esta coloración se debe a la formación de un complejo entre iones NH_4^+ y Cu^{2+} e indica que la cantidad de NaOH es suficiente para neutralizar el exceso de H_2SO_4 .

3) Se procede con la destilación hasta recoger aproximadamente 100 mL de líquido en el erlenmeyer colector (la finalización del proceso de destilación de amoníaco puede corroborarse usando papel indicador).

C. Titulación

1) Titular el contenido del erlenmeyer con la solución estandarizada de HCl.

2) Realizar un ensayo en blanco siguiendo el mismo procedimiento anterior, pero sin muestra.

Notas

Evitar el sobrecalentamiento durante la digestión para que no se produzca excesiva pérdida de ácido sulfúrico que conduce a una recuperación deficitaria de nitrógeno.

Asegurarse un eficaz enfriamiento del destilado, sin calentamiento de la solución de ácido bórico.

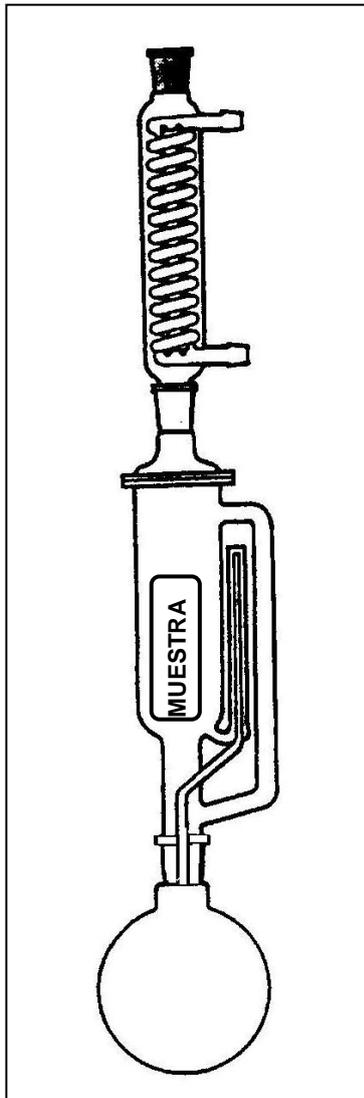
Las pruebas en blanco se deben realizar cada vez que se utilizan nuevos lotes de reactivos o soluciones.

El contenido de proteína será expresado en % (m/m) base fresca.

4. Determinación de lípidos

Principio

Se aplicará el método de Soxhlet para grasas extraíbles, el cual es de aplicación general. Se determinan la totalidad de componentes lipídicos solubles en éter como glicéridos, fosfolípidos, esteroides, carotenoides, etc. Se parte del alimento **seco** y se somete a una extracción exhaustiva por reflujo con éter o hexano (o hexano-pentano). El solvente del extracto etéreo se elimina por evaporación y la grasa extraída se determina gravimétricamente.



Procedimiento

Pesar con exactitud alrededor de 5 g de **muestra seca** (resultante de la determinación de humedad) en un cartucho para Soxhlet o dedal de papel de filtro. Colocar el cartucho en el extractor y conectar un matraz **tarado** conteniendo 100-150 mL de éter de petróleo (el volumen dependerá de la capacidad del extractor a utilizar).

Montar el aparato según se muestra en la figura. Calentar el balón en baño de agua (o manta calefactora) cuidando que el líquido hierva suavemente. Extraer durante 3 horas contando desde el primer reflujo. Detener la destilación y dejar enfriar. Evaporar a sequedad el extracto etéreo en baño de arena o manta, bajo campana. Enfriar en un desecador y pesar.

Notas

La muestra seca debe estar lo más finamente dividida posible antes de ser colocada en el cartucho.

Si se sospecha que la extracción no ha sido completa luego de las 3 hs, comprobar si se sigue extrayendo grasas reemplazando el matraz por otro. Si ese es el caso, aumentar el tiempo de reflujo total para el producto particular de que se trate.

El contenido de lípidos será expresado en % (m/m) base fresca.

Equipo de extracción Soxhlet

Resultados

Complete las tablas de composición del rotulado nutricional del budín (por cálculo y análisis).

Notas

El contenido de sodio, grasas saturadas y fibra alimentaria sólo será estimado por cálculo.

El contenido de carbohidratos experimental será estimado por diferencia.

POR CÁLCULO

| INFORMACIÓN NUTRICIONAL porción: 1 unidad (138 g) | | |
|--|-------------------------|---------------|
| | Cantidad por porción | % VD (*) |
| Valor energético | kcal | |
| Carbohidratos | g | |
| Proteínas | g | |
| Grasas totales | g | |
| Grasas saturadas | g | |
| Grasas trans | g | (No declarar) |
| Fibra alimentaria | g | |
| Sodio | mg | |

POR ANÁLISIS

| INFORMACIÓN NUTRICIONAL porción: 1 unidad (138 g) | | |
|--|-------------------------|---------------|
| | Cantidad por porción | % VD (*) |
| Valor energético | kcal | |
| Carbohidratos | g | |
| Proteínas | g | |
| Grasas totales | g | |
| Grasas saturadas | g | |
| Grasas trans | g | (No declarar) |
| Fibra alimentaria | g | |
| Sodio | mg | |

* % Valores Diarios con base a una dieta de 2.000 kcal u 8.400 kJ. Sus valores diarios pueden ser mayores o menores dependiendo de sus necesidades energéticas.

Harina Leudante Pureza (Humedad: 13 %)

| Información Nutricional | | |
|---------------------------------|----------------------|----------|
| Porción: 50 g (1/2 taza de té) | | |
| | Cantidad por porción | % VD (*) |
| Valor energético | 169 kcal = 708 kJ | 8 |
| Carbohidratos | 36 g | 12 |
| Proteínas | 4.5 g | 6 |
| Grasas totales | 0.8 g | 1 |
| Grasas saturadas | 0 g | 0 |
| Grasas trans | 0 g | ** |
| Fibra alimentaria | 1.3 g | 5 |
| Sodio | 380 mg | 16 |

(*)%Valores Diarios con base a una dieta de 2.000 Kcal u 8400 kJ. Sus valores diarios pueden ser mayores o menores dependiendo de sus necesidades energéticas.
** Valores de referencia no establecidos.

Huevo (Humedad: 76 %)

| Nutrition Facts | |
|---|-----------------------|
| Serving Size 1 cup 4.86 large eggs 243g (243 g) | |
| Amount Per Serving | |
| Calories 347 | Calories from Fat 217 |
| % Daily Value* | |
| Total Fat 24g | 37% |
| Saturated Fat 8g | 38% |
| Trans Fat | |
| Cholesterol 1028mg | 343% |
| Sodium 340mg | 14% |
| Total Carbohydrate 2g | 1% |
| Dietary Fiber 0g | 0% |
| Sugars 2g | |
| Protein 31g | |
| Vitamin A 24% | Vitamin C 0% |
| Calcium 13% | Iron 25% |

*Percent Daily Values are based on a 2,000 calorie diet. Your daily values may be higher or lower depending on your calorie needs.

©www.NutritionData.com

Aceite de girasol Natura (porción: 13 mL, $\delta=0,915$ g/mL)

| | Cant. por Porción | %VD(*) |
|------------------------|-------------------|--------|
| Valor Energético | 108 kcal = 452kJ | 5% |
| Proteínas | 0.0g | 0.0% |
| Carbohidratos | 0.0g | 0.0% |
| Grasas Totales | 12g | 22% |
| Grasas saturadas | 1.3g | 6% |
| Grasas trans | 0g | |
| Grasas monoinsaturadas | 3.7g | |
| Grasas poliinsaturadas | 6.9g | |
| Colesterol | 0mg | |
| Fibra alimentaria | 0.0g | 0.0% |
| Sodio | 0.0g | 0.0% |
| Vitamina E | 8.5mg | 88% |

Cuestionario

1) Cite las ventajas que ofrece un horno con vacío para la determinación del contenido de humedad. ¿Qué técnica de deshidratación aplicaría a alimentos con altos contenidos de azúcares o térmicamente inestables?

2) Investigue sobre métodos para la determinación de humedad aplicables a alimentos deshidratados (muy bajos contenidos de humedad) y a aquellos que contienen cantidades significativas de volátiles distintos del agua.

3) ¿Qué inconvenientes tendría el uso de temperaturas mayores de 550 °C durante la incineración de un alimento para determinar cenizas?

4) Deduzca la expresión para el cálculo del % de proteína bruta de un alimento mediante el método de Kjeldahl. Explique con detalle.

5) Mencione otros métodos usados para la determinación de proteínas. ¿Qué limitaciones presentan?

6) ¿Qué tipos de grasas no son extraídas por el método de Soxhlet y en qué casos de alimentos no lo aplicaría?

7) ¿Qué métodos podrían aplicarse para el análisis de los distintos tipos de carbohidratos que pueden estar presentes en un alimento?

Bibliografía

Análisis de los nutrientes de los alimentos. Osborne, D. R.; Voogt, P. Ed. Acribia, 1986, Zaragoza, España.

Química de los alimentos. Yúfera, E. P. Ed. Síntesis, 1998, Madrid, España.

TRABAJO PRÁCTICO N° 2

EVALUACIÓN SENSORIAL Y OBJETIVA DE ALIMENTOS



Objetivo

El grado de aceptabilidad de los alimentos por parte de los consumidores depende de varios factores psicológicos, socioculturales, religiosos y fisiológicos. El presente trabajo práctico tiene como objetivo familiarizarse con algunas pruebas convencionales usadas en la evaluación sensorial de alimentos, como así también evaluar la capacidad personal de reconocer los sabores básicos. Por otro lado se realizarán pruebas de carácter objetivo que permitirán establecer las diferencias entre ambos tipos de evaluaciones.

1. ANÁLISIS SENSORIAL

Algunas recomendaciones previas generales: Es conveniente realizar las pruebas durante la mañana, una hora después de haber desayunado y con la boca perfectamente limpia (no debe tener en la boca aroma de dentífrico, enjuague bucal o chicle, por lo que se recomienda enjuagarse varias veces la boca con agua luego del aseo). Las pruebas son individuales, por lo que debe evitar expresiones y/o actitudes que puedan influir en las respuestas de sus pares. En lo posible, trabaje en silencio!

1.1. Concentraciones umbrales límites para la percepción de sabores primarios

Los cuatro sabores básicos son: dulce, ácido, amargo y salado. Los humanos poseemos una sensibilidad muy variable a los compuestos que provocan estos sabores. La menor concentración que un individuo puede detectar de cada uno de estos sabores puede denominarse umbral límite de reconocimiento. El objetivo de esta prueba es que cada estudiante determine, en forma aproximada, sus concentraciones umbrales límite para los cuatro sabores.

Materiales

Soluciones de sacarosa 0,01 M, 0,02 M, 0,03M y 0,04 M

Soluciones de cloruro de sodio 0,01 M, 0,02 M y 0,03 M y 0,04 M

Soluciones de ácido tartárico 2×10^{-4} M, 5×10^{-4} M y 1×10^{-3} M

Soluciones de cafeína 5×10^{-4} M, 1×10^{-3} M y 2×10^{-3} M

Pipetas Pasteur

Procedimiento

Para cada una de las series de soluciones, y con la boca perfectamente limpia y luego de un enjuague con agua, aplique en la lengua, mediante una pipeta Pasteur (o un gotero), una gota de la solución más diluida. Enjuague con agua y repita el procedimiento con cada una de las soluciones en orden creciente de concentración. Registre para cada sabor el valor de concentración en el cual se hace perceptible.

1. 2. Efecto de la temperatura sobre el sabor

Para cada sabor básico, existe una cierta temperatura para la cual, a una dada concentración, su intensidad es máxima. A temperaturas por debajo o encima de ese valor, el impacto sensorial disminuye. El objetivo de esta experiencia es determinar el efecto de la temperatura sobre el grado de dulzor de la sacarosa.

Material

Solución de sacarosa 10 % p/v

Procedimiento

Se preparan tres lotes de la misma solución de sacarosa. Una de ellas, debe mantenerse a 4 °C, la otra a 30 °C y la tercera a 49 °C. Proceda como en la experiencia anterior y ordene las soluciones en orden decreciente de dulzor. No olvide enjuagar la boca con agua entre ensayos.

1. 3. Percepción de feniltiocarbamida (FTC)

Como se mencionó anteriormente, el grado en el que cada persona percibe los sabores básicos es diferente. En particular, la capacidad de percepción del sabor amargo de la FTC es heredada genéticamente como un rasgo dominante. Aproximadamente, de 2/3 a 3/4 de la población puede percibir el sabor amargo de la FTC (catadores). El objetivo de esta práctica es determinar la capacidad de catador o no de cada individuo frente a la FTC.

Material

Tiras de papel impregnadas con FTC

Procedimiento

Colocar una tira de papel sobre la lengua, con la boca previamente enjuagada con agua. Esperar de 30 a 60 s, retirar el papel y tragar saliva. Registre su sensación

1. 4. Comparación del grado de dulzor de azúcares

Los azúcares son generalmente considerados como sustancias dulces, siendo su grado de dulzor variable, de acuerdo al azúcar de que se trate. Existe una relación entre la estructura del azúcar y su poder edulcorante. A continuación, se comparará el grado de dulzor relativo de mono y disacáridos.

Materiales

Fructosa

Glucosa

Sacarosa

Lactosa

Pipetas Pasteur

Procedimiento

Aplicar cristallitos de cada azúcar sobre la lengua, dejar que se disuelvan y tragar saliva. Marque en una escala, en orden de dulzor creciente, el valor relativo percibido para cada azúcar. Enjuague la boca con agua entre cada ensayo.

1. 5. Identificación de muestras

Interaccionamos con los alimentos usando todos nuestros sentidos. Entre los sentidos de interacción a larga distancia encontramos la vista y el olfato, los que nos informan, *a priori*, de la identidad, como así también de la calidad y aceptabilidad de los alimentos. En este ejercicio se pondrá en evidencia la importancia de estos dos sentidos y además se podrá apreciar la contribución del aroma al *flavor*.

Materiales

Jugos de manzana, uva, pomelo, durazno, tomate y ananá

Vasos descartables/sorbetes

Un pañuelo o venda para los ojos

Algodón

Procedimiento

Esta prueba conviene realizarla de a pares. Mientras uno la realiza, su compañero le pasa, en orden aleatorio, las distintas muestras y registra su percepción. Todas las muestras deben estar a la misma temperatura. Verter en sendos vasos plásticos la misma cantidad de cada uno de los jugos. Coloque tapones de algodón en ambas fosas nasales. Cubra sus ojos y trate de identificar cada una de las muestras que le alcanza su compañero. Realice la misma prueba sin los tapones en la nariz (su par debe cambiar el orden en el que le suministra las muestras).

Diga qué muestras se identifican correctamente solamente por el gusto y cuáles por el gusto y el aroma.

1. 6. Pruebas de análisis sensorial

Existen distintos tipos de ensayos sensoriales de alimentos, los cuales pueden encontrarse dentro de tres grandes grupos: descriptivos (valoración de una propiedad usando escalas nominales, ordinales, etc.), discriminativos (para diferenciar muestras) y afectivos (utilizan reacción subjetiva).

La complejidad de cada uno de ellos determina el tipo de juez apto para su realización. Algunos son muy simples, como los métodos de elección forzada en los que se incluyen las pruebas de apareamiento o la prueba triangular. Otras, más complejas, tales como las pruebas de clasificación o categorización, de ordenamiento, de comparación, ensayos hedónicos, etc.

A continuación se realizarán algunas de estas pruebas

1. 6. 1. ENSAYOS DESCRIMINATIVOS

Material

Jugo de manzana

Solución de ácido cítrico 5 %

Vasos plásticos

Procedimiento

Las muestras consisten en jugo de manzana con diferentes cantidades de una solución de ácido cítrico al 5 %. Para el ensayo, se dispondrán de 16 vasos codificados conteniendo las muestras a evaluar y un vaso marcado como referencia (R). La prueba se realiza concentrándose en un aspecto particular del *flavor* de cada muestra, que se puede denominar “agrura”, como la calidad de algo que es ácido, áspero y picante en el sabor y en el olor, o acre.

DEGUSTAR SIN BEBER

1. 6. 1. a. Apareamiento simple

¿Son las muestras 545 y 390 iguales o diferentes en agrura?

1. 6. 1. b. Diferenciación dirigida

De las muestras 545 y 390, cuál de ellas es más acre?

1. 6. 1. c. Prueba triangular

De las muestras 923, 517 y 886, ¿Cuál es la que difiere de las otras dos en agrura?

1. 6. 1. d. Ordenamiento

Ordene las siguientes muestras en orden decreciente de agrura: 904, 792, 534, 459 y 609.

1. 6. 1. e. Calificación

Utilizando la escala de seis puntos que se muestra a continuación, ubique las muestras 269, 109 y 919 en la misma. La muestra referencia (R) se le ha asignado una calificación de 4.

| | | |
|--------------|---|----------------|
| 1. _____ | ↑ | aumenta agrura |
| 2. _____ | | |
| 3. _____ | | |
| 4. _____ (R) | | |
| 5. _____ | | |
| 6. _____ | | |

1. 6. 2. ENSAYOS DESCRIPTIVOS

1. 6. 2. a. Categorización estructurada

Utilizando los descriptores que se mencionan luego, ubique las muestras 512, 204 y 843 de acuerdo a su grado de agrura:

Ninguna _____
Leve _____
Moderada _____
Fuerte _____
Extrema _____

1. 6. 2. b. Categorización no estructurada

Mediante una marca vertical, indique en la siguiente escala lineal, el grado de agrura de las muestras 512, 204 y 843.

No acre |-----| Extremadamente acre

1. 6. 3. ENSAYOS AFECTIVOS

1. 6. 3. a Preferencia apareada

¿Qué muestra prefiere? ¿La 545 o la 904?

1. 6. 3. b. Escala hedónica

Marque con una X en la escala que se presenta a continuación, su gusto por la muestra 843

| | | | | | | | | |
|-------------------------------|--------------------------|------------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|----------------------------|
| <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| Me disgusta extremadamente | Me disgusta mucho | Me disgusta moderadamente | Me disgusta levemente | Me es indiferente | Me gusta levemente | Me gusta moderadamente | Me gusta mucho | Me gusta extremadamente |

1. 7. Adaptación de receptores

La capacidad de saborear o percibir el aroma frente a un determinado estímulo es mediado por células receptoras específicas en donde se llevan a cabo determinadas reacciones químicas. El paso inicial en el proceso de degustación u olfacción es la unión de ciertas moléculas a centros receptores ubicados en la boca y nariz. La unión propiamente dicha, la acción de la molécula ligada y su liberación que deja al receptor libre para comenzar otro ciclo, son eventos dependientes del tiempo, por lo que se puede llegar a una situación de saturación, conocida como fatiga o adaptación de los receptores. En esta experiencia se ilustrará este fenómeno. Se puede definir adaptación como la pérdida o disminución en la sensibilidad frente a un determinado estímulo y resulta de la exposición continua a dicho estímulo o a uno similar.

Materiales

Solución de cloruro de sodio al 3 %

Café concentrado

Cronómetro

Procedimiento

Colocar una gota de la solución de cloruro de sodio sobre la lengua, cerrar la boca y medir el tiempo en que el sabor salado tarda en desaparecer completamente.

Colocar en un recipiente adecuado café concentrado a 70 °C y llevar la superficie del líquido a unos 8 cm de las fosas nasales. Inhalar profundamente y exhalar. Registre el valor de intensidad de aroma en una escala de 0 a 5, en la que 0 es inodoro y 5 fuertemente aromático. Continuar la inhalación y exhalación y compute el tiempo total en min requerido para completar la adaptación.

2. EVALUACIÓN OBJETIVA

En esta parte de la práctica se pretende hacer una introducción a las técnicas para evaluar parámetros de calidad de un alimento de manera objetiva, como así también comprender la importancia de la utilización de dichas técnicas.

Materiales

Chicles de diferentes marcas

Cinta métrica

Panecillos de harina blanca y salvado

Recipiente (tipo lata de leche sin borde)

Probeta de volumen adecuado

Semillas de mijo o canola

2. 1. Medición del grado de extensibilidad de gomas de mascar

Procedimiento

Masticar los chicles hasta consistencia gomosa. Retirarlo de la boca y fijar un extremo con la punta de los dedos mientras que por el otro extremo se estira suavemente en forma de hilo en forma paralela a una cinta métrica dispuesta sobre una mesa. Medir la máxima extensibilidad antes de su corte.

2. 2. Medición del volumen y volumen específico de panes

Procedimiento

Se utilizará un método basado en el desplazamiento de semillas. Llenar hasta el ras del borde un recipiente con las semillas. Retirar cuidadosamente una cantidad de semillas que permita introducir completamente el panecillo y reservarlas en algún contenedor que luego permita su fácil transferencia. Volver a completar el recipiente con las semillas reservadas, hasta el ras del borde. Mediante una probeta, medir el volumen de las semillas que quedaron fuera del recipiente. Dicho valor será equivalente al volumen del pan. Realizar el ensayo por triplicado e informar el promedio hallado. Proceda luego a determinar el peso de cada pan utilizado en el ensayo. Calcule el volumen específico en cada caso.

Cuestionario

1) ¿Identificó correctamente la muestra más acre en el test de apareamiento simple del jugo de manzana? ¿Cuál era su probabilidad de acertar?

2) ¿Identificó correctamente la muestra diferente en la prueba triangular con jugo de manzana? Si ud. no fuese capaz de distinguir diferencias entre las tres muestras, ¿cuán probable sería que eligiera la diferente por azar?

3) ¿Qué muestras resultaron fuera del orden en el test de ordenamiento? ¿Cuántas comparaciones de a pares debería hacer para ubicar las 5 muestras?

4) La muestra referencia del ensayo de calificación, contiene 2 % de solución de ácido cítrico al 5 %. ¿Identificó correctamente el jugo que tenía la misma concentración de ácido que la referencia? ¿Ubicó la muestra de jugo que contenía menos ácido por debajo de la referencia? ¿Ubicó la muestra de jugo que contenía más ácido por encima de la referencia?

5) ¿Cuál es el objetivo de la muestra de referencia?

6) ¿Qué factores podrían influenciar en la posición asignada a una muestra particular en un ensayo descriptivo?

7) ¿Cómo podría ser cuantificado el ensayo de categorización no estructurada?

8) ¿Qué tipos de ensayos sensoriales pueden ser usados con consumidores?

9) ¿Por qué se dice que el volumen de las semillas sobrantes es equivalente al verdadero volumen del pan?

10) ¿Por qué se obtienen mejores resultados con semillas esféricas?

11) ¿Qué tipo de caracteres de calidad de un pan pueden evaluarse mediante los parámetros medidos?

Informe

Complete la guía donde corresponda con los datos solicitados obtenidos en la práctica y resuelva el cuestionario

TRABAJO PRÁCTICO N° 3
ANÁLISIS DE AGUAS DE CONSUMO



Objetivo

Analizar parámetros sensoriales y químicos seleccionados de aguas de consumo para establecer su aptitud de acuerdo a los criterios establecidos por el CAA.

Muestras

Se analizarán agua de red, pozo, agua mineral y agua mineralizada.

1. ANÁLISIS SENSORIAL

1. 1. Aspecto

Límpido, ligeramente opalescente o turbio, etc.

1. 2. Color

Con color o incoloro.

1. 3. Olor

Olor a... o inodoro (el olor resulta exaltado si la muestra se calienta a 60 °C).

1.4. Sedimento y/o material en suspensión

Abundante, escaso o no contiene

2. ANÁLISIS QUÍMICO

2. 1. pH

Se mide a 20 °C, a lectura constante con agitación de la muestra (calibrar el pHmetro previamente).

2. 2. Residuo por evaporación

Se mide exactamente un volumen entre 100 y 500 mL de la muestra de agua (de acuerdo al contenido salino) y se vierte con cuidado una porción en una cápsula o cristizador de 6 a 10 cm de diámetro, previamente tarado, de tal manera de no superar la mitad de su capacidad. Se evapora en baño María, agregando de a porciones en la medida que el líquido se consume. Finalmente se lleva a estufa a 100-105 °C durante 2 hs. Se deja enfriar en desecador y se pesa. Expresar el resultado en mL/L, sin decimales.

2. 3. Alcalinidad

Se determina por titulación de 50 mL de la muestra de agua con HCl aproximadamente 0,1 N (debe estar valorado frente a solución estandarizada de NaOH) usando 2 ó 3 gotas de heliantina como indicador. Se produce un viraje del naranja al rojizo en el punto de equivalencia.

2. 4. Cloruros

Se determinan por el método de Mohr.

Reactivos

Solución NaCl patrón: Pesar en balanza analítica alrededor de 1,65 g de NaCl p.a. seco y completar a volumen hasta 1L. Calcular su normalidad.

Solución AgNO₃: Disolver en agua destilada alrededor de 4,8 g de AgNO₃ cristalizado y completar a volumen hasta 1 L. Guardar en frasco color caramelo. Valorar frente a solución de NaCl patrón.

Solución de K₂CrO₄: Preparar una solución de la sal 5 % p/v en agua destilada.

Procedimiento

Medir 100 mL de la muestra de agua. Si el pH es menor de 7, añadir aproximadamente 1 g de NaHCO₃. Agregar 1 mL de solución de K₂CrO₄ y valorar, agregando de a gotas, versus solución de AgNO₃ hasta coloración rojiza apenas perceptible. Se resta 0,2 mL al volumen empleado (corrección por blanco).

2. 5. Dureza total

Reactivos

Solución reguladora pH 10: Se mezclan 35 mL de NH₄OH (25% de NH₃) con una solución que contiene 5,4 g de NH₄Cl en 50 mL de agua destilada y se completa a 100 mL con agua destilada. Se conserva en heladera.

Solución del indicador: Disolver 0,4 g de negro de eriocromo T (NET) en 100 mL de alcohol 96° (preferentemente metanol), adicionando suficiente NH₄OH para llevar la solución a un color azul intenso.

Solución de ácido etilén diamino tetra acético (EDTA), sal disódica: Disolver 4 g de EDTA en aproximadamente 800 mL de agua destilada, adicionar 1,5 g de NaOH y completar volumen a 1000 mL.

Solución patrón de CaCO₃: Disolver 1,000 g de la sal en el menor volumen posible de HCl diluido, neutralizar con NH₄OH (al tornasol) y completar a 1000 mL con agua destilada. Un mL de esta solución equivale a 1 mg de CaCO₃ ó a 0,40008 mg de Ca.

Procedimiento

1) Determinación del título de la solución de EDTA: Se miden exactamente 50 mL de la solución patrón de CaCO₃ y se colocan en un erlenmeyer de 250 mL, se agregan 10 mL de solución reguladora y 4 gotas de NET. Se valora desde bureta con la solución de EDTA hasta viraje del rojo vinoso al azul neto. El título de la solución de EDTA se calcula como: 50/ V, donde V es el volumen de titulante gastado.

2) Determinación de dureza en la muestra: Se toman 50 mL de la muestra de agua exactamente medidos y se vierten en un erlenmeyer de 250 mL. Se agrega 1 mL de solución reguladora $\text{NH}_4\text{Cl-NH}_3$ pH 10 y 4 gotas de NET. Se titula con la solución de EDTA valorada (para la cual, 1 mL equivale a 1 mg de CaCO_3) siempre agitando vigorosamente hasta viraje de la solución de rojo vinoso a azul neto (sin rastros de coloración rojiza). Calcular dureza expresada como ppm de CaCO_3 .

2. 6. Nitritos

Se determinan por el método de Ilosva (método semicuantitativo)

Reactivos

Reactivo I: 0,5 g de ácido sulfanílico se disuelven en en 30 mL de ácido acético glacial y 120 mL de agua destilada.

Reactivo II: 0,1 g de α -naftilamina se disuelven en en 30 mL de ácido acético glacial y 120 mL de agua destilada.

Procedimiento

A 10 mL de muestra de agua se le agregan 0,5 mL del Reactivo I y 0,5 mL del reactivo II.

Incoloro: NO_2^- negativo
Levemente rosado: menor de 0,1 mg/L
Rosado: mayor de 0,1 mg/L

Se puede realizar una comparación colorimétrica frente a una escala de patrones de NaNO_2 o utilizando una escala permanente equivalente preparada con solución acética de fucsina.

2. 7. Sales amoniacaes

Reactivos

Solución patrón de NH_4Cl : 2,970 g de la sal en 1 L de agua destilada (1 mg NH_4^+ /mL).

Solución de trabajo de NH_4Cl : Realizar una dilución 1:100 de la solución patrón.

Solución de Cl_6PtK_2 : 2 g de la sal se disuelven en un pequeño volumen de agua destilada, agregar 100 mL de HCl ($\delta= 1,19$ g/mL) y completar a 1 L con agua.

Solución de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 12 g de la sal se disuelven en un pequeño volumen de agua destilada, agregar 100 mL de HCl concentrado y completar a 1 L con agua.

Reactivo de Nessler: Colocar en un vaso de precipitados 50 g de KI y aproximadamente 50 mL de agua libre de amonio. Añadir solución saturada de HgCl_2 hasta la obtención de un precipitado persistente. Aparte, disolver 150 g de KOH (ó 110 g de NaOH) en 300 mL de agua destilada y verter sobre la solución anterior. Completar volumen a 1L con agua destilada. Se deja reposar durante 48 hs. Al cabo de dicho lapso, se ensaya su sensibilidad de la siguiente manera: Se colocan en un erlenmeyer 50 mL de agua destilada, 0,5 mL de solución de trabajo y 1 mL del reactivo de Nessler. Al cabo de 10 min debe percibirse una coloración amarilla intensa. De no producirse dicha coloración, se sensibiliza el reactivo añadiéndole 50 mL de solución saturada de HgCl_2 , se deja reposar nuevamente, se decanta y se repite el procedimiento.

Solución de CuSO₄·5 H₂O: Disolver 10 g de en 1 L de agua destilada.

Solución de Pb (CH₃CO₂)-3 H₂O: Disolver 10 g de en 1 L de agua destilada.

Solución de KOH: 50 g de la base en 100 mL de agua destilada.

Solución de sal de Rochelle: Disolver 500 g de la sal (tartrato doble de Na y K) en 1 L de agua destilada. Hervir hasta ensayo negativo de amoníaco. Completar volumen a 1 L con agua.

Procedimiento

Preparación de los patrones permanentes: En matraces aforados de 50 mL, según el siguiente detalle:

| N° patrón | Equivalencia en mg/L de NH ₄ ⁺ | Vol. sol. Cl ₆ PtK ₂ (mL) | Vol. sol. CoCl ₂ ·6H ₂ O (mL) | <i>Completar volumen con agua destilada</i> |
|-----------|--|---|---|---|
| 1 | 0 | 0,5 | 0 | |
| 2 | 0,05 | 1,8 | 0 | |
| 3 | 0,10 | 2,7 | 0,05 | |
| 4 | 0,15 | 4,2 | 0,15 | |
| 5 | 0,20 | 5,6 | 0,35 | |
| 6 | 0,30 | 7,4 | 0,80 | |
| 7 | 0,40 | 8,2 | 1,20 | |
| 8 | 0,50 | 9,0 | 1,80 | |

Esta escala puede permanecer estable por 2 o más meses, aunque es conveniente controlarla y corregirla cada vez que se prepara el reactivo de Nessler, confrontándola con una escala de patrones preparados de la siguiente manera: verter en sendos matraces aforados de 50 mL: 0; 0,25; 0,50; 0,75; 1,0; 1,5; 2,0 y 2,5 mL de solución de trabajo de NH₄Cl, respectivamente y completar a volumen con agua destilada. Adicionar a cada matraz 1 mL de la solución de sal de Rochelle y 1 mL del reactivo de Nessler, agitar y deja desarrollar el color durante 10 min.

Método semicuantitativo: Medir 50 mL de la muestra de agua en un matraz aforado. Adicionar 1 mL de la solución de sal de Rochelle y 1 mL del reactivo de Nessler, agitar y deja desarrollar el color durante 10 min antes de compararlo con la escala de patrones permanente. Si la coloración obtenida es más intensa que la correspondiente al patrón más coloreado, repetir la determinación utilizando un volumen de muestra menor diluido a 50 mL con agua destilada.

$$\text{NH}_4^+(\text{mg/L}) = c \cdot (50/v)$$

Donde:

c: concentración en mg/L del patrón cuya coloración es comparable al de la muestra (si la coloración de la muestra resulta intermedia entre las correspondientes a dos patrones consecutivos, se considerará el valor medio).

v: volumen en mL de la muestra utilizado en la determinación.

Método cualitativo: A 25 mL de la muestra de agua se le agregan 0,5 mL de la solución de sal de Rochelle y 0,5 mL del reactivo de Nessler. Observar luego de 10 min sobre fondo blanco.

Incoloro: ausencia de sales de amonio

Amarillo: presencia de sales de amonio

2. 8. Materia Orgánica

Reactivos

Solución 0,0125 N de ácido oxálico: 1 mL de esta solución reduce 0,1 mg de O₂. La solución debe renovarse mensualmente.

Solución de KMnO₄: se prepara a partir de 125 mL de una solución 0,1 N diluídos a 1 L con agua exenta de materia orgánica (agua redestilada en presencia de 1 g de KMnO₄ y 1 g de Na₂CO₃ por litro).

Solución de H₂SO₄ (1+3): Se añade un volumen de H₂SO₄ concentrado ($\delta=1,84$ g/mL) sobre 3 volúmenes de agua destilada exenta de materia orgánica. Añadir gota a gota y en caliente solución de KMnO₄ 0,01225 N hasta obtener una débil coloración rosada persistente.

Procedimiento

Determinación del título de la solución de KMnO₄: Se vierten en un erlenmeyer 10 mL exactamente medidos de la solución de ácido oxálico, 100 mL de agua destilada libre de materia orgánica y 10 mL de H₂SO₄ 1+3. Calentar a 60-80 °C y valorar añadiendo solución de KMnO₄ hasta obtener una débil coloración rosada. Se conserva en frasco color caramelo.

Método cuantitativo: Se vierten 100 mL de la muestra de agua en un erlenmeyer de 500 mL y se añaden 10 mL exactamente medidos de solución de KMnO₄ y 10 mL de H₂SO₄ (1+3). Se coloca en baño María hirviente durante 30 min, cuidando que el nivel del agua del baño sea superior al nivel del líquido del erlenmeyer. Se añaden luego 10 mL de ácido oxálico y se valora por retorno, a 60-80 °C, con solución de KMnO₄ hasta la obtención de una coloración rosada débil persistente. El volumen gastado en la valoración por retorno debe ser menor de 5 mL, caso contrario, debe repetirse la determinación tomando un volumen adecuado de la muestra de agua diluída a 100 mL con agua libre de materia orgánica.

Ensayo en blanco: se sustituye la muestra de agua por agua libre de materia orgánica.

Corrección por presencia de sustancias reductoras inorgánicas: por valoración de la muestra de agua en frío. El color debe persistir 3 min.

$$\text{mg O}_2 \text{ consumidos /L} = \frac{(n-b-i) \cdot N \cdot 8000}{V}$$

Donde:

n: volumen en mL de la solución de KMnO₄ gastados en la valoración por retorno de la muestra de agua.

b: volumen en mL de la solución de KMnO₄ gastados en la valoración por retorno del ensayo en blanco.

i: volumen en mL de la solución de KMnO₄ gastados en la valoración por retorno de la muestra de agua en frío.

N: normalidad de la solución de KMnO₄.

V: volumen de la muestra utilizado en la determinación.

Método semicuantitativo: A 10 mL de la muestra de agua se les adicionan 0,5 mL de H₂SO₄ (1+3) y 8 gotas de solución de KMnO₄. Se coloca en baño María 10 min y se observa.

Violeta: menor de 13 mg/L
Decolorado: mayor de 13 mg/L

2. 9. Sulfatos

Reactivos

Solución de BaCl₂ · 2H₂O: al 10 % en agua destilada.

Solución de heliantina: al 0,05 % en agua destilada. Guardar en frasco color caramelo.

HCl concentrado

Procedimiento

En un vaso de precipitados de 300 mL se vierten 200 mL de la muestra de agua (filtrada en el caso de presentar sólidos en suspensión). Se adicionan unas gotas de solución de heliantina y luego HCl concentrado hasta viraje del indicador, agregando de 5 a 10 gotas en exceso. Calentar a ebullición y añadir rápidamente 10 mL de la solución de BaCl₂ · 2H₂O, agitando. Dejar en digestión en caliente durante 30-60 min, filtrar por papel y lavar el precipitado con agua destilada caliente hasta prueba negativa de cloruros. Colocar el papel en crisol de porcelana, previamente calcinado y tarado. Secar el papel en estufa y luego carbonizarlo bajo llama. Finalmente calcinar de 10 a 15 min al rojo moderado. Dejar enfriar y pesar. Repetir la calcinación hasta obtener pesada constante.

2. 10. Cloro residual

Esta determinación sólo se realiza para aguas tratadas de red, ya que los requerimientos de cloro residual mínimo del CAA no se aplican al agua de depósitos domiciliarios.

Reactivos

Solución de o-toluidina: se disuelven 1,35 g del diclorhidrato en 500 mL de agua destilada. Se vierte esta solución sobre 500 mL de HCl diluido (150 mL de ácido concentrado más 350 mL de agua destilada), agitando constantemente. Se guarda en frasco color caramelo al abrigo de la luz.

Solución 0,2 M de ácido bórico: 12,4 g del ácido en 1 L de agua destilada.

Solución 0,01 M de bórax (Na₂B₄O₇ · 10H₂O): 3,8 g de la sal en 1 L de agua destilada.

Solución reguladora pH 6,5: A un volumen conveniente de la solución 0,2 M de ácido bórico se le agrega la solución 0,01 M de bórax hasta obtener pH 6,5.

Solución de K₂Cr₂O₇ / K₂CrO₄ (A): Disolver 1,55 g de K₂Cr₂O₇ y 4,65 g de K₂CrO₄ en la solución reguladora pH 6,5 y completar volumen a 1 L con la misma solución.

Solución diluida de K₂Cr₂O₇ / K₂CrO₄ (B): Dilución 1:10 de la anterior, utilizando solución reguladora pH 6,5 como diluyente.

Procedimiento

Preparación de los patrones permanentes: En matraces aforados de 100 mL, según el siguiente detalle:

| N° patrón | Equivalencia en Cloro residual total (mg/L) | Vol. sol. B (mL) | Vol. sol. A (mL) | Completar volumen con agua destilada |
|-----------|---|------------------|------------------|--------------------------------------|
| 1 | 0,02 | 2 | - | |
| 2 | 0,05 | 5 | - | |
| 3 | 0,07 | 7 | - | |
| 4 | 0,10 | 10 | - | |
| 5 | 0,15 | 15 | - | |
| 6 | 0,20 | 20 | - | |
| 7 | 0,25 | 25 | - | |
| 8 | 0,30 | 30 | - | |
| 9 | 0,35 | 35 | - | |
| 10 | 0,40 | 40 | - | |
| 11 | 0,50 | 50 | - | |
| 12 | 0,60 | 60 | - | |
| 13 | 0,80 | 80 | - | |
| 14 | 1,00 | 100 | - | |
| 15 | 1,50 | - | 15 | |
| 16 | 2,00 | - | 19,5 | |
| 17 | 3,00 | - | 27,0 | |

Análisis de la muestra: se vierten 5 mL de la solución de *o*-toluidina en un erlenmeyer y se añaden 100 mL de la muestra de agua. Se agita suavemente y se deja en reposo 5 min en lugar oscuro. Se compara la coloración resultante con la de los patrones permanentes, haciendo la observación visual sobre un fondo de vidrio translúcido iluminado con luz difusa artificial (tubo fluorescente). No observar con luz solar directa. No se consideran valores intermedios. (para aguas que contengan cantidades mayores a 0,1 g mg/L de NO_2^- ó 0,3 mg/L de Fe^{3+} ó 0,01 mg/L de Mn^{4+} debe modificarse la técnica).

2. 11. Determinación de Na y K

Se determinarán por la técnica de fotometría de emisión en llama.

Reactivos

Solución patrón madre de sodio 100 ppm: Pesar 0,1000 g de NaCl p.a. secado en estufa durante una noche. Disolver y llevar a matraz aforado de 1 L. Enrasar. Utilizar agua bidestilada.

Soluciones patrón de Na para curva de calibración: A partir de la solución patrón madre, preparar diluciones que contengan entre 1 y 20 ppm de Na. Utilizar agua bidestilada.

Solución patrón madre de potasio 100 mg/L: 0,1000 g de KCl p.a. secado en estufa durante una noche. Disolver y llevar a matraz aforado de 1 L. Enrasar. Utilizar agua bidestilada.

Soluciones patrón de K para curva de calibración: A partir de la solución patrón madre, preparar soluciones que contengan entre 2 y 20 ppm de K. Utilizar agua bidestilada.

Procedimiento

Obtención de la curva de calibración: Para cada ión, y utilizando el filtro adecuado, ajustar el cero de la escala con agua destilada y el 100 % con el patrón más concentrado correspondiente. Registrar a continuación la lectura de los patrones restantes, verificando alternadamente el 0 y el 100. Graficar las lecturas de T % en función de las concentraciones de los patrones.

Análisis de las concentraciones de Na y K en muestras de agua: Para cada ión, medir una alícuota de 10.00 mL de la muestra de agua y diluirla a 250 mL con agua bidestilada. Con el filtro adecuado, registrar su T% y calcular la concentración del ión correspondiente utilizando la curva de calibración respectiva. En cada caso, la lectura de las muestras debe efectuarse inmediatamente después de realizar la curva de calibración, con el fin de minimizar las variaciones en las condiciones experimentales. Si la lectura obtenida con la muestra resulta fuera de escala, proceder de igual manera con otra dilución o con la muestra sin diluir.

Informe

Cálculos y resultados de los parámetros determinados en la práctica para cada muestra analizada. Establecer si cumple con los límites establecidos por el CAA. En el caso de aguas envasadas cotejar con información suministrada en el rótulo. Conclusiones finales.



Objetivo

Analizar parámetros sensoriales y fisicoquímicos seleccionados de leche para establecer su calidad y aptitud de acuerdo a los criterios establecidos por el CAA y otras guías de referencia.

Muestras y tratamiento

Se analizarán leches cruda, pasteurizada, ultrapasteurizada (UAT) y larga vida (distintas marcas). En el caso de leche cruda la muestra se termostatiza a 20-25 °C y se homogeniza transvasándola varias veces (10 a 15) entre dos recipientes limpios, evitando la formación de espuma. Si la fase grasa no se dispersara homogéneamente, calentar en baño de agua a 38 °C y agitar continuamente (puede usarse una varilla con un tubo de goma en su extremo de manera de facilitar la reincorporación de grasa que pueda quedar adherida a las paredes del recipiente), enfriar a 20-25 °C. Las alícuotas necesarias para cada ensayo se toman rápidamente luego de la etapa de homogeneización.

1. DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA Y ANÁLISIS SENSORIAL

1. 1. Aspecto: Homogénea, con grasa separada, con partículas extrañas, etc.

1. 2. Color; Blanco, con tintes (amarillento, azulado, rojizo, etc.)

1. 3. Olor: Característico, ácido, extraño (medicamentos, metálico, etc.)

1. 4. Sabor

Nelson y Trout, describieron 17 diferentes sabores anormales y sugieren una metodología para clasificar la leche según su sabor con un valor máximo de 45 puntos. El siguiente cuadro presenta un resumen de su clasificación. Un valor de 31- 40 se estima normal.

| Clasificación | Puntaje | Descripción del sabor específico |
|------------------|--------------|--|
| Excelente | 40 - 45 | Sin críticas |
| Buena | 38 - 39, 5 | Sabor ligeramente astringente y salado, carente de frescura, sabor ligero o definido a cocido, a pienso o sin sabor. |
| Regular | 36 - 37,5 | Sabor ligeramente a "establo" y oxidado; definitivamente astringente y salado carente totalmente de frescura, pronunciado sabor a cocido o sin sabor. |
| Pobre | 35,5 o menos | Sabor ligero o definido a ácido, rancio y sucio; ligero, definido o pronunciado a "establo", amargo, extraño, a ajo/ cebolla, a malta, metálico; definido o pronunciado a establo y oxidado; pronunciado astringente, a pienso y salado. |
| Insalubre | Sin Puntaje | Sabor pronunciado ácido, rancio y a sucio. |

2. ANÁLISIS FISICOQUÍMICO

2. 1. pH

Se medirá el pH con pHmetro. Se realiza la calibración del equipo por medio de buffers adecuados (pH 4,00 - 7,00), y luego se procede directamente a la medición del valor de pH correspondiente a la muestra en estudio a 20 °C.

2. 2. Densidad a 15 °C

Se utiliza el lactodensímetro de *Quevenne*. Es un hidrómetro que posee una calibración especial, graduado de 15-20 a 40. Llenar una probeta de 250 mL con la muestra de leche y dejar reposar hasta que la espuma que se haya podido formar desaparezca. Introducir cuidadosamente el lactodensímetro imprimiéndole un ligero movimiento de rotación con lo que se evita que el aparato se adhiera a las paredes falseando las lecturas. Esperar hasta el reposo y posicionarse de forma que los ojos estén a la misma altura que el nivel de la leche. Leer en la escala del vástago en el nivel de la leche correspondiente al menisco superior. El lactodensímetro indica la segunda y tercera cifra decimal, siendo siempre 1 la cifra entera y 0 la décima. Si la temperatura de la leche es de 15 °C, el número obtenido corresponde a la densidad expresada en grados Quevenne (°Q). Si la temperatura es distinta hay que hacer una corrección. Por cada grado de temperatura por encima de 15 °C, disminuye la densidad en dos décimas de °Q. Cuando la temperatura es inferior a 15 °C, la densidad de la leche aumenta en dos décimas de °Q por cada grado termométrico.

$$D = \delta \pm n \times 0,2$$

Donde:

D: densidad corregida en °Q

δ = densidad que indica el lactodensímetro

n= diferencia en °C respecto a 15 °C

2. 3. Materia grasa

2. 3. 1. Método de Röse-Gottlieb

Colocar 10 g de la muestra en una ampolla de decantación, añadir 1,25 mL (ó 2 mL en el caso de leche muy ácidas) de hidróxido de amonio ($\delta = 0,880$ g/mL) y mezclar. Añadir luego, 10 mL de etanol 95-96% y mezclar. Agregar 25 mL de éter etílico a la mezcla y agitar vigorosamente 30 segundos. Por último se agregan otros 25 mL de éter de petróleo y se agita 30 segundos más. Dejar reposar 30 minutos. Trasvasar la capa acuosa a otra ampolla y la capa etérea a una cápsula tarada. Se reextrae la capa acuosa contenida en la segunda ampolla con 15 mL de éter etílico y 15 mL de éter de petróleo, como se indicó anteriormente. La capa acuosa se transvasa a otra ampolla y la etérea se agrega a la cápsula. La capa acuosa se vuelve a extraer igual que antes. Se integra la nueva capa etérea a las anteriores. Evaporar con precaución el solvente de la cápsula y secar el residuo graso en la estufa a 98 -100 °C hasta peso constante. Dejar enfriar en desecador y pesar.

$$\text{g de materia grasa \%} = (C_1 - C_2 / C) \times 100$$

Donde:

C_1 : peso de la cápsula + grasa

C_2 : peso de la cápsula

C: peso de la muestra

2. 3. 2. Método de Gerber

Este método volumétrico, muy difundido en el control de rutina de leche, en especial, y de productos lácteos en general, consiste en la separación de la materia grasa por disolución en ácido sulfúrico de todos los componentes, seguida por centrifugación en tubos especialmente calibrados. El método emplea también alcohol amílico, que ayuda a romper la emulsión de las grasas y previene la carbonización de las mismas.

Reactivos

H_2SO_4 para Gerber ($\delta=1,813-1,817$ g/mL a 20 °C; aprox. 90 %)

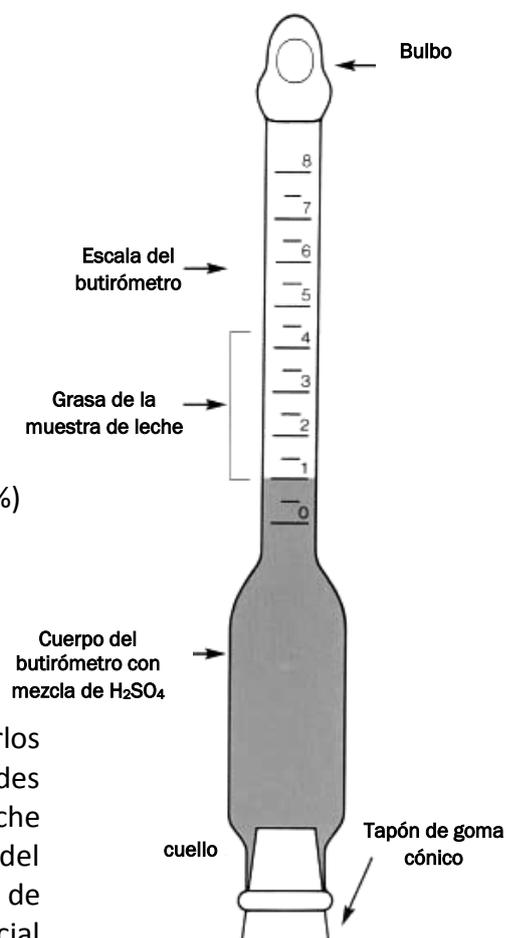
Alcohol amílico puro ($\delta= 0,809-0,813$ g/mL a 20 °C), libre de grasa, comprobado por ensayo en blanco.

Procedimiento

Medir con pipeta 11 mL de H_2SO_4 para Gerber e introducirlos en el butirómetro (ver figura) evitando mojar las paredes internas del cuello. Luego, agregar con rapidez 11 mL de leche con pipeta aforada, cuidando que forme un estrato encima del ácido y no se mezcle con él, e inmediatamente agregar 1 mL de alcohol amílico. Se tapa el butirómetro con el tapón especial correspondiente y se agita con cuidado (*).

Se coloca el butirómetro en un baño de agua a 65-70 °C por 5-10 min. (con el tapón hacia abajo). Retirado del baño, se seca exteriormente y se centrifuga 3-5 min. La centrifuga consiste en un plato chato en el cual, mediante tubos metálicos, se adaptan los butirómetros dispuestos de forma tal que los tapones de cierre queden dirigidos hacia afuera y la porción graduada hacia el eje de la centrifuga. Se vuelve al baño de agua por 4-5 min., se lee inmediatamente el espesor de la capa de grasa acumulada en la parte superior calibrada del butirómetro. Por ajuste adecuado del tapón de cierre, se puede hacer coincidir la base de la columna de grasa con el cero de la escala. Leyendo a la altura del menisco de la columna de grasa, se obtiene directamente el % de grasa de leche. Si no es posible ajustar la superficie inferior de la columna de grasa a cero, se ajusta a la marca de % completo más próxima, y se tiene en cuenta al efectuar la lectura del menisco superior. La lectura del butirómetro corresponde a % g de grasa por 100 cm³ de leche. Si se verificara aguado en la leche analizada, deberá recalcularse el % de grasa para determinar si existe desgrasado respecto del tenor graso especificado en el CAA para la leche analizada.

(*) Para proteger la mano del calor que se desprende, conviene tomar el butirómetro con un paño, sujetando con el dedo pulgar el tapón de goma, con presión firme. Los tres líquidos del interior se mezclan volteando varias veces el butirómetro. En algunos casos, se forman coágulos albuminoides que persisten; los mismos se eliminan agitando (siempre con precaución) fuertemente, después de un tiempo prudencial.



Notas:

Siendo dificultosa la separación de los glóbulos pequeños de grasa en leches homogeneizadas, se recomienda volver a centrifugar después de calentar en baño de 65-70 °C, procediendo así hasta que la lectura alcance un máximo.

Se recomienda la realización de éste ensayo por duplicado simultáneo, sirviendo cada butirómetro como mutuo contrapeso para el equilibrio de la centrifuga.

2. 4. Extracto seco total

Es el residuo remanente de la evaporación de los componentes volátiles de la leche a la temperatura de ebullición del agua. En un cristizador, de diámetro no menor de 5 cm, se coloca una capa delgada de arena calcinada. Se seca en estufa a 100 °C durante 1 hora, se enfría y tara, luego se agregan 5 mL de leche, exactamente medidos, y se pesa nuevamente. Evaporar en baño de agua hirviendo durante 10-15 min. Colocar luego en estufa de 98-100 °C, secando, enfriar en desecador y pesar inmediatamente. Repetir hasta constancia de peso. Referir el residuo a % en volumen de muestra, informándolo como "sólidos totales".

2. 5. Extracto seco no graso

Se determina por diferencia de los valores porcentuales de extracto seco total y de grasa, obtenidos anteriormente. El valor del extracto seco no graso (ESNG) constituye un valor bastante constante para todas las leches, debido a que dentro del conjunto de sustancias que forman el extracto seco total, el tenor graso es el más variable. Si el valor de % ESNG hallado resultara inferior al especificado en el CAA, deberá calcularse el % de aguado como:

$$\% \text{ de aguado} = (\% \text{ ESNG}_{\text{CAA}} - \% \text{ ESNG} / \% \text{ ESNG}_{\text{CAA}}) \times 100$$

2. 6. Acidez

La leche fresca, en estado normal, no contiene prácticamente ácido láctico. Al determinarse la acidez total, el gasto de álcali es debido al CO₂ disuelto, fosfatos ácidos, proteínas (principalmente caseína), y citratos ácidos contenidos en la leche. El ácido láctico producido durante el "agriado", se debe fundamentalmente a la acción de microorganismos del tipo de los estreptococos lácticos, sobre la lactosa.

Reactivos

Solución de NaOH 0,1 N valorada.

Solución de fenolftaleína 0,5 % en etanol 95 %.

Procedimiento

Medir con pipeta aforada, 10,0 mL de muestra y colocarlos en una cápsula de porcelana. Añadir 1 mL de fenolftaleína. Titular con bureta de 10 mL con NaOH 0,1 N hasta aparición de color rosa débil persistente (utilizar como contraste el interior blanco de la cápsula). Los resultados se expresan en ácido láctico % de muestra (p/v).

$$1 \text{ mL de NaOH } 0,1 \text{ N} = 0,0090 \text{ g de ácido láctico.}$$

Para expresar la acidez en grados Dornic, se multiplica por 100 el resultado anterior.

Si se verificara aguado en la leche analizada, deberá recalcularse la acidez para comparar con la especificación del CAA correspondiente a este parámetro.

2. 7. Ensayo del azul de metileno

Se trata de un ensayo útil, entre ciertos límites, para indicar el grado de conservación y pureza de la leche, usando una prueba química para sustituir o completar el examen bacteriológico, siendo éste ensayo considerado como una medida de la contaminación bacteriana.

En un tubo de ensayo estéril de 20 mL, se vierten 10 mL de leche y 1 mL de solución 0,005% de azul de metileno en agua estéril. Cubrir con una capa de parafina e incubar a 38-40 °C. Se mide el tiempo necesario para obtener la decoloración, haciendo caso omiso de lo que ocurre en la capa superior de leche contenida en el tubo. En base a ese tiempo se puede llegar a las siguientes conclusiones:

- 1- leche de muy mala calidad: si no conserva el color más de 20 min.
- 2- leche de mala calidad: si conserva el color de 20 min. a 2 hs.
- 3- leche de calidad mediocre: si conserva el color de 2 hs. a 5 1/2 hs.
- 4- leche de buena calidad: si conserva el color por más de 5 1/2 hs.

2. 8. Prueba del alcohol

Es una prueba rápida de orientación sobre la calidad de la leche: su grado de frescura, algunas alteraciones y coagulabilidad por efecto del calor. Se utiliza un dispositivo en forma de pistola. Se cargan 2 mL de la muestra y un volumen igual de alcohol 60°. La leche fresca no se altera, mientras que si coagula, es indicio de alteraciones.

2. 9. Reacción de la fosfatasa

Se colocan 5 mL de la muestra de leche y 0,5 mL de fosfato de fenolftaleína al 1% en un tubo de ensayos. Se incuba en baño de agua a 37 °C, 10 min. Luego se agregan gotas de NaOH 0,1N. La presencia de fosfatasa se manifiesta por coloración rosada. Realizar un blanco con agua destilada.

2. 10. Reacción de la peroxidasa

Colocar 10 mL de la muestra de leche junto con 2 gotas de H₂O₂ al 1 % y 4-5 gotas de solución acuosa de *p*-fenilendiamina al 2%. La presencia de peroxidasa queda de manifiesto por una coloración violácea.

Cuestionario

- 1) ¿Qué otros métodos de medida de densidad son aplicables a la leche?
- 2) ¿Qué actividad enzimática queda de manifiesto mediante la decoloración del azul de metileno?
- 3) ¿Qué tipo de alteraciones indica la formación de cuajada en la prueba del alcohol?
- 4) ¿Qué conclusiones se desprenden de un ensayo positivo de la reacción de la fosfatasa alcalina? ¿Qué estipula el CAA y las normas del MERCOSUR en cuanto a esta prueba?
- 5) Fundamente mediante reacciones la reacción de la peroxidasa. ¿Qué conclusiones se desprenden de un resultado positivo para esta prueba?

Informe

Cálculos y resultados de los parámetros determinados en la práctica para cada muestra analizada. Establecer si cumple con los límites establecidos por el CAA. En el caso de leches procesadas y envasadas cotejar con información suministrada en el rótulo. Cuestionario y conclusiones finales.



TRABAJO PRÁCTICO Nº 5

ANÁLISIS DE PRODUCTOS DERIVADOS DE CEREALES

Objetivo

Analizar productos derivados de cereales, tales como harinas o panificados para establecer si los mismos se encuadran en las normativas vigentes según el CAA. En el caso de harinas, se introduce en los ensayos de aptitud panadera.

1. ANÁLISIS DE HARINAS

El análisis de rutina de harinas puede incluir la determinación de humedad, cenizas, tiza agregada, SO₂ (excepto para harina integral), grasa, proteínas, acidez, hierro, tiamina, ácido nicotínico, mejoradores, agentes blanqueadores y análisis micrográfico. Industrialmente pueden interesar análisis de gluten, ensayos físico-mecánicos de la masa formada con la harina, determinación del tamaño de partícula, actividad de diastasa, color y *filth test* (presencia de pelos de roedores, restos de insectos, etc.)

1. 1. DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA Y ANÁLISIS SENSORIAL

Antes de abrir el envase observar estado del mismo y evaluar si el etiquetado se ajusta a la reglamentación vigente. Volcar el contenido de un paquete (o del número que se considere conveniente) en un recipiente adecuado y homogeneizar. Analizar aspecto, color, y olor. Realizar una inspección visual para evaluar estado de pureza y de conservación, presencia de insectos, etc.

1. 1. 1. Prueba de tamización

Se pasa la harina por un tamiz fino; si deja residuo, se investigan en él sustancias extrañas o parásitos.

1. 1. 2. Examen microscópico

Útil para la investigación de parásitos, hongos y/o esporas y detección de pelos epidérmicos, tejidos de afrecho del grano de trigo, etc. Extender una pequeña cantidad de harina sobre una placa de vidrio. Observar con lupa/microscopio. La superficie debe conservarse lisa; si hay insectos o ácaros se forman luego pequeños montículos.

1. 2. 3. Aspecto bajo luz ultravioleta

Una harina enriquecida debe presentar fluorescencia amarillo-verdosa debido a la presencia de riboflavina.

1. 2. 4. Investigación de compuestos no permitidos

Se humedece la harina sobre placa de vidrio y se cubre en forma homogénea con solución de bencidina al 0,5% en alcohol 50%: puntos negro-azulados indican persulfato o peróxidos. En ausencia de éstos, se humedece en forma homogénea con mezcla reciente de 2 partes de KI al 2% y 1 parte de HCl al 5%: puntos oscuros indican la presencia de bromatos.

1. 2. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO

Preparación de la muestra: Invertir y girar, alternativamente, el recipiente en donde se encuentra la muestra, con el fin de asegurarse homogeneidad. Manipular la muestra en ambientes secos y T ambiente. Mantener la muestra en envase hermético.

1. 2. 1. Humedad

Pesar exactamente alrededor de 2 g de la harina en un pesafiltro con tapa, previamente calentado a 130 °C, enfriado a T ambiente en desecador y tarado. Destapar el pesafiltro y secar su contenido y la tapa, 1 hora en estufa a 130 °C con abertura para ventilación. No abrir la estufa durante este lapso. Cubrir el pesafiltro dentro de la estufa, colocar en desecador, destapar allí dentro, dejar enfriar a T ambiente, tapar y pesar. Expresar la humedad en g/100 g de harina.

1. 2. 2. Cenizas

Pesar exactamente de 3 a 5 g de muestra de harina en una cápsula de porcelana de 6 cm de diámetro, previamente calcinada a peso constante en mufla a 900 °C. Incinerar sobre llama hasta carbonización y llevar a mufla a 600 °C, aumentando la temperatura hasta los 900 °C en el lapso de una hora. Dejar 2 horas, retirar, pasar a desecador, dejar enfriar y pesar. Volver a repetir el proceso hasta peso constante. Expresar en g/100 g de harina seca.

1. 2. 3. Acidez

1. 2. 3. 1. Técnica del extracto acuoso

5 a 10 g de harina se disgregan con 10 mL de agua hasta formar una pasta y se agregan 90 mL de agua caliente. Se deja reposar hasta enfriamiento y se titula con hidróxido N/10, en presencia de fenolftaleína.

1. 2. 3. 2. Método de extracción alcohólica

Agitar 10 g de harina con 100 mL de alcohol neutralizado de 90°. Después de 24 horas en que se vuelve a agitar, se titulan 50 mL del líquido sobrenadante o filtrado con NaOH N/10, en presencia de fenolftaleína. El resultado se expresa en equivalentes de H₂SO₄ o de ácido láctico (o en mL de NaOH normal para 100 g de producto). No es conveniente una acidez mayor de 0,25 de H₂SO₄ para la harina blanca y de 0,30 para la integral (en el extracto acuoso). El deterioro de la harina se puede reconocer también en la grasa, extraída por percolación en frío, al determinar su acidez libre (15-20° en una harina fresca) y su índice de peróxidos. También puede apreciarse por titulación formólica de los aminoácidos, para lo cual, una vez titulada la acidez por extracción acuosa, al mismo líquido se le adicionan 5 mL de formalina neutralizada, se agita, se filtra (si fuera necesario) y después de algunos minutos se sigue titulando hasta nueva coloración rosada a la fenolftaleína. Este nuevo gasto se calcula en grados de acidez correspondientes a los

aminoácidos, o bien, en índice de alteración proteica que resulta al dividir dichos grados de acidez por el % de proteína del producto.

1. 2. 4. Hidratos de carbono, proteínas y lípidos

Se determinan por las técnicas generales de análisis centesimal de alimentos.

1. 2. 5. Fibra insoluble en detergente neutro

Reactivos

Solución detergente neutra: Agregue a un litro de agua destilada 30 mg de SDS sódico; 18,61 g de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 6,81 g de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\cdot 10\text{H}_2\text{O}$ y 4,56 g de Na_2HPO_4 . Agítese hasta disolver y mantenga el pH entre 6,9 y 7,1.

Amilasa: 2g en 90mL agua y 10 mL de etilenglicol

Acetona

Na_2SO_3

Materiales y Equipo

Equipo de reflujo

Crisoles de filtración de vidrio. Use crisoles de tipo alto, con porosidad gruesa y placa de filtración de 40mm de diámetro con capacidad para 40 – 50 mL de líquido.

Nota

Cuando los crisoles se obstruyen después de un uso continuo se prepara una solución limpiadora de 20% KOH, 5% de Na_3PO_4 y 0.5% de EDTA de sodio que se hace pasar caliente en sentido opuesto a través del crisol. Se debe de evitar el uso continuo de la solución pues tiende a erosionar el vidrio.

Procedimiento

Pesar aproximadamente 1 g de muestra y colocar en un erlenmeyer con boca esmerilada apta para ensamble con un refrigerante para reflujo. Agregar 2 mL de amilasa e incubar con agitación a 55 °C durante 1 h, cubriendo la boca del erlenmeyer con film plástico.

Posteriormente adicionar 100 mL de detergente neutro. Calentar para que la solución hierva en 5 a 10 minutos. En el momento de iniciar la ebullición reducir la temperatura para evitar la formación de espuma (puede agregarse gotas de agente antiespumante). Ajustar la temperatura para que la solución hierva suavemente, conectar el refrigerante, por que se hace circular agua fría, y mantener en reflujo por 60 minutos a partir del instante en que empieza a hervir.

Agitar el erlenmeyer para suspender y decantar la muestra en un crisol previamente tarado y preparado para succión al vacío. Pasar toda la muestra al crisol utilizando un mínimo de agua caliente (80°C) para el lavado del erlenmeyer. Desconectar el vacío, aflojar con cuidado la capa de muestra en el fondo del crisol, sin removerla, y lavar con varias porciones de agua caliente. Finalmente, lavar dos veces con acetona sin remover la muestra del filtro y secar con vacío. Colocar los crisoles a 105°C durante 12 h, enfriar en desecador y pesar. Expresar en g/100 g de muestra seca (adaptado de Van Soest, P.J. and R.H. Wine, 1967, J. Assoc. Official Anal. Chem., 50:50).

1. 2. 6. Valoración de Bromatos

10 g de harina, 0,5 g de Filter-Cel (o Celite) y 200 mL de agua se agitan en un matraz cónico con tapa de 500 mL durante 2', evitando exceso de espuma. Después de 15' se agregan 25 mL de $ZnSO_4$ 0,18 N y 25 mL de NaOH 0,18 N. Se mezcla y se deja reposar 15' hasta que sobrenade un líquido límpido. A 50 mL, de filtrado (equivalente a 2 g de harina), se agregan 10 mL de H_2SO_4 al 10%, 3 mL de una solución que contiene 30% de KI y 0,4 mL de NaOH 2N, y luego, 1 mL de solución de almidón. El yodo, liberado por el bromato, se titula con tiosulfato N/100 desde una microbureta. Cada mL tiosulfato N/100 corresponde a 0,278 mg $KBrO_3$.

1. 2. 7. Determinación de Fe (harinas enriquecidas)

Método cualitativo (método de tinción o mancha)

Reactivos

Solución de KSCN: Disolver 10 g de la sal en 100 mL de agua. Mezclar con igual volumen de HCl 2 N antes de su uso.

H_2O_2 al 3%

Procedimiento

Colocar una pequeña cantidad de harina en la base de una cápsula de Petri y aplastar hasta lograr un espesor que no supere los 0,5 cm. Mediante un gotero o pipeta Pasteur, verter sobre la harina gotas de la solución de KSCN hasta humedecer un área de aproximadamente 3 cm de diámetro. Dejar 10 min. La presencia de compuestos ferrosos quedará evidenciada por la aparición de color rojo. Dejar otros 10 min para identificar la presencia individual de partículas mediante la aparición de manchas rojas puntuales, lo que nos da idea de la homogeneidad lograda, luego del enriquecimiento.

Si el enriquecimiento se realizó por agregado de sales ferrosas, primero se debe oxidar el Fe para poder visualizarlo mediante esta técnica. Para ello, en otra porción de la muestra, inmediatamente luego de verter la solución de KSCN tal como se describió anteriormente, se agrega sobre el área humedecida, 1 mL de la solución de H_2O_2 . Observar como en el ensayo previo.

Método cuantitativo

Se basa en la formación de un compuesto coloreado entre el Fe y la o-fenantrolina, que luego se cuantifica fotométricamente.

Reactivos

Solución de o-fenantrolina: Disolver 0,1 g del reactivo en aproximadamente 80 mL de agua a 80 °C, enfriar y enrasar a 100 mL. Guardar en frasco color caramelo en heladera (estable varias semanas)

Solución patrón de hierro (10 μg Fe/mL): a) Disolver 0,1g de Fe grado analítico en 20 mL de HCl concentrado y 50 mL de agua. Enrasar a 1 L. Diluir 100 mL de esta solución a 1 L o b) Disolver 3,512 g de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ en agua y agregar 2 gotas de HCl. Enrasar a 500 mL. Diluir 10 mL de esta Solución a 1 L.

Solución de hidrocloreuro de hidroxilamina: Disolver 10 g de $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ en agua y diluir a 100 mL. Guardar en frasco color caramelo en heladera (estable varias semanas)

Solución reguladora de acetato: Disolver en agua, 8,3 g de acetato de sodio anhidro (previamente secado en estufa a 100 °C). Adicionar 12 mL de ácido acético y diluir a 100 mL. Puede ser necesaria la destilación del ácido acético y la purificación del acetato de sodio por recristalización en agua, dependiendo de la cantidad de Fe presente.

Solución de nitrato de magnesio: Pesar 50 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua y diluir a 100 mL.

Soluciones estándares de trabajo: Pipetear alícuotas de la solución patrón de 10 μg Fe/mL en sendos matraces aforados de 100 mL, según la tabla que se muestra a continuación. Agregar a cada uno, 2 mL de HCl concentrado y enrasar.

| Matraz | Vol. sol. patrón Fe 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (mL) | ppm Fe |
|--------|---|--------|
| B | 0 | 0 |
| 1 | 2 | 0,2 |
| 2 | 5 | 0,5 |
| 3 | 10 | 1,0 |
| 4 | 15 | 1,5 |
| 5 | 20 | 2,0 |
| 6 | 25 | 2,5 |
| 7 | 30 | 3,0 |
| 8 | 35 | 3,5 |
| 9 | 40 | 4,0 |
| 10 | 45 | 4,5 |

Procedimiento

1) Pesar en balanza analítica de 2 a 10 g de muestra (de acuerdo a la concentración de Fe esperada) en un crisol.

2) Obtener cenizas a 550 °C (ver nota abajo)

3) Enfriar. Adicionar 5 mL de HCl concentrado y evaporar a sequedad en baño de agua.

4) Disolver el residuo en 2,0 mL de HCl concentrado, cubrir con un vidrio de reloj y calentar 5 min en baño de agua.

5) Enjuagar la parte convexa del vidrio de reloj con agua, trasvasar cuantitativamente a matraz aforado de 100 mL, enrasar y mezclar.

6) Pipetear una alícuota de 10,0 mL en un matraz aforado de 25 mL y agregar 1 mL de solución de hidroxilamina. Mezclar.

7) Luego de 5 min, adicionar 5 mL de solución reguladora y 1 mL de solución de o-fenantrolina. Enrasar y mezclar.

8) Dejar en reposo durante 30 min y medir la absorbancia a 510 nm frente al blanco (B) que contiene todos los reactivos, excepto la solución de Fe patrón.

La curva patrón se obtendrá utilizando 10 mL de cada una de las soluciones estándares de trabajo y comenzando el procedimiento en el paso 6.

Nota

Para disminuir el tiempo para obtener cenizas blancas o para muestras en las que resulta difícil eliminar el carbón luego de la incineración, pueden humedecerse las cenizas con: a) 0,5-1 mL de solución de nitrato de magnesio o b) HNO₃ redistilado. Secar en mechero y volver a la mufla.

1. 3. ENSAYOS DE APTITUD PANADERA

Para evaluar la aptitud panadera de una harina pueden determinarse los siguientes parámetros orientativos:

1. 3. 1. Determinación de gluten

33,33 g de harina se colocan en un recipiente adecuado y se agregan, poco a poco y agitando, 17 mL de solución de NaCl al 2%. Se amasa con ayuda de una espátula y después con la mano, hasta que la masa no se adhiera al recipiente ni a las manos. Después de dejarla reposar 1 hora, se envuelve en una malla plástica o en varias capas de muselina y se lava bajo el chorro de la canilla, presionando con la punta de los dedos hasta que el líquido salga bien claro, lo que demuestra que ya ha arrastrado todo el almidón. Luego se exprime el exceso de agua, y el gluten resultante es una masa elástica (gomosa), de color crema a gris que se adhiere a la mano seca. Se pesa, obteniéndose el gluten húmedo. Luego se, seca durante 2 h a 100°C, haciéndole unas rasgaduras en su superficie con una espátula y se pesa para obtener el valor de gluten seco que resulta quebradizo y de color amarillo a pardo oscuro. La diferencia entre ambas masas es el poder de hidratación del gluten. Una harina es tanto más valiosa, cuanto más unido y elástico es el gluten y cuanto mayor es su poder de hidratación, pues éste disminuye a medida que aumenta el grado de extracción. El gluten húmedo varía de 15 a 45% y el seco entre 5 y 15%, pues 2/3 corresponden al agua absorbida.

1. 3. 2. Índice de Berlinier

Se basa en medir el hinchamiento del gluten en ácido láctico diluido, lo que depende de sus propiedades: 1 g de gluten húmedo se divide en 30 partículas más o menos iguales y se colocan en un matraz de 100 mL cuyo cuello está dividido de arriba abajo en mL. Se agrega ácido láctico al 1,8 por mil hasta enrasar los 100 mL y se deja durante 2 1/2 horas a 27°C en estufa, agitando de vez en cuando. Luego, colocando un tapón, se invierte el matraz y se lee el volumen del sedimento del gluten hinchado. Normalmente el gluten debe formar un sedimento abundante, sobrenadando un líquido más o menos claro, mientras que en glútenes deficientes el sedimento es escaso y el líquido muy turbio.

1. 3. 3. Poder diastásico o índice de maltosa

Se lleva a cabo una maceración de 20 g de harina en 100 mL de agua durante 1 hora a 27°C, agitando frecuentemente. Para detener la acción enzimática, se agregan en seguida 3 mL de solución acuosa de tungstato de sodio al 15% y 3 mL de ácido sulfúrico al 15%, se agita, se completan 200 mL y se filtra. En 25 mL de filtrado se valoran los glúcidos con solución de Fehling según Munson y Walker o Bertrand. Para una buena panificación debe haber un mínimo de 1,1% de maltosa.

1. 3. 4. Alveógrafo de Chopin

Se basa en la dilatación esférica de una membrana de masa de pan. Una vez elaborada una masa con la harina a ensayar, se transforma en una lámina de espesor uniforme y se deja reposar 20' a 25°C. Luego, un dispositivo especial la reduce a un disco delgado, retenido por sus bordes, por debajo del cual se insufla aire. Este dilata el disco de masa en forma de un globo; hasta su ruptura: todos estos movimientos de la masa se inscriben en un aparato registrador que da el alveograma; que expresa a la vez la tenacidad de la masa, la extensibilidad y la fuerza panadera.

1. 3. 5. Cifra de Pelshenke

Mide las cualidades mecánicas de la masa. Amasar 5 g de harina con 2,5 mL de agua y 0,25 g de levadura, en forma de una bola, la cual se coloca en 175 mL de agua a 32 °C. La bola, que al comienzo se va al fondo del vaso, pronto emerge a la superficie, donde permanece un tiempo variable, hasta que se desintegra. Se llama *cifra de Pelshenke o tiempo de fermentación* a los minutos transcurridos desde que se introduce la masa en el vaso hasta la ruptura y varía de 25' a 5 horas, según la fuerza panadera del trigo. Dividiendo el tiempo de fermentación por el porcentaje de proteína se obtiene una constante específica para cada variedad de trigo.

1. 3. 6. Farinógrafo y Fermentógrafo de Brabender

Evalúan, respectivamente, la estructura de la masa y el empuje. Con el primer equipo se pueden conocer, la capacidad de la masa para absorber más o menos agua (absorción), la resistencia de la masa a los esfuerzos mecánicos (amasado y fermentación) y la propiedad de dar panes más o menos voluminosos (elasticidad). Con este objeto, 300 g de harina se colocan en una pequeña amasadora, accionada por un dinamómetro y mantenida a temperatura constante por un termostato. Se agrega desde una bureta cierta cantidad de agua y se somete a un amasado enérgico, de manera que las resistencias de la masa a este amasado son transmitidas al dinamómetro, cuyas oscilaciones se comunican por un sistema de palancas a la aguja, conectada a su vez con un cilindro que registra una curva, el farinograma.

Por otro lado, el empuje se refiere a las variaciones en la producción del CO₂ durante la fermentación y se mide en el fermentógrafo. 400 g de la masa, elaborada en el farinógrafo, se colocan en un globo de goma, con cierre hermético. Este globo se coloca en un soporte y se sumerge en agua de temperatura constante. El conjunto queda suspendido desde una balanza, comunicada con un mecanismo registrador. La levadura produce CO₂ y según el principio de Arquímedes, cada mL de gas desalojará otro de agua, aligerando con esto el peso del globo, el cual se hincha y asciende. A medida que aumenta la producción de CO₂, el globo asciende, dando lugar a una curva, el fermentograma.

2. ANÁLISIS DE PAN

2. 1. ANÁLISIS SENSORIAL

Describir aspecto de la corteza (rugosidad, brillo, color, uniformidad, etc.). La miga debe estar bien adherida a la corteza y debe ser elástica, esponjosa, homogénea y bien cocida, sin zonas no porosas, grietas o cavidades; no debe ser húmeda, ni pegajosa y debe resistir al corte en rebanadas sin desmenuzarse.

2. 2. ANÁLISIS QUÍMICOS

2. 2. 1. Humedad

Se cortan rebanadas finas, se pesan y se secan en estufa a 105 °C hasta peso constante.

2. 2. 2. Cenizas menos cloruro de sodio

Debido a la necesidad de agregar sal a la masa del pan, deben determinarse las cenizas totales por calcinación a no más de 600 °C, ya que a temperaturas mayores, el NaCl sublima y se desprende HCl por reacción entre el NaCl y los fosfatos ácidos de las cenizas. Una vez obtenida la constancia de peso en las cenizas totales, éstas se tratan con agua caliente y los cloruros se valoran con nitrato de plata 0,1 N, en presencia de cromato de potasio al 5% como indicador. Cada mL de nitrato de plata 0,1 N equivale a 0,00585 g de NaCl.

2. 2. 3. Acidez

Se humedecen 5 a 10 g de miga con 5 mL de acetona para facilitar su homogenización en un mortero con 100 mL de agua caliente. Se traslada a un vaso, donde se titula, después del enfriamiento, con NaOH 0,1 M con fenolftaleína como indicador.

Cuestionario

1) ¿Qué tipo de información brinda el análisis de cenizas en harinas? ¿Por qué se utiliza una temperatura de 900 °C en este caso?

2) ¿Cómo se definen fibra alimentaria total, fibra bruta, fibra detergente neutra y fibra detergente ácida? Busque en la bibliografía valores orientativos de estos componentes para los alimentos analizados y compare con los resultados obtenidos en el práctico para fibra detergente neutra.

3) Escriba las reacciones correspondientes a la técnicas cualitativa y cuantitativa de determinación de Fe en harinas enriquecidas.

4) ¿Están los valores encontrados de Fe dentro de los parámetros establecidos?

5) ¿Qué técnicas se emplean para determinar los niveles de los otros micronutrientes que deben adicionarse a las harinas por ley?

Informe

Presente los resultados obtenidos para los parámetros determinados para cada una de las muestras analizadas y compárelas, cuando corresponda, con los valores establecidos por el CAA en cada caso. Compare con la información del rotulado nutricional. Complete el cuestionario. Conclusiones finales.



Objetivo

Analizar parámetros sensoriales y fisicoquímicos de mieles relacionados con su grado de madurez, frescura e higiene.

Muestras

Podrán analizarse muestras de mieles envasadas en recipientes comerciales como así también extraídas directamente de la colmena o de recipientes de almacenamiento, tales como tambores. En cualquier caso, puede utilizarse un taladro (varilla metálica de forma triangular) para mieles sólidas o frascos o pipetas sacamuestras (de vidrio o metal) para mieles líquidas. En el caso de tambores, pueden extraerse varias porciones a diferentes alturas que se homogeneizan con el fin de obtener una muestra representativa. Las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible, y en caso de ser necesario el almacenamiento se hará a T constante, entre 20 y 25 °C.

1. DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA Y ANÁLISIS SENSORIAL

1. 1. Apariencia

Se perciben limpieza (presencia de partículas extrañas, cera, insectos, restos de abejas, podrá utilizarse una lupa o microscopio para detectar impurezas no perceptibles a ojo desnudo), claridad, fluidez, homogeneidad y consistencia (líquida, cristalizada -indicar tamaño de los cristales-, solidez de la estructura cristalina y uniformidad de la distribución de los cristales). Presencia de espuma o burbujas puede indicar fermentación.

1. 2. Sabor y olor

El olor se percibe mejor minutos después de abrir el recipiente. La percepción de estas características se facilita diluyendo la miel en agua.

1. 3. Color

Si no se cuenta con la escala de Pfund, podrá utilizarse un método como el de Bianchi que correlaciona los colores de dicha escala con medidas fotocolorimétricas.

Procedimiento

Pesar 5,00 g de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL y agregar 3 mL de agua. Agitar con varilla de vidrio hasta disolución completa. En el caso de presentarse impurezas en suspensión, filtrar por papel. Enrasar a 10 mL. Llenar la cubeta del fotocolorímetro y esperar 15 min antes efectuar la lectura a 635 nm frente a agua.

| COLOR | Valor en la escala Pfund (mm) | A ₆₃₅ |
|-------------------|-------------------------------|------------------|
| Blanco agua | 0 - 8 | 0,000 - 0,125 |
| Extra blanco | 8 - 16,5 | 0,125 - 0,148 |
| Blanco | 16,5 - 34 | 0,148 - 0,195 |
| Ámbar extra claro | 34 - 50 | 0,195 - 0,238 |
| Ámbar claro | 50 - 85 | 0,238 - 0,333 |
| Ámbar | 85 - 114 | 0,333 - 0,411 |
| Oscuro | 114 o mayor | 0,411 o mayor |

Para conocer el valor preciso en la escala Pfund, utilizamos la siguiente fórmula:

$$\text{Valor en escala Pfund (mm)} = A_x \cdot \text{Pfund}_{\text{máx}}/A_{\text{mín}}$$

Donde

A_x: A₆₃₅ leída de la muestra

Pfund_{máx}: valor máximo del rango de la escala Pfund correspondiente

A_{mín}: valor mínimo de absorbancia del rango correspondiente

2. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO

2. 1. Cenizas

Pesar entre 5 y 10 g de miel en una cápsula previamente incinerada y tarada. Colocar en estufa a 100 °C y aumentar la temperatura de la misma hasta conseguir que la muestra se seque y ennegrezca. Llevar a mufla a 600 °C *overnight*. Enfriar y pesar.

2. 2. Humedad

Método indirecto

Se mide el índice de refracción mediante un refractómetro Abbe termostatzado a 20 °C y calibrado con agua destilada (n=1,3330). La miel debe estar licuada completamente, caso contrario se la licúa colocándola en un recipiente hermético que se calienta en Baño de María a menos de 60 °C. Se coloca una gota de la muestra enfriada a T ambiente entre los prismas del refractómetro y se deja que el sistema llegue a 20 °C antes de la lectura. La correlación entre índice de refracción y contenido de humedad se encuentra en tablas (AOAC 940.39, 1990, ver al final de la práctica).

2. 3. Acidez

Reactivos

Sol. NaOH 0,1N libre de carbonatos.

Solución etanólica de fenolftaleína al 1% (m/v).

Agua destilada libre de CO₂ (i.e. hervida y enfriada)

Procedimiento

Pesar 10 g de la muestra de miel y disolverla en 75 mL de agua destilada. Trasvasar cuantitativamente a un erlenmeyer de 250 mL, agregar 3 gotas de fenolftaleína y titular con la solución valorada de NaOH, agitando constantemente. El punto final se revela mediante un color rosado tenue que persiste durante 10 seg. Si la miel es muy oscura, puede tomarse una masa menor. Otra alternativa es detectar el punto final potenciométricamente, mediante un pHmetro, a pH 8,3. Expresar los resultados en meq ácido/Kg miel.

2.4. Azúcares

Método de la reducción del cobre de Munson y Walker

Este método se basa en la reducción que ejercen los grupos carbonilos libres de los azúcares sobre un compuesto cúprico en medio alcalino. El Cu II se reduce y precipita en este medio como Cu_2O . Para obtener resultados reproducibles es necesaria una rigurosa estandarización en los volúmenes de reactivos, velocidad de reacción y condiciones de secado del precipitado.

Reactivos

Crema de alúmina: Se obtiene preparando una disolución acuosa saturada en frío de alumbre de potasio $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}]$. Añadir con agitación constante NH_4OH hasta que se logre reacción alcalina al tornasol. Esperar que el sedimento precipite y lavar por decantación con agua hasta que el agua del lavado dé una reacción sólo ligeramente positiva a sulfatos al agregar gotas de solución de BaCl_2 . Verter el exceso de agua y guardar la crema en frasco tapado.

Solución CuSO_4 7 %

Solución alcalina de tartrato de sodio y potasio (sal de Rochelle): 346 g $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ y 100 g NaOH por cada 1000 mL de agua.

Procedimiento

Preparación de la muestra: Pesar 10 g de miel en un vaso de precipitado de 50 mL. Disolver con 20 mL de agua y trasvasar a un matraz de 200 mL, lavando con tres porciones de 20 mL de agua cada una. Agregar 2 cucharaditas de crema de alúmina y llevar a volumen con agua destilada. Filtrar desechando los primeros 30 mL de filtrado (solución A). Tomar 50,0 mL de la solución A y llevar a 250,0 mL (solución B). Pipetear 25,0 mL de la solución A en un erlenmeyer de 125 mL y agregar 25 mL de agua destilada y 5 mL de HCl ($\delta = 1,10 \text{ g/mL}$). Calentar en baño de agua 60°C durante 15 min., neutralizar al tornasol con NaOH 10 %, agregándolo gota a gota; enfriar y llevar a volumen en matraz aforado de 250,0 mL (solución C).

Determinación de azúcares reductores: Transferir 25,0 mL de solución de CuSO_4 y 25,0 mL de tartrato alcalino a un vaso de precipitados de 400 mL. Añadir 25 mL de agua destilada y, justo antes de iniciar el calentamiento, 25,0 mL de la solución B.

Determinación de azúcares reductores en la solución hidrolizada: Transferir 25,0 mL de solución de CuSO_4 y 25,0 mL de tartrato alcalino a un vaso de precipitados de 400 mL. Justo antes de iniciar el calentamiento, añadir 50,0 mL de la solución de azúcares hidrolizada (solución C).

Para ambos casos proseguir la determinación como se detalla a continuación: cubrir el vaso de precipitados con vidrio de reloj y colocar una varilla con goma en el extremo sin sumergir. Calentar con mechero regulando de manera que la solución entre en ebullición en 4 min. exactamente. Hervir durante 2 min. Filtrar de inmediato la solución caliente bajo vacío, a través de un crisol Gooch de porcelana con capa de asbestos (previamente secado en estufa a 100 °C durante 30 min., enfriado en desecador y tarado) conectado a un kitasato mediante un adaptador de goma. Pasar y arrastrar bien el precipitado que haya quedado en el vaso con ayuda del extremo de la varilla cubierto con goma y utilizando 100-150 mL de agua a 60° aproximadamente (realizar varios lavados con pequeños volúmenes de agua cada vez). Cuidar que el crisol mantenga siempre una pequeña cantidad de agua durante la filtración. Lavar luego con 10 mL de etanol y finalmente con 10 mL de éter etílico. Pasar un algodón impregnado con alcohol alrededor del crisol para eliminar restos de goma que pudieran haber quedado. Secar durante exactamente 30 min. en estufa a 100 °C, enfriar en desecador y pesar.

Para el cálculo de resultados, descontar la masa de Cu₂O correspondiente al blanco de reactivos y calcular el peso de azúcar correspondiente a la cantidad de Cu₂O obtenida mediante la tabla correspondiente (AOAC 940.39). Para el cálculo de azúcares reductores utilizar la columna de la tabla que corresponde al azúcar mayoritariamente presente en la solución (en este caso azúcar invertido). Realizar los cálculos correspondientes e informar % de azúcares reductores (como azúcar invertido) y % de sacarosa aparente. Esta determinación debe realizarse por duplicado. Para informar considerar ambos duplicados y evaluar la reproducibilidad (el error relativo debe ser menor del 3%)

2. 5. Determinación de glucosa

Método de la glucosa oxidasa-peroxidasa

Es un método enzimático colorimétrico basado en la oxidación de la glucosa a ácido glucónico, por acción de la enzima glucosa oxidasa (E.C.1.1.3.4), con formación de H₂O₂, que en presencia de la enzima peroxidasa, fenol y 4-aminofenazona, produce una quinonaimina coloreada en concentración proporcional a la glucosa presente en la muestra.

Reactivos

Solución patrón de glucosa al 0,1 % (recientemente preparada)

Reactivo enzimático: Contiene: fenol (7,5 mM), 4-aminofenazona (2,5 mM), Glucosa oxidasa (0,5 IU/mL) y Peroxidasa de rabanito (20 IU/mL) en una solución reguladora fosfato 0,1 M, pH 7,5. Conservar en heladera (estable por 3 meses).

Procedimiento

Pesar una cantidad de muestra tal que contenga entre 100 y 200 mg de glucosa en un vaso de precipitados de 50 mL. Agregar algunos mililitros de agua destilada y disolver. Transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 100 mL. Completar volumen con agua, procurando enjuagar el vaso al menos 3 veces con volúmenes convenientes de agua. En el caso que la solución no resulte límpida, filtrar por papel y descartar los primeros 10 mL.

En sendos tubos de ensayos, colocar mediante una pipeta automática, 50 μ L de la dilución de la muestra, de agua (blanco) y de una solución de glucosa al 0,1 % (control), respectivamente. Agregar a cada tubo 5 mL del reactivo enzimático e incubarlos durante 10 min. en un baño de agua a 37 °C. Medir luego la absorbancia a 505 nm de los tubos correspondientes a la muestra y al control frente al blanco. Calcule el % de glucosa en la muestra.

2. 6. Actividad de glucoxidasa y diastasa

Reactivos

Solución de KI p.a. 3% (prepararla en frío)

Solución de almidón soluble 0,1%: suspender 0,05 g de almidón soluble en 25 mL de agua destilada. Calentar a ebullición 3 min. Por otro lado, agregar 1,25 mL de HCl concentrado a 20 mL de agua. Mezclar ambas soluciones y completar a 50,0 mL con agua.

Solución reguladora acético/acetato pH 5,3: Disolver 87 g de acetato de sodio trihidratado en 400 mL de agua destilada, añadir 10,5 mL de ácido acético glacial y completar a 500 mL con agua. Utilizando un pHmetro, ajustar el pH a 5,3 agregando pequeñas cantidades de la sal o el ácido, hasta alcanzar dicho valor.

Solución de almidón 0,05%: Disolver 0,05 g de almidón soluble en 10 mL de agua destilada fría. Trasvasar a un vaso de precipitados de 100 mL y agregar agua destilada caliente hasta unos 70 mL. Calentar a ebullición 3 min, enfriar, agregar 25 mL de la solución reguladora acético/acetato pH 5,3, y llevar a volumen en matraz aforado de 100 mL.

Solución madre de yodo: Disolver 20 g de KI, libre de yodato, en 30-40 mL de agua destilada en un matraz aforado de 1 L. Agregar 12,7 g de yodo p.a. resublimado sobre vidrio de reloj. Tapar y agitar hasta disolución completa. Dejar en reposo unos 20 min. y completar volumen con agua destilada. Conservar en lugar fresco y oscuro.

Solución de NaF 2%

Solución de trabajo de yodo 0,01 N: Se obtiene mezclando 1 parte de la solución madre de yodo y 9 partes de la solución de NaF. Conservar en lugar oscuro en heladera. Renovar cada 24 hs.

Solución reguladora fosfato 0,2 M, pH 6,5: Disolver 27,6 g de $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en 1 L de agua destilada (solución A). Aparte, disolver 28,39 g de Na_2HPO_4 o bien 53 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en 1 L de agua destilada (solución B). Mezclar 68,5 mL de la solución A con 31,5 mL de la solución B en un matraz aforado de 200 mL y completar a volumen con agua destilada.

Procedimiento

Preparación de la muestra: Pesar 1 g de la muestra, referido a peso seco (calculado refractométricamente). Agregar 1 mL de la solución reguladora fosfato pH 6,5 y 9 mL de agua destilada y disolver. Trasvasar a un tubo de ensayos e incubarlo en baño de agua a 37 °C durante 1 h.

$$\text{Unidades de diastasa (UD)} = F \times 2$$

Donde F es el factor de dilución del último tubo que permanece incoloro (el factor de dilución correspondiente al tubo n será igual 2^n).

2. 8. Hidroximetilfurfural (HMF)

2. 8. 1. Método cualitativo (Fiehe)

Reactivos

Éter etílico libre de peróxidos [para comprobar presencia de peróxidos, mezclar 5 mL de éter con 6 gotas de KI 1% y una gota de HCl 50%, coloración amarilla: (+); incoloro: (-)]

Resorcina al 1 % en HCl

HCl concentrado

Procedimiento

Pesar 2 g de la muestra en vaso de precipitados de 50 mL y agregar 7 mL de éter etílico bajo campana. Mezclar con varilla de vidrio durante 5 min. Transferir la solución etérea a un tubo de ensayos y adicionar 2 mL de solución de resorcina 1% recientemente preparada. Dejar en reposo en lugar oscuro durante 10 min. Mezclar por inversión del tubo, esperar que el color se estabilice y comparar frente a tabla de colores.

2. 8. 2. Método cuantitativo (Winkler)

Reactivos

Solución de ácido barbitúrico: pesar en un vaso de precipitados de 50 mL, 0,5 g de ácido barbitúrico y transferirlos a un matraz aforado de 100 mL con la ayuda de 70 mL de agua destilada. Colocar en baño de María hasta disolución total. Enfriar y enrasar.

Solución de p-toluidina: Pesar en un vaso de precipitados de 10 mL, 10 g de p-toluidina y disolverlos en unos 50 mL de i-propanol. Calentar en baño de agua. Trasvasar a un matraz aforado de 100 mL, lavar el vaso con i-propanol y añadir 10 mL de ácido acético glacial. Enfriar y completar a volumen con i-propanol. Conservar en lugar oscuro. Preparar 24 hs antes de su uso y descartar el sobrante.

Agua destilada libre de oxígeno: burbujear N_2 en agua destilada en ebullición. Enfriar.

Procedimiento

Preparación de la muestra: Pesar en un vaso de precipitados de 50 mL, 10 g de la muestra de miel y disolverla con 20 mL de agua destilada libre de oxígeno, a T ambiente. Llevar a matraz de 50 mL y enrasar. Utilizar inmediatamente.

Determinación: En sendos tubos, rotulados como P y T, respectivamente, colocar en forma ininterrumpida en el lapso de 2 min como máximo:

| | P | T |
|---------------------------------|--------|--------|
| Solución de miel | 2,0 mL | 2,0 mL |
| Solución de <i>p</i> -toluidina | 5,0 mL | 5,0 mL |
| Solución ác. barbitúrico | 1,0 mL | ---- |
| Agua destilada | ---- | 1,0 mL |
| _____ Agitar _____ | | |

A los 4 min de haber agregado el ácido barbitúrico, leer A_{550} frente a agua.

$$\text{ppm HMF} = A_{550} \times 192 \text{ (para una celda de 1 cm de camino óptico)}$$

2. 9. Presencia de glucosa comercial

Reactivos

Alcohol etílico absoluto

HCl concentrado

Ácido tricloroacético

Procedimiento

Disolver 1 g de la muestra de miel en 5 mL de agua destilada en un vaso de precipitados de 50 mL. Verter 1 mL de esta solución en un tubo de ensayos y adicionar 2 gotas de HCl concentrado y 5 mL de alcohol etílico absoluto. Tapar, agitar y observar el medio alcohólico.

Mezcla límpida u opalescencia muy débil: negativo
 Turbidez franca, límpido opaco: positivo
 Enturbiamiento lechoso, precipitación: francamente positivo
 Opalescencia débil: dudoso

En este último caso, diluir un volumen de la muestra con igual volumen de ácido tricloroacético al 10%. Filtrar y repetir la experiencia. En caso negativo, la mezcla deberá mantenerse límpida, caso contrario es presumible la presencia de dextrinas de almidón.

2. 10. Presencia de melaza

Tomar 1 mL de la solución de muestra preparada en el ensayo de presencia de glucosa comercial y adicionarle 5 mL de metanol. La formación de filamentos blancos indica presencia de melaza.

Cuestionario

- 1) ¿Qué otros métodos para medir humedad aplicables en miel puede citar?
- 2) Demuestre la validez de la siguiente expresión para calcular la acidez: $\text{meq ácido/Kg} = 10 \cdot v$, donde v es el volumen de NaOH 0,1 N consumidos en la titulación.
- 3) ¿Qué objetivo persigue el agregado de crema de alúmina en la determinación de azúcares reductores?
- 4) ¿Qué tipo de información nos brinda el contenido de cenizas en una miel?
- 5) Fundamente químicamente el ensayo de Winkler y deduzca la expresión para calcular ppm de HMF.
- 6) Escriba las ecuaciones correspondientes al método enzimático de determinación de glucosa.

Informe

Presente los resultados obtenidos para los parámetros determinados para cada una de las muestras analizadas y compárelas, cuando corresponda, con los valores establecidos por el CAA en cada caso. Complete el cuestionario. Conclusiones finales.

| IR (20 °C) | Humedad (%) | IR (20 °C) | Humedad (%) | IR (20 °C) | Humedad (%) |
|------------|-------------|------------|-------------|------------|-------------|
| 1,5044 | 13,0 | 1,4935 | 17,2 | 1,4830 | 21,4 |
| 1,5038 | 13,2 | 1,4930 | 17,4 | 1,4825 | 21,6 |
| 1,5033 | 13,4 | 1,4925 | 17,6 | 1,4820 | 21,8 |
| 1,5028 | 13,6 | 1,4920 | 17,8 | 1,4815 | 22,0 |
| 1,5023 | 13,8 | 1,4915 | 18,0 | 1,4810 | 22,2 |
| 1,5018 | 14,0 | 1,4910 | 18,2 | 1,4835 | 22,04 |
| 1,5012 | 14,2 | 1,4905 | 18,4 | 1,4800 | 22,6 |
| 1,5007 | 14,4 | 1,4900 | 18,6 | 1,4795 | 22,8 |
| 1,5002 | 14,6 | 1,4895 | 18,8 | 1,4790 | 23,0 |
| 1,4997 | 14,8 | 1,4890 | 19,0 | 1,4785 | 23,2 |
| 1,4992 | 15,0 | 1,4885 | 19,2 | 1,4788 | 23,4 |
| 1,4987 | 15,2 | 1,4880 | 19,4 | 1,4775 | 23,6 |
| 1,4982 | 15,4 | 1,4875 | 19,6 | 1,447 | 23,8 |
| 1,4976 | 15,6 | 1,4870 | 19,8 | 1,4765 | 24,0 |
| 1,4971 | 15,8 | 1,4865 | 20,0 | 1,4760 | 24,2 |
| 1,4966 | 16,0 | 1,4860 | 20,2 | 1,4755 | 24,4 |
| 1,4961 | 16,2 | 1,4855 | 20,4 | 1,4750 | 24,6 |
| 1,4956 | 16,4 | 1,4850 | 20,6 | 1,4745 | 24,8 |
| 1,4951 | 16,6 | 1,4845 | 20,8 | 1,4740 | 25,0 |
| 1,4946 | 16,8 | 1,4840 | 21,0 | | |
| 1,4940 | 17,0 | 1,4835 | 21,2 | | |

Tabla de correlación entre índice de refracción y contenido de humedad (AOAC 940.39, 1990).

TRABAJO PRÁCTICO N° 7
ANÁLISIS DE GRASAS Y ACEITES



Objetivo

Analizar parámetros sensoriales y fisicoquímicos seleccionados de materias grasas relacionados con su identidad, estado de frescura y pureza.

Muestras y tratamiento

Se analizarán aceites comestibles, grasas animales y margarinas. Se deben eliminar las impurezas groseras y el agua que pueda contener; por lo tanto, si la muestra no está completamente límpida se la deja en reposo durante un tiempo en estufa a 50°C hasta que se clarifique si es líquida, y para que funda completamente si es sólida; recién entonces se filtra por papel, a 50 °C una o más veces, evitando dejar caer el agua que pudiera existir debajo de la fase grasa. Las muestras deben mantenerse en lugar fresco y al abrigo de la luz y el aire.

1. ANÁLISIS SENSORIAL

1. 1. Aspecto

En aceites se observa presencia de turbidez.

1. 2. Color

Pueden usarse métodos fotocolorimétricos o escalas específicas de acuerdo a la muestra a analizar.

1. 3. Olor

Se frota entre las manos una gota de la muestra y se huele.

1. 4. Sabor

Característico, levemente ácido, etc.

2. ANÁLISIS FISICOQUÍMICO

2. 1. Peso específico

2. 1. 1. Método picnométrico

Limpiar cuidadosamente con solución sulfocrómica un picnómetro de 50 mL de capacidad (se puede reemplazar por un matraz). Utilizando agua destilada recientemente hervida y enfriada a 20 °C aproximadamente, enjuagar el picnómetro y llenarlo con la misma, dejándolo en un baño de temperatura constante a 15°C durante 30 min. Enrasar y tapar. Retirar del baño, secar minuciosamente con un género o toalla limpios y pesar. Vaciar el picnómetro, enjuagarlo varias veces con alcohol y luego con éter, dejar secar completamente y pesar.

Determinar por diferencia el peso del agua contenida en el picnómetro a 15 °C. Posteriormente llenar el picnómetro limpio y seco con la muestra previamente enfriada a 15°C, dejarlo 30 min en un baño a temperatura constante a 15°C, enrasar y tapar. Sacar del baño, secar y pesar. Restar el peso del picnómetro vacío y dividir la diferencia por el peso del agua destilada determinado anteriormente. Expresar el cociente como peso específico aparente a 15/15°C. En el caso de grasas animales suele usarse este método a 40 °C.

2. 1. 2. Con balanza de Mohr

Se determina a 15 °C. En caso de no ser posible la determinación a esta temperatura, se efectúa una corrección teniendo en cuenta el coeficiente de dilatación. El valor medio de corrección es de 0,00064 por grado de temperatura que debe sumarse cuando ésta es superior a 15°C y restarse cuando es inferior a 15°C.

2. 2. Índice de refracción

Se utiliza un refractómetro termostatzado, como el de Abbe calibrado con agua destilada ($n = 1,3330$). En aceites se determina a 25 °C y en grasas a 40 °C. Caso contrario, debe efectuarse una corrección por temperatura:

$$n = n' + K (25 - T)$$

Donde:

n: índice de refracción a temperatura T

n': índice de refracción a 25 °C

K=0,00038

2. 3. Titer test (método del NaOH)

Saponificar 75 g de muestra en un vaso de precipitado de 500 mL con 60 mL de NaOH al 30 % y 120 mL de agua destilada. Disolver el jabón en 1 litro de agua dest. Hirviendo, agregar 10 mL de H₂SO₄ al 25 % y hervir hasta que los ácidos grasos separados estén claros y transparentes. Sacar del fuego y quitar el agua por medio de un sifón. Pasar los ácidos grasos a una ampolla de decantación y lavar 4 a 5 veces con agua caliente. Filtrar en caliente los ácidos grasos en un vaso de 100 mL tratando que no pase agua. Secar los ácidos grasos poniéndolos a 130 °C medio minuto. Enfriar a 20 °C por encima del *titer* esperado y pasarlos a un tubo *titer*. Suspender el termómetro estándar de modo de poder usarlo como agitador y agitar la masa lentamente hasta que el mercurio permanezca estacionario 30 seg. Dejar entonces el termómetro quieto en el centro de la masa y observar el ascenso de la columna de mercurio. El punto más alto al que asciende es el *titer* de los ácidos grasos.

2. 4. Investigación de mucílagos (método de la cámara de aceite)

En un tubo de ensayo de 18 mm de diámetro x 18 cm de largo se colocan 5 mL de aceite y 15 mL de acetona a una temperatura entre 15 y 20°C. Los aceites degomados, o sea tipo III (semi-refinados) y por supuesto los de tipo IV (refinados), deben dar una dispersión límpida. Una turbidez debida a la insolubilidad de los mucílagos en la acetona fría indicaría que el aceite no es tipo III ni IV.

2. 5. Índice de yodo

El índice de yodo corresponde a la masa de yodo, expresada en gramos, que se consume por gramo de grasa o aceite. Constituye una medida del grado de insaturación. Debe especificarse el método utilizado para la determinación.

Método de Hanus

Reactivo

Medir 825 mL de ácido acético (99,5%) y disolver en ellos 13,615 g de yodo, calentando. Enfriar y titular 25 mL de esta solución con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N. Medir otros 200 mL de ácido acético y añadir 3 mL de bromo. Tomar 5 mL de esta solución, añadir 10 mL de KI al 15 %, y titular con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N. Calcular la cantidad de la solución de bromo que se necesita para duplicar el contenido en halógenos de los restantes 800 mL de la solución de yodo. Si es necesario, diluir la mezcla de las soluciones de bromo y yodo con ácido acético a la concentración adecuada. Guardar en lugar fresco y oscuro.

Procedimiento

Pesar en forma exacta aproximadamente 0,5 g de grasa o aceite filtrados (0,2500 o 0,1000 g si se sabe que la muestra es rica en dobles enlaces) en un frasco con tapón de vidrio de 500 mL, y disolverlos en 10 mL de Cl_3CH . Medir con pipeta (NO PIPETEAR CON LA BOCA) 25 mL del reactivo de Hanus y añadirlos al matraz, dejando vaciar la pipeta durante un determinado período de tiempo. Dejar en reposo exactamente 30 min en la oscuridad, con agitación ocasional. El frasco con la muestra y el frasco de reactivo deben taparse inmediatamente para que la concentración de bromuro de yodo no varíe sensiblemente. El exceso de reactivo añadido no debe ser inferior al 60 %. Transcurridos los 30 min agregar 10 mL de una solución de KI al 15 % y 100 mL de agua destilada recientemente hervida y enfriada, arrastrando con ella cualquier resto de yodo del tapón o cuello del frasco. Titular el yodo con una solución de $\text{S}_2\text{O}_3\text{Na}_2$ 0,1 N, con agitación constante, hasta que se atenúe el color amarillo de la solución. Añadir aproximadamente 1 mL de una solución al 1% de almidón soluble y continuar la titulación hasta que desaparezca el color azul casi completamente. Cerrar bien el frasco, agitar violentamente para que el yodo remanente en la fase inferior pase a la capa acuosa, y completar la titulación. Simultáneamente con la muestra problema realizar dos determinaciones en blanco, dejando caer el reactivo de Hanus de la pipeta exactamente durante el mismo tiempo que en la muestra problema. Los duplicados no deben diferir en más de dos unidades. La solución de almidón debe calentarse y dejar 1 min cuando rompe el hervor.

2. 6. Índice de saponificación

El índice de saponificación corresponde a los mg de KOH necesarios para saponificar 1 g de grasa o aceite.

Reactivo

Solución de KOH alcohólica: calentar a reflujo 1,2 l de etanol con 10 g de KOH y 6 g de gránulos u hojas de Al durante 30 min. Destilar y recoger 1 litro descartando los primeros 50 mL. Disolver 40 g de KOH en este litro de alcohol y dejar a una temperatura menor a 15°C mientras se disuelve el álcali. Debe usarse KOH pobre en carbonatos.

Procedimiento

Pesar en forma exacta aproximadamente 5 g de muestra filtrada en un erlenmeyer o balón de 250 - 300 mL. Medir con pipeta 50 mL de la solución de KOH y añadirlos al erlenmeyer, dejando que la pipeta se vacíe durante un tiempo determinado. Hacer simultáneamente un blanco, utilizando la misma pipeta y tardando el mismo tiempo en el agregado del reactivo. Conectar ambos erlenmeyers a refrigerantes y hervir suavemente hasta completar la saponificación (aproximadamente 30 min). El final se pone de manifiesto porque la solución de la muestra problema pierde toda su turbidez. Enfriar y titular con HCl 0,5 N, utilizando fenolftaleína como indicador.

2. 7. Acidez libre

Reactivos

Solución de etanol:éter etílico (1:2 v/v) neutralizada a la fenolftaleína con NaOH diluido.

NaOH 0,1 N, valorado.

Solución de fenolftaleína al 1 %.

Procedimiento

Pesar exactamente en un erlenmeyer aproximadamente 5 g de muestra y disolverlos con 60 mL de la mezcla de alcohol - éter. Agitar y titular con solución de NaOH 0,1 N valorada. Informar la acidez libre en mg de KOH por g de aceite y en g de ácido oleico por 100 g de aceite ($PM_{\text{ácido oleico}}: 282,4$)

2.8. Índice de éster

Corresponde a la masa de KOH, expresada en mg, necesaria para saponificar 1 g de grasa o aceite totalmente esterificado. Se puede calcular por diferencia entre los índices de saponificación y de acidez. Resulta útil para determinar el PM medio de los triglicéridos o de los ácidos grasos presentes.

2. 9. Índice de Bellier modificado (para aceites mezcla)

Reactivos

Solución de ácido acético: diluir un volumen de ácido acético glacial con dos volúmenes de agua destilada. Ajustar luego con la solución alcohólica de KOH, de modo que 11,5 mL de esta solución neutralicen exactamente a 5 mL de la solución alcalina.

Alcohol de 70°: a 100 mL de alcohol de 95° se le agregan 39,18 mL de agua destilada.

Solución alcohólica de KOH: disolver 85 g de KOH puro en 80 mL de agua destilada. Llevar a 1000 mL con alcohol de 90°.

Procedimiento

En un tubo semejante a los de ensayo pero de 100 mL de capacidad, se introduce con pipeta 1 mL de la muestra de aceite y luego 5 mL, exactamente medidos, de la solución alcohólica de KOH; se coloca un tapón provisto de un tubo pararrayos (para evitar la pérdida de alcohol), y se calienta a BM o en calentador eléctrico 5-10 min hasta saponificación completa. Se deja enfriar a 30 °C y se agregan 1,5 mL de la solución de ácido acético empírica, se añaden 3 gotas (no más) de ácido acético glacial y 50 mL de alcohol etílico de 70°, que deberá estar también a 30 °C. Se agita y se deja enfriar lentamente controlando con termómetro la temperatura a la que comienza el enturbiamiento. Dicha temperatura es el índice de Bellier modificado.

Este ensayo pone de manifiesto la presencia de aceite de maní. Con la ayuda de la siguiente tabla se puede obtener un dato aproximado de la cantidad de aceite de maní presente en la muestra.

| Aceite de oliva (%) | Aceite de maní (%) | Temperatura de enturbiamiento (°C) |
|---------------------|--------------------|------------------------------------|
| 100 | 0 | 11,5-14,5 |
| 95 | 5 | 15-17 |
| 90 | 10 | 19-20 |
| 80 | 20 | 25-26 |
| 70 | 30 | 29-30 |
| 60 | 40 | 31-32 |
| 50 | 50 | 33-34 |
| 40 | 60 | 35-36 |
| 30 | 70 | 36-37 |
| 20 | 80 | 38 |
| 10 | 90 | 39 |
| 0 | 100 | 40 |

2. 10. Índice de peróxidos

Corresponde a los miliequivalentes de peróxido por kg de muestra. Indica en qué extensión un aceite o grasa ha sufrido autooxidación.

Reactivos

Disolvente: cloroformo-acético (1:3) mezclar 1 volumen de cloroformo y 3 de ácido acético p.a.

Solución saturada recientemente preparada de KI: controlarla añadiendo 2 gotas de una solución al 1 % de almidón soluble. Descartar si adquiere color azul y necesita más de una gota de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N para decolorarla.

Soluciones patrón de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N y 0,01 N: Preparar esta última inmediatamente antes de usarla, por dilución de la primera con agua destilada recientemente hervida.

Procedimiento

Pesar $5 \text{ g} \pm 50 \text{ mg}$ de aceite en un erlenmeyer de 250 mL con tapón esmerilado. Añadir 30 mL del disolvente de cloroformo-acético y agitar por rotación para disolver la muestra. Añadir 0,5 mL de la solución de KI, esperar exactamente 1 min agitando de vez en cuando y añadir unos 30 mL de agua destilada. Titular el yodo liberado con $\text{S}_2\text{O}_3\text{Na}_2$ 0,1 N dejando caer esta solución gota a gota mientras se agita vigorosamente, hasta la casi total desaparición del color amarillo del yodo; añadir entonces 0,5 mL de solución de almidón soluble al 1 % y continuar la titulación, agitando todavía vigorosamente, hasta que desaparezca el color azul. Hacer una determinación en blanco solamente con los reactivos. El título del blanco no debe ser mayor que 0,5 mL de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N.

2. 11. Presencia de aceites minerales

Transferir 1 mL de aceite a un erlenmeyer; añadir 1 mL de solución concentrada de KOH (se prepara disolviendo 60 g de KOH en 40 mL de agua destilada) y 25 mL de etanol. Hervir a reflujo con refrigerante de aire (tubo pararrayos), agitando ocasionalmente, hasta que la saponificación haya terminado (unos 5 min). Añadir 25 mL de agua destilada y agitar para mezclar; si la solución se enturbia, se debe a la presencia de aceite mineral. Es una prueba sensible a concentraciones de aceite mineral del orden del 0,5%.

2. 12. Ensayo de Kreis

Se basa en la producción de color rojo debido a la reacción extremadamente sensible entre la floroglucina y un compuesto presente en las grasas o aceites rancios: el aldehído epidrónico.

Reactivos

HCl concentrado.

Solución al 1 % de floroglucina en éter etílico.

Procedimiento

En un tubo de 5 ó 10 mL provisto de tapón, introducir 1 mL de aceite y 1 mL de HCl concentrado; tapar y agitar vigorosamente durante 20 seg. Luego agregar 1 mL de solución de floroglucina y nuevamente tapar y agitar 20 seg. A los 10 min observar la coloración. Si la grasa o el aceite está rancio, la capa inferior (ácida) toma un color rosa, violáceo o rojo (descartar colores amarillos o naranjas); en este caso se completa el ensayo con la modificación de Kerr: hacer 2 diluciones del aceite original: a) un volumen de muestra + 9 volúmenes de vaselina líquida; b) un volumen de muestra + 19 volúmenes de vaselina líquida; y proceder con 5 mL de cada dilución tal como se detalló anteriormente.

1. Ningún color: indica que no hay rancidez.
2. Reacción positiva en la muestra sin diluir y negativa en a) y b): indica que no hay rancidez suficiente como para producir cambios en el color y sabor, pero que pronto se producirán estos cambios.
3. Reacción positiva en el ensayo a) pero negativa en el b) indica rancidez incipiente, acompañada de cambios ya perceptibles en el olor y sabor.
4. Reacción positiva en la dilución b): significa rancidez definida.
- 5.

2. 13. Índice de ácido 2-tiobarbitúrico (TBA)

El índice TBA se define como el incremento de absorbancia medido a 530 nm luego de la reacción del equivalente de 1 mg/mL con ácido 2-tiobarbitúrico. Los productos de oxidación secundaria de aceites y grasas reaccionan con el ácido 2-tiobarbitúrico formando productos de condensación cuya absorbancia es medida a 530 nm, longitud de onda de máxima absorbancia de uno de dichos productos. Este método permite la determinación directa del índice TBA en aceites y grasas sin tener que aislar previamente los productos de oxidación secundaria.

Es aplicable a grasas y aceites vegetales y animales, ácidos grasos y sus ésteres, ésteres parcialmente glicosilados y materiales similares.

Reactivo

Reactivo TBA: disolver 200 mg de ácido 2-tiobarbitúrico en 100 mL de 1-butanol. Dejar una noche o sonicar, centrifugar y filtrar, retirando el sobrenadante. La solución se lleva nuevamente a 100 mL con 1-butanol. Preparar semanalmente.

Procedimiento

Pesar exactamente entre 50 y 200 mg de muestra en un matraz de 25 mL. Disolver con 1-butanol y llevar a volumen con el mismo solvente. Tomar con pipeta, 5 mL y colocarlos en un tubo de ensayo seco. Agregar 5 mL del reactivo TBA. Tapar y agitar enérgicamente. Colocar el tubo en baño de agua a 95 °C. Retirar luego de 2 horas y enfriar bajo corriente a T ambiente. Medir la absorbancia de la solución obtenida a 530 nm, usando agua destilada como referencia. Al mismo tiempo, preparar un blanco de la muestra.

$$\text{Índice TBA} = [50 \times (A-B)] / M$$

Donde

A: Absorbancia de la muestra

B: Absorbancia del blanco

50: factor aplicado si el matraz utilizado es de 25 mL y el ancho de las cubetas de 10 mm

M: masa de la muestra en gramos

Notas

El método no es aplicable a concentrados de fosfolípidos o muestras conteniendo carbohidratos o proteínas que puedan reaccionar con el reactivo TBA o alguna de sus sustancias activas. Para el análisis de dichas sustancias, la fracción lipídica deberá ser aislada por extracción antes del análisis o las sustancias volátiles activas frente al TBA se aislarán mediante destilación por arrastre con vapor.

La absorbancia del blanco no deberá superar el valor de 0,1. De no ser así las causas pueden ser impurezas del 1-Butanol o presencia de agua que genera opalescencia.

Las muestras sólidas se deberán fundir a no menos de 10 °C por encima del punto de fusión. De no quedar totalmente claras se deberán filtrar. Las mantecas se fundirán a 40 °C y la humedad será retenida con un filtro hidrofílico.

Si la absorbancia cae por debajo del rango 0.2 - 0.8, se deberá repetir la determinación con cubetas nuevas o mayor cantidad de muestra.

Los formaldehídos pueden ser interferencia.

Cuestionario

- 1) ¿Qué información revela el índice de refracción de un aceite?
- 2) ¿Qué utilidad tiene la determinación del “titer test” en grasas? ¿Qué ensayos equivalentes pueden aplicarse a aceites?
- 3) Fundamente químicamente el ensayo de Kreis.

Informe

Presente los resultados obtenidos de los ensayos realizados para cada muestra analizada y contraste con los datos estipulados en el CAA. Complete el cuestionario. Conclusiones finales.



Objetivo

Determinar comparativamente la composición centesimal de pescados magros y grasos y determinar su grado de frescura mediante el método de Antonacopoulos.

Muestras

Filet de pescados magros (merluza, lenguado, mero, etc.) y grasos (atún, caballa, salmón, etc.). También podrán analizarse conservas al natural.

1. Humedad

Se pesa en una cápsula previamente calentada a 150 °C durante 2 hs, enfriada en desecador y tarada, de 1 a 2 g de muestra de músculo del pescado desmenuzado. Si se trata de una conserva, previamente escurrir totalmente el líquido del envase. Se seca en estufa a 100-105 °C durante unas 4 hs o hasta peso constante.

2. Determinación de materia grasa

Se aplicará el método de Soxhlet.

3. Proteínas

Se aplicará el método de Kjeldahl.

4. Determinación de cenizas

El método gravimétrico es aplicable a muestras con un contenido graso < 50%. En el caso que dicho valor sea mayor, se deberá partir de la muestra previamente desengrasada. La materia orgánica se quema a la temperatura más baja posible y la materia inorgánica remanente se enfría y pesa. El calentamiento se realiza en etapas, primero para eliminar el agua, a continuación para carbonizar totalmente el producto y, finalmente, para incinerar en horno de mufla a 550 °C.

Procedimiento

Calentar durante 15-30 min un crisol (o cápsula) de porcelana en mufla precalentada a 500-550 °C (rojo sombra), pasar a desecador, dejar enfriar durante al menos una hora y pesar. En el mismo crisol, pesar exactamente alrededor de 5 g de muestra homogenizada (puede partirse de materia seca, en cuyo caso se utiliza de 1-2 g), calentar suavemente bajo campana sobre llama de mechero en triángulo de pipa hasta carbonización total de la masa (no debe detectarse desprendimiento de humo). Transferir a la mufla a 550 °C hasta quemar todo el carbono (puede requerir toda una noche). Deben resultar cenizas blanquecinas de aspecto limpio. Retirar el crisol y colocarlo en un desecador hasta que alcance temperatura ambiente. Pesar y calcular por diferencia el peso de cenizas.

Nota

Si las cenizas resultaran con trazas de carbón, humedecerlas con agua y romper las partículas de carbón con una varilla de punta achatada. Evaporar cuidadosamente sobre tela metálica o en estufa, antes de volver a calcinar.

5. Nitrógeno Básico Volátil Total (NBVT)

Esta determinación se utiliza para la determinación del grado de frescura de pescado, según el Reglamento de Inspecciones de Productos, Subproductos y Derivados de Origen Animal (Decreto 4238/68) y está basada en el método de Antonacopoulos. En el Capítulo 23.12.12 se indica que “para teleósteos (e. g. bacalao, anguila, carpa, arenque, sardina, anchoa o boquerón, salmón, trucha, merluza, lubina o róbalo, jurel, salmonete, besugo, dorado, caballa, atún, pez espada, lenguado, rodaballo, esturión, etc.) en general, como máximo se permite 30 miligramos por ciento, si se trata de producto final. Se exceptúan los peces uriotélicos (cazones, tiburones, etc.)”

Fundamento

Al tratar la muestra con MgO en medio acuoso, se forma $Mg(OH)_2$, cuyos hidroxilos liberan las bases volátiles de las sales que pudieran existir en la muestra (amoníaco, dimetil y trimetil amina). Estas bases volátiles son destiladas por arrastre con vapor de agua y recogidas en una solución de ácido bórico, reaccionando con este ácido, formando las sales correspondientes (cationes amonios, dimetil y trimetil amonio). Al valorar la solución resultante con un ácido fuerte estandarizado, éste desplaza al ácido bórico de la sal, produciéndose un viraje de color en el punto final.

Materiales y reactivos

Manta calefactora

Piedra porosa

Erlenmeyer de 250 mL de cuello ancho

Cuchillo

Tabla de acrílico

Vaso de precipitado de 50 mL

Varilla de vidrio

Pipetas

Bureta

MgO p.a.

Antiespumante de silicona

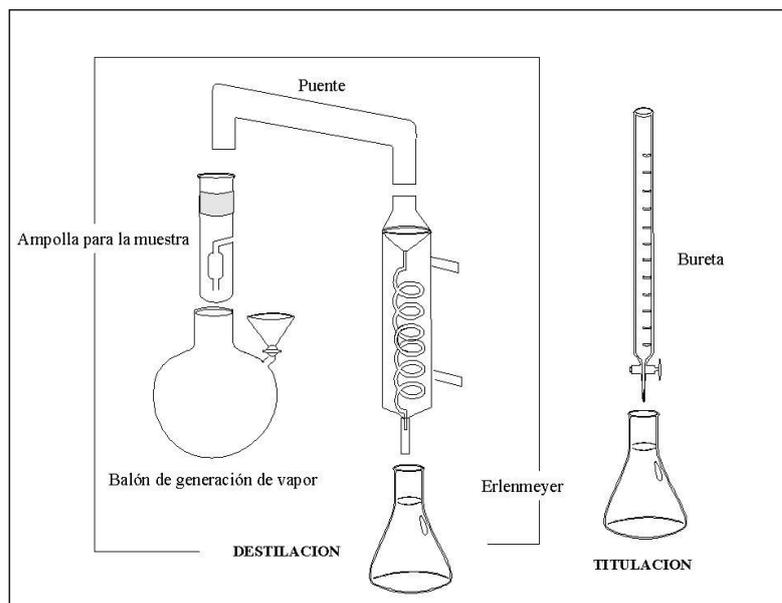
Solución de ácido bórico al 2%

Solución de ácido sulfúrico 0,1 N normalizado

Indicador: mezclar un volumen de rojo de metilo 0,2 % con 3 volúmenes de verde de bromocresol 0,1 %, o en su defecto utilizar indicador de Tashiro.

Equipo

El equipo de destilación por arrastre de vapor de agua de Antonacopoulos está compuesto por un balón de generación de vapor, una ampolla para la muestra, un puente y un refrigerante.



Procedimiento

a) Preparación de muestra

Para filet, se raspa el músculo por el tercio medio inferior hasta llegar a la piel. Deben obtenerse unos 50 g de muestra.

En el caso de pescados enteros, se corta un filet del tercio medio y se raspa como se indicó anteriormente.

Si se trata de pescado congelado se sacan 3 cilindros con un sacabocados, a no menos de 10 cm de los bordes y luego se cortan en pedazos no mayores de 1 mm. Otra opción es procesarlo con procesadora de cocina. Deben obtenerse 50 g de muestra.

b) Destilación

Pesar exactamente 10 g del pescado procesado y transferirlos a la ampolla del equipo usando una varilla de vidrio. Agregar 2 g de MgO y 1 ó 2 gotas de antiespumante de silicona. Utilizar una pisseta con agua para arrastrar cualquier material que haya quedado adherido a la pared de la ampolla. Previamente habremos cargado el balón generador de vapor con agua destilada hasta el 50 % de su capacidad y agregaremos perlas de vidrio o porcelana porosa para regularizar la ebullición. Cuando el agua del balón este en ebullición introducir la ampolla con la muestra.

- Conectar la ampolla al refrigerante mediante el puente (el agua del refrigerante debe circular en contra corriente).

- Calentar hasta ebullición con la espita abierta.

- Cerrar la espita cuando se observe la salida de un chorro de vapor blanco.

- En un Erlenmeyer de cuello ancho, de 500 mL que sirve como colector, se colocan 10 mL de ácido bórico al 3 %, unas ocho gotas de indicador de Tashiro y la cantidad de agua destilada necesaria (unos 100 ml) para que el extremo distal del refrigerante quede sumergido.

- Se destila durante unos 17 minutos con el tubo sumergido y 3 minutos sin sumergir en la solución de ácido bórico.

Terminada la destilación:

- Abrir la espita del matraz generador de vapor.
- Apagar la fuente de calor del balón.
- Sacar el puente y enjuagarlo con agua destilada vertiendo el líquido de enjuague en el refrigerante recogiendo todo en el Erlenmeyer de titulación.
- Sacar la ampolla de Antonapoulos cuando el sistema está todavía caliente, a fin de evitar que se pegue el esmerilado.
- Llevar el matraz con el destilado debajo de la bureta con HCl 0,1N
- Dejar caer gota a gota el HCl mientras se agita el Erlenmeyer hasta que vire a violeta indicando así medio ácido. En el punto neutro, la solución torna a gris.
- Anotar el gasto para realizar el cálculo

Colocar en un erlenmeyer, 50 mL de ácido bórico al 2%, 1 mL del indicador y 100 mL de agua destilada. Montar el equipo y comenzar el calentamiento del balón con la llave del embudo abierta, para evitar la condensación de agua en el aparato. Llevar a ebullición dejando la llave abierta hasta que salga un chorro continuo de vapor. En ese momento, cerrar la llave del embudo y comenzar el conteo de tiempo. Destilar durante 17 min con la salida del refrigerante sumergido en el erlenmeyer y 3 min adicionales, retirando dicha salida. El calentamiento debe regularse de tal manera que se obtenga entre 130 y 150 mL de destilado en los 20 min totales de la destilación. Retirar el manto calefactor. Abrir la llave del embudo del balón. Desmontar el equipo, aún caliente, con extremo cuidado. Lavar por fuera el tubo de conexión y la entrada y salida del refrigerante con agua destilada, recogiendo los lavados en el erlenmeyer.

c) Titulación

Se valora el contenido del erlenmeyer frente a la solución normalizada de ácido sulfúrico. En las cercanías del punto final, deben lavarse las paredes del erlenmeyer y la punta de la bureta con agua destilada utilizando una piseta. En el punto final la solución vira de verde a gris azulado. Un color rojo violáceo es índice que se ha pasado dicho punto. Realizar un ensayo en blanco siguiendo el mismo procedimiento anterior, pero sin muestra. Expresar el resultado como NBV % de peso fresco.

Informe

Presentar la composición centesimal de las muestras analizadas (proteínas, grasas, humedad, minerales y carbohidratos). En el caso de conservas, comparar resultados con lo indicado en el rótulo. Evaluar el grado de frescura en las muestras según resultados de NBVT. Conclusiones finales.

TRABAJO PRÁCTICO Nº 9

ANÁLISIS DE CHACINADOS



En el Cap. 6, Art. 302 del CAA se definen a los **chacinados** como aquellos productos preparados sobre la base de carne y/o sangre, vísceras u otros subproductos animales que hayan sido autorizados para el consumo humano, adicionados o no con sustancias aprobadas a tal fin. Además, clasifica los chacinados en **embutidos** (frescos, secos y cocidos) y **no embutidos** (frescos y cocidos).

En los capítulos siguientes se establece que los **chacinados embutidos** son aquellos productos en cualquier estado y forma admitida que se elaboren, que se introducen a presión en fracciones de intestino u otras membranas naturales o artificiales aprobadas a tal fin, distinguiéndose los embutidos como frescos, secos o cocidos. Los **embutidos frescos** tienen un término de comestibilidad entre 1 y 6 días, con conservación en frío, mientras que los **embutidos secos** resultan de un proceso de deshidratación parcial de embutidos crudos, lo que favorece su conservación por un lapso prolongado. Finalmente, los **embutidos cocidos**, cualquiera sea su forma de elaboración, son aquellos que sufren un proceso de cocción por calor seco o en agua con o sin sal, o al vapor.

Por otro lado, se entiende por **chacinados no embutidos** a todos aquellos no comprendidos en los que se definen como embutidos, mientras que los **fiambres** son chacinados, salazones, conservas de carne y otros productos que se expenden y consumen fríos.

Análisis organoléptico

Se llevará a cabo una inspección del chacinado con el fin de describir su aspecto, color y olor, cotejando los aspectos relacionados a este análisis establecidos en el Art. 317, que considera que estos productos son ineptos para el consumo cuando:

- a) la superficie fuera húmeda, pegajosa o resumiere líquido.
- b) la palpación verifique presencia de zonas flácidas o de consistencia anormal.
- c) hubiere indicios de fermentación pútrida.
- d) la mezcla o masa presente colores anormales.
- e) se compruebe rancidez de grasas.
- f) la envoltura de los embutidos se hallara perforada por parásitos.
- g) se verificara la existencia de gérmenes patógenos.

Materia grasa

Se determina por el método de Soxhlet.

Art. 319: en los chacinados la cantidad de materias grasas que entran en su composición no podrá sobrepasar el 50% de la masa del producto terminado.

Humedad

Tarar un cristizador con algunos gramos de arena calcinada. Pesar aproximadamente 10 g de muestra bien picada, mezclar con la arena y colocar en estufa a 100-105 °C hasta peso constante (mover de vez en cuando para facilitar la evaporación de agua).

Art. 320: La cantidad máxima de agua que se admite en los chacinados frescos, calculado sobre producto desgrasado, será del 75%. En los mismos productos que hayan sufrido el ahumado o ligeramente cocidos, la cantidad máxima de agua permitida será del 65%.

Art. 322: En el caso de chacinados cocidos (salchicha tipo Viena, Frankfurt), el porcentaje de agua o hielo adicionado no podrá exceder del 25% del peso total de la masa. El producto terminado no podrá contener más del 78% de agua.

Determinación de sulfitos

Se pesan 25 g de muestra finamente picada y libre de grasa y se coloca en un erlenmeyer de 250 mL al que se le adicionan 40-50 mL de agua destilada y 5 mL de H_3PO_4 . Se tapa con tapón de corcho que no ajuste perfectamente, del cual se pende una tira de papel de filtro embebida en solución de $NaIO_3$ (o KIO_3) y almidón. Se calienta el erlenmeyer en baño de María. La aparición de color azul antes de los 10 min indica presencia de SO_3^{2-} .

Determinación de fosfatos

El ión PO_4^{3-} reacciona con el molibdato de amonio: $(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$ en medio ácido formando fosfomolibdato de amonio, el que al ser reducido con ácido ascórbico da un

compuesto coloreado de composición no definida. La intensidad del color obtenido con la muestra se compara con el resultante de patrones.

Reactivos

Solución acuosa de ácido ascórbico al 10 % p/v (se conserva hasta 7 días en heladera).

Solución acuosa de molibdato de amonio al 2,5 % p/v.

Solución de H₂SO₄ 6 N.

Reactivo de color: 2 vol. de agua destilada + 1 vol. H₂SO₄ 6 N + 1 vol. molibdato de amonio al 2,5 % + 1 vol. ácido ascórbico al 10 %. Debe usarse recién preparado, mezclando los componentes en ese orden. El color obtenido debe ser amarillo oro, si resulta verde debe descartarse.

Solución patrón de PO₄³⁻ (madre): Se disuelven 0,1755 g de KH₂PO₄ puro y seco, exactamente pesados en unos 50 mL de agua destilada. Se adicionan 5 mL de H₂SO₄ 10 N y se lleva a volumen con agua destilada en matraz aforado de 500 mL. La solución resultante contiene 80 µg de P/mL y es muy estable.

Solución patrón de trabajo de PO₄³⁻: A partir de la solución madre se prepara una solución que contenga 2 µg de P/mL.

Preparación de la muestra

50 g de muestra desgrasada y picada finamente se coloca en un vaso de precipitados de 250 mL, en donde se adiciona agua a 80 °C hasta cubrir el producto, dejando en contacto durante 24 h. Luego de desgrasar se filtra y el filtrado se lleva a 250 mL con agua destilada. De la solución resultante se toma una alícuota de 1 mL y se lleva a 40 mL. De esta manera se obtiene la solución de la muestra.

Curva patrón y determinación en la muestra

| Tubo | Vol. sol. trabajo (mL) | Vol. muestra (mL) | Vol. agua dest. (mL) | Vol. React. color (mL) | A G I T A C I Ó N | 37 °C 1 h | A _{820nm} | Concentración |
|------|------------------------|-------------------|----------------------|------------------------|---|------------------|--------------------|---------------|
| B | --- | --- | 2,00 | 2,00 | | | A _{820nm} | Concentración |
| 1 | 0,25 | --- | 1,75 | | | | A _{820nm} | Concentración |
| 2 | 0,50 | --- | 1,50 | | | | A _{820nm} | Concentración |
| 3 | 1,00 | --- | 1,00 | | | | A _{820nm} | Concentración |
| 4 | 1,50 | --- | 0,50 | | | | A _{820nm} | Concentración |
| 5 | 2,00 | --- | --- | | | | A _{820nm} | Concentración |
| 6 | --- | 0,50 | 1,50 | | | | A _{820nm} | Concentración |
| 7 | --- | 1,00 | 1,00 | | A _{820nm} | Concentración | | |

Obtener curva de regresión lineal de A_{820nm} vs µg P. Calcular el contenido de aditivo en el producto analizado.

Determinación de nitritos

Reactivos

Ilosva I: 0,5 g de ácido sulfanílico en 30 mL de ácido acético glacial y 120 mL de agua.

Ilosva II: 0,1 g de α -naftilamina en 30 mL de ácido acético glacial y 120 mL de agua.

Reactivo de color: se mezclan partes iguales de Ilosva I y II.

Solución madre de NO_2^- : Se pesan 0,5 g de NaNO_2 y se disuelven en 50 mL en matraz aforado.

Solución de trabajo de NO_2^- : diluir la solución madre 1:1000

Solución saturada de HgCl_2 : Preparar 50 mL (solubilidad a 25 °C: 7,3 g/100 mL).

Preparación de la muestra

En un vaso de precipitados de 250 mL, se pesan 50 g de muestra desgrasada y finamente picada (puede usarse procesador de alimentos). Se agrega agua caliente ($> 80\text{ }^\circ\text{C}$) hasta cubrir el producto y se deja en reposo durante 24 h. Se retira la materia grasa que pudiera estar presente en la superficie y se adicionan 100 mL de agua. A continuación se coloca a BM caliente ($> 80\text{ }^\circ\text{C}$) por una hora, agitando de vez en cuando. Luego se agregan 10 mL de solución saturada de HgCl_2 , se agita y se deja enfriar. Se lleva a 250 mL con agua y se filtra.

Curva patrón y determinación en la muestra

| Tubo | Vol. sol. trabajo (mL) | Vol. muestra (mL) | Vol. agua dest. (mL) | Vol. React. color (mL) | | | $A_{520\text{nm}}$ | Concentración |
|----------|------------------------|-------------------|----------------------|------------------------|--|------------------------|--------------------|---------------|
| B | --- | --- | 4,6 | 0,4 | A G I T A C I Ó N | Tamb 15 min | | |
| 1 | 0,1 | --- | 4,5 | | | | | |
| 2 | 0,2 | --- | 4,4 | | | | | |
| 3 | 0,4 | --- | 4,2 | | | | | |
| 4 | 0,6 | --- | 4,0 | | | | | |
| 5 | 0,8 | --- | 3,8 | | | | | |
| 6 | 1,00 | --- | 3,6 | | | | | |
| 7 | --- | 0,25 | 4,35 | | | | | |
| 8 | --- | 0,50 | 4,10 | | | | | |
| 9 | --- | 1,00 | 3,60 | | | | | |

Obtener curva de regresión lineal de $A_{520\text{nm}}$ vs mg NaNO_2 . Calcular el contenido de aditivo en el producto analizado en g/100g.

Ensayo de las precipitinas

Este ensayo se llevará a cabo solamente con sueros bovino y porcino. Eventualmente, si se dispusiera de suero equino, se deberá además contar con carne de ese origen para preparar el correspondiente macerado.

Soluciones y muestra

Suero fisiológico.

Sueros precipitantes bovino y porcino.

Macerados de carnes bovina y porcina: 30-40 g de la respectiva carne desgrasada, libre de tendones y finamente dividida se colocan en un Erlenmeyer y se le adicionan 100-150 mL de suero fisiológico. De deja en maceración 10-12 h en heladera. Luego se filtra y se reservan los correspondientes filtrados límpidos.

Macerado de la muestra: se procede de la misma manera que para los macerados de carnes, pero utilizando la muestra a analizar.

Procedimiento

Preparar y rotular una serie de tubos de ensayo tipo hemólisis (12 x 100 mm) y colocar, respectivamente, las siguientes soluciones, según indica la tabla.

El suero debe ser incorporado dejándolo escurrir mediante la punta de la pipeta en el fondo del tubo correspondiente. Se debe cuidar de no mover los tubos en este paso.

| Tubo | Solución de ensayo (1 mL) | Suero (0,5 mL) | Reposo 15-30 min |
|------|---------------------------|----------------|-----------------------------|
| 1 | suero fisiológico | suero bovino | |
| 2 | suero fisiológico | suero porcino | |
| 3 | macerado bovino | suero bovino | |
| 4 | macerado porcino | suero porcino | |
| 6 | macerado de muestra | suero bovino | |
| 7 | macerado de muestra | suero porcino | |

Los tubos 1 y 2 no deben presentar precipitado alguno, ya que contienen un control de suero fisiológico. En 3 y 4 deberían observarse los precipitados correspondientes, mientras que en los tubos 6 y 7 se observará o no precipitado, de acuerdo a su composición.

Cuestionario

1) Ejemplifique con al menos 5 productos que puedan ser considerados, respectivamente: embutidos frescos, embutidos secos, embutidos cocidos y chacinados no embutidos.

2) ¿Qué se entiende por salazón y por conserva de origen animal? Cite ejemplos.

3) En el caso de chacinados: Fundamente la función tecnológica de los aditivos: sulfitos, fosfatos y nitritos. ¿Cuáles son los máximos permitidos de éstos aditivos en este caso?

TRABAJO PRÁCTICO Nº 10

**ANÁLISIS DE PRODUCTOS
FRUTIHORTÍCOLAS EN CONSERVA**



Objetivo

Analizar muestras de conservas (o semiconservas) de productos frutihortícolas para establecer si las mismas se ajustan a la normativa vigente.

Muestras

Se realizará un análisis de frutas y/o vegetales térmicamente procesados, ya sean éstos envasados en latas, frascos o botellas de vidrio o envases flexibles. Se sugiere utilizar: duraznos en mitades en almíbar sin carozos, pepinillos en vinagre, tomates peritas enteros, palmitos, aceitunas en salmuera, arvejas remojadas, etc.

1. INSPECCIÓN GENERAL Y DETERMINACIONES FÍSICAS

1. 1. Descripción del estado del envase del producto

Identificar abolladuras, manchas de óxido, pérdidas o pinchaduras en las costuras, envase hinchado, etc. Al abrir el envase, registrar las condiciones de la superficie interna del mismo,

considerando posible corrosión, picaduras, rayaduras, defectos en el esmaltado/recubrimiento interior, etc. Por otra parte, constatar si el rotulado se ajusta a la reglamentación vigente.

1. 2. Determinación del vacío

Se mide mediante un manómetro provisto de una punta que permite perforar el envase y realizar la lectura en mm de Hg.

1. 3. Volumen de llenado (apto para latas, frascos, etc.)

Verter el contenido total del envase en una probeta de boca ancha. Registrar el volumen. Lavar el envase y rellenarlo con agua hasta el borde. Verter con cuidado el agua en una probeta. Registrar el volumen medido. Determinar el porcentaje del volumen total del envase ocupado por el alimento.

1. 4. Peso escurrido

Pesar el alimento en el envase sin abrir. Registrar. Abrir el envase y verter todo su contenido en un tamiz de tamaño adecuado con malla de aberturas cuadradas de 2.8 mm \approx 2.8 mm (No. 6 B.S.). Largar un cronómetro. Para facilitar la salida del líquido, puede inclinar el tamiz y mover el alimento mediante una espátula de madera o goma (sin modificar el estado tal cual se encontraba en el envase). A los 2 minutos, pesar el alimento escurrido Registrar. Pesar el envase limpio y seco. Registrar.

2. ANÁLISIS QUÍMICO

1. 2. Determinación de sólidos solubles

En el caso de conservas en algún medio líquido, realizar este ensayo en el líquido filtrado (puede utilizarse el líquido drenado del ensayo de peso escurrido). Se utilizará un refractómetro a 20 °C. El resultado se expresa como sacarosa.

TABLE 1 – Correction of readings of the refractometer with scale indicating sucrose for a temperature different from 20 ± 0,5 °C

| Temperature °C | Scale reading for soluble solids content, % (m/m) | | | | | | | | | |
|----------------|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 |
| | Corrections to be subtracted | | | | | | | | | |
| 15 | 0,29 | 0,31 | 0,33 | 0,34 | 0,34 | 0,35 | 0,37 | 0,38 | 0,39 | 0,40 |
| 16 | 0,24 | 0,25 | 0,26 | 0,27 | 0,28 | 0,28 | 0,30 | 0,30 | 0,31 | 0,32 |
| 17 | 0,18 | 0,19 | 0,20 | 0,21 | 0,21 | 0,21 | 0,22 | 0,23 | 0,23 | 0,24 |
| 18 | 0,13 | 0,13 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,14 | 0,15 | 0,15 | 0,16 | 0,16 |
| 19 | 0,06 | 0,06 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,08 | 0,08 | 0,08 | 0,08 |
| | Corrections to be added | | | | | | | | | |
| 21 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,08 | 0,08 | 0,08 | 0,08 | 0,08 | 0,08 |
| 22 | 0,13 | 0,14 | 0,14 | 0,15 | 0,15 | 0,15 | 0,15 | 0,16 | 0,16 | 0,16 |
| 23 | 0,20 | 0,21 | 0,22 | 0,22 | 0,23 | 0,23 | 0,23 | 0,24 | 0,24 | 0,24 |
| 24 | 0,27 | 0,28 | 0,29 | 0,30 | 0,30 | 0,31 | 0,31 | 0,31 | 0,32 | 0,32 |
| 25 | 0,35 | 0,36 | 0,37 | 0,38 | 0,38 | 0,39 | 0,40 | 0,40 | 0,40 | 0,40 |

TABLE 2 – Refractive index and corresponding percentage by mass of soluble solids (sucrose)

| Refractive index | Soluble solids (sucrose) content |
|------------------|----------------------------------|------------------|----------------------------------|------------------|----------------------------------|------------------|----------------------------------|
| n_D^{20} | % (m/m) |

2. 2. Determinación de NaCl

Se realizará por el método de Mohr.

Reactivos

Solución 0.5% (p/v) de K_2CrO_4

Solución 0,1M de $AgNO_3$

Procedimiento

Pesar de 5 a 10 g del drenado obtenido en la determinación de peso escurrido. Si el mismo resulta ácido, neutralizar con una solución de NaOH 0,1M a la fenolftaleína. Agregar luego, 5 mL de solución de K_2CrO_4 y titular frente al $AgNO_3$ hasta el punto final en el que se forma un precipitado color rojo ladrillo. Calcular % (p/p) de NaCl.

2. 3. Sólidos totales

a) Para productos sin material insoluble presente (jaleas, jarabes, etc.)

Lavar arena de cuarzo cernida por malla Nº 40 con HCl. Enjuagar con agua hasta retirar todo el ácido, secar en estufa e incinerar. Conservar en envase hermético. Colocar de 26 a 30 g de esta arena tratada en un cristizador, tapar con un vidrio de reloj y llevar a un desecador durante una noche. Pesar y registrar. Pesar precisamente entre 4 a 8 g del producto y verterlo sobre la arena,

mezclando bien con una varilla de vidrio. Calentar en baño de agua durante 15-20 min con agitación esporádica hasta que la masa se torne difícil de manipular. Secar en estufa de vacío a menos de 70 °C (50 mm Hg) durante una noche. Dejar enfriar en desecador. Pesar y registrar. Determinar % (p/p) de sólidos totales.

b) Para productos con material insoluble presente (mermeladas, preserves, etc.)

Colocar de 3 a 6 g del producto en un cristizador, extendiéndolo para aumentar el área de evaporación. De ser necesario agregue unos pocos mL de agua para facilitar este proceso. Secar en estufa de vacío a 70 °C (< 100 mm Hg) durante una noche. Dejar enfriar en desecador. Pesar y registrar. Determinar % (p/p) de sólidos totales.

2. 5. Sólidos diferentes a NaCl

Calcular como porcentaje, por diferencia.

2. 6. Determinación del pH

Se prepara un extracto con 10 g del alimento homogenizado en 100 mL de agua recientemente hervida y enfiada. Dejar decantar y medir pH utilizando un pHmetro previamente calibrado.

2. 7. Determinación de acidez

2. 7. 1. Acidez total titulable

En el procedimiento usual para determinar la concentración total de ácidos presentes en un alimento, una alícuota de la solución muestra se titula con una solución estándar de álcali hasta el punto en el cual ha sido añadida una cantidad equivalente de la base. Este punto final puede detectarse mediante indicadores ácido-base (cambio de color) o electrométricamente (pHmetro). Gram (1950) indicó que en una titulación potenciométrica el punto final se encuentra, generalmente, trazando un gráfico de E (o pH) en función de V (volumen añadido del titulante). Algunas veces, sin embargo, el punto de máxima pendiente no permite determinar con precisión el punto final de la titulación, por lo que resulta conveniente graficar $\Delta V/\Delta pH$ en función de V para detectarlo claramente. El método potenciométrico resulta más conveniente para el caso de muestras coloreadas.

En el caso de determinación de acidez en salmueras, almíbares, o cualquier otro líquido en el que se encuentre sumergido el alimento, usar directamente dicho líquido, luego de filtrarlo. En otros casos, utilizar un extracto filtrado del alimento obtenido como se indicó para la determinación de pH. En cualquier caso, pipetear 10 mL de la muestra (de tratarse de un alimento muy ácido, tipo escabeche, medir 5 mL o menos) y verterlos en un vaso de precipitados de 250 mL que contenga 50 mL de agua libre de CO₂ y una barrita para agitación. Ubicar sobre un agitador magnético. Sumergir el electrodo de vidrio, cuidando que el bulbo del electrodo se encuentre alejado de la barrita para evitar roturas. Con agitación, determinar el pH inicial (el pHmetro debe estar previamente calibrado) y registrar. Agregar desde bureta 1 mL de solución estándar de NaOH 0,1 M y repetir la lectura del pH. Continuar agregando volúmenes de 1 mL de

base y registrar el pH medido después de cada adición. Cuando el valor de pH se aproxime a 5 agregar de a 0,5 mL de la solución de NaOH. Continuar tomando medidas de pH hasta que éstas sean aproximadamente constantes.

Tratamiento de datos y cálculos

1. Trazar en papel milimetrado las curvas: a) pH vs. Volumen base (V) y b) $\Delta\text{pH}/\Delta V$ vs. V.
2. De la curva obtener el volumen necesario para neutralizar la muestra y calcular el porcentaje de acidez (como cítrico, málico, tartárico o acético, según la muestra).

2. 7. 2. Acidez fija y volátil

El contenido de acidez volátil puede determinarse separando los ácidos volátiles presentes, principalmente acético con trazas de fórmico, después de lo cual se titula la llamada acidez fija. Esto se consigue ya sea por evaporación, destilación directa por arrastre de vapor o mediante extracción con solventes para luego titular, bien el destilado o el residuo frente a una solución estándar de álcali, usando fenolftaleína como indicador.

Acidez fija

Medir un volumen conveniente de la muestra, tal cual se explica en la determinación de acidez total y verter en una cápsula de porcelana. Evaporar casi a sequedad en baño de agua. Añadir 5-10 mL de agua y evaporar nuevamente. Repetir hasta realizar, como mínimo, 5 evaporaciones. Añadir luego aproximadamente 200 mL de agua recientemente hervida y titular con NaOH 0,1 M, usando fenolftaleína como indicador.

Acidez volátil

Se determina por cálculo, sustrayendo del % de acidez total titulable el % de acidez no volátil (o fija).

Informe

Cálculos y resultados de los parámetros determinados en la práctica para cada muestra analizada. Establecer si cumple con los límites establecidos por el CAA. Conclusiones finales.

TRABAJO PRÁCTICO Nº 11
ANÁLISIS DE JUGOS VEGETALES



Objetivo

Analizar jugos de frutas y hortalizas para establecer si los mismos se encuadran en las normativas vigentes según el CAA.

1. DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA Y ANÁLISIS SENSORIAL

En primer lugar se observará y describirá el estado del envase como así también se harán las pruebas de caracteres organolépticas necesarias para determinar aspecto, color, olor y presencia de sustancias extrañas en cada muestra.

2. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO

2. 1. Medición de pH

Se realiza directamente sobre la muestra, en pHmetro calibrado a 20 °C.

2. 2. Determinación de densidad



Utilizar un picnómetro de 5 ó 10 mL de capacidad con cuello y tapón esmerilado (ver figura). El mismo debe estar perfectamente limpio y seco. Llenarlo completamente con la muestra. Colocar el tapón, teniendo la precaución de que no queden burbujas de aire. Secar el picnómetro con papel, manipulándolo siempre del cuello. Registrar el peso del picnómetro vacío, con agua destilada y con la muestra. Calcular entonces la densidad relativa. Si la temperatura ambiente es muy diferente de 20 °C, corregir el valor hallado usando tablas.

2. 3. Determinación de nitrógeno amínico

Se aplica el método de Sørensen basado en la neutralización de la muestra con NaOH, agregando luego formaldehído y valorando finalmente la acidez liberada mediante potenciometría. Se miden 25 mL de jugo en un erlenmeyer de 250 mL y se diluye hasta unos 100 mL con agua destilada. De contener la muestra SO_2 , la dilución obtenida se somete a ebullición suave hasta reducir el volumen a unos 50 mL y luego se vuelve a diluir nuevamente hasta unos 100 mL. Trasvasar la dilución del jugo a un vaso de precipitados y sumergir en ella un electrodo de vidrio conectado a un pHmetro. Neutralizar, agregando de a gotas y con agitación constante, una solución 30-40 % de NaOH. Alcanzado el pH 7, continuar con el agregado de una solución de NaOH 0,1 N hasta pH 8,1. Agregar entonces 30 mL de formaldehído al 20 % (neutro a la fenolftaleína) y valorar la acidez resultante con solución normalizada de NaOH 0,1000 N, agregando la misma, en principio, rápidamente hasta alcanzar pH 7 y luego gota a gota hasta pH 8,1, siempre agitando. Realizar un ensayo en blanco con 100 mL de agua. Alternativamente, la detección del punto final puede hacerse mediante fenolftaleína.

$$N_{\text{amínico}} \text{ (mg/100 mL)} = 14 \cdot (V_{\text{NaOHmuestra}} - V_{\text{NaOHblanco}}) \cdot N_{\text{NaOH}} \cdot 100 / V_{\text{muestra}} \text{ (mL)}$$

2. 4. Acidez

Se determina mediante una titulación potenciométrica, utilizando un pHmetro calibrado a 20 °C. Se pesan con exactitud, aproximadamente 10 g de jugo y se diluyen en un erlenmeyer de 500 mL hasta un volumen de 250 mL con agua destilada, recientemente hervida y enfriada. Se titula con solución estandarizada de NaOH 0,1000 N hasta pH = 8,1. Alternativamente puede emplearse 1 mL de solución de fenolftaleína como indicador. El resultado se expresa como porcentaje en peso de ácido cítrico anhidro.

2. 5. Grados Brix

Se determinan °Brix no corregidos mediante un refractómetro. Se evaluará el % de azúcares (expresados como sacarosa) presentes en la muestra, realizando la correspondiente corrección de acuerdo al contenido de acidez (ver tabla en anexo).

2. 6. Azúcares totales

Dentro de los diversos métodos que hacen uso de la propiedad reductora de los azúcares, se destacan aquellos basados en la cuantificación de los mismos con una solución valorada de sales de Cu (II) en medio alcalino. En particular, el método de Fehling utiliza una mezcla de soluciones de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, NaOH y $C_4H_4KNaO_6$ (tartrato de sodio y potasio: sal de Rochelle o de Seignette), conocida como licor de Fehling. La modificación de Causse-Bonnans introduce, además,

ferrocianuro de potasio: $K_4Fe(CN)_6$, que permite seguir la valoración por la disminución paulatina del color azul del reactivo hasta la obtención de un color verde y finalmente amarillento. La percepción del punto final se mejora sensiblemente si, al llegar al color verdoso se añaden unas gotas de solución de azul de metileno.

Reactivos

Solución A: 4 g de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ y 0,1 mL de H_2SO_4 conc. por cada 100 mL de solución.

Solución B: 20 g de $C_4H_4KNaO_6$ y 15 g de NaOH por cada 100 mL de solución.

Solución C: 2,5 g de $K_4Fe(CN)_6$ por cada 100 mL de solución.

Solución acuosa de azul de metileno al 1 % p/v

Reactivo de Courtone: solución de acetato de plomo al 20 % p/v

Carbón activado

Na_2SO_4 cristalino

HCl conc. ($\delta = 1,19$ g/mL) y HCl $\delta = 1,125$ g/mL (aprox. 25 % p/p)

Soluciones de NaOH al 10 % y al 40 % p/v

Solución patrón de glucosa: Se disuelven 5 g del azúcar anhidro en 1 L de agua

Procedimiento

Preparación de la muestra: En cualquier caso, la solución final de la muestra a ser cuantificada debería tener una concentración de azúcares aproximada del 0,5 % p/v, expresados en equivalentes de glucosa.

En un matraz aforado de 100 mL se vierten 10 mL de la muestra de jugo y aproximadamente 60 mL de agua destilada. Agregar 5 mL de acetato de plomo al 20 % (reactivo de Courtone), una pequeña cantidad de carbón activado y cristales de Na_2SO_4 . Enrasar y filtrar. Verter 50 mL del filtrado en un erlenmeyer, adicionar 5 mL de HCl, $\delta = 1,125$ g/mL y dejar en baño María en ebullición durante 1 h con agitación esporádica. Enfriar y neutralizar con NaOH 40 %. Trasvasar a un matraz de 100 mL y enrasar.

Valoración: En un erlenmeyer de 150 mL, verter 10 mL de solución A, 10 mL de solución B y 5 mL de solución C. Llevar a ebullición moderada sobre tela metálica. Colocar la solución de muestra problema en una bureta de 25 mL y dejar caer porciones de 0,5 mL cada 30 seg dentro del erlenmeyer. Cuando se alcanza una coloración celeste verdosa, agregar 3 gotas de solución de azul de metileno y continuar, gota a gota, con el agregado de solución desde la bureta hasta decoloración. La primera gota que torna amarillo oro parte de la solución, indica el punto final. Realizar duplicado.

Titulación del reactivo: Realizar una valoración siguiendo la misma técnica previamente descrita, vertiendo desde la bureta, en este caso, la solución patrón de glucosa en lugar de la solución problema.

Informe

Presente los cálculos de las determinaciones realizadas para cada una de las muestras e indique si se corresponden con lo estipulado por el CAA cuando corresponda. Coteje con la información suministrada en el rótulo. Verifique la autenticidad del origen natural de los jugos.

| % p/p ácido cítrico anhidro | Corrección a sumar al valor de sacarosa obtenido por refractometría | % p/p ácido cítrico anhidro | Corrección a sumar al valor de sacarosa obtenido por refractometría | % p/p ácido cítrico anhidro | Corrección a sumar al valor de sacarosa obtenido por refractometría |
|------------------------------------|--|------------------------------------|--|------------------------------------|--|
| 0.00 | 0.00 | 20.0 | 3.70 | 40.00 | 7.23 |
| 0.20 | 0.04 | 20.2 | 3.73 | 40.20 | 7.27 |
| 0.40 | 0.08 | 20.4 | 3.77 | 40.40 | 7.31 |
| 0.60 | 0.12 | 20.6 | 3.80 | 40.60 | 7.34 |
| 0.80 | 0.16 | 20.8 | 3.84 | 40.80 | 7.38 |
| 1.00 | 0.20 | 21.0 | 3.88 | 41.00 | 7.41 |
| 1.20 | 0.24 | 21.2 | 3.91 | 41.20 | 7.45 |
| 1.40 | 0.28 | 21.4 | 3.95 | 41.40 | 7.48 |
| 1.60 | 0.32 | 21.6 | 3.99 | 41.60 | 7.52 |
| 1.80 | 0.36 | 21.8 | 4.02 | 41.80 | 7.55 |
| 2.00 | 0.39 | 22.0 | 4.05 | 42.00 | 7.59 |
| 2.20 | 0.43 | 22.2 | 4.09 | 42.20 | 7.62 |
| 2.40 | 0.47 | 22.4 | 4.13 | 42.40 | 7.66 |
| 2.60 | 0.51 | 22.6 | 4.17 | 42.60 | 7.70 |
| 2.80 | 0.54 | 22.8 | 4.20 | 42.80 | 7.73 |
| 3.00 | 0.58 | 23.0 | 4.24 | 43.00 | 7.77 |
| 3.20 | 0.62 | 23.2 | 4.27 | 43.20 | 7.80 |
| 3.40 | 0.66 | 23.4 | 4.30 | 43.40 | 7.84 |
| 3.60 | 0.70 | 23.6 | 4.34 | 43.60 | 7.87 |
| 3.80 | 0.74 | 23.8 | 4.38 | 43.80 | 7.91 |
| 4.00 | 0.78 | 24.0 | 4.41 | 44.00 | 7.94 |
| 4.20 | 0.81 | 24.2 | 4.44 | 44.20 | 7.98 |
| 4.40 | 0.85 | 24.4 | 4.48 | 44.40 | 8.02 |
| 4.60 | 0.89 | 24.6 | 4.51 | 44.60 | 8.05 |
| 4.80 | 0.93 | 24.8 | 4.54 | 44.80 | 8.09 |
| 5.00 | 0.97 | 25.0 | 4.58 | 45.00 | 8.12 |
| 5.20 | 1.01 | 25.2 | 4.62 | 45.20 | 8.16 |
| 5.40 | 1.04 | 25.4 | 4.66 | 45.40 | 8.19 |
| 5.60 | 1.07 | 25.6 | 4.69 | 45.60 | 8.23 |
| 5.80 | 1.11 | 25.8 | 4.73 | 45.80 | 8.26 |
| 6.00 | 1.15 | 26.0 | 4.76 | 46.00 | 8.30 |
| 6.20 | 1.19 | 26.2 | 4.79 | 46.20 | 8.33 |
| 6.40 | 1.23 | 26.4 | 4.83 | 46.40 | 8.37 |
| 6.60 | 1.27 | 26.6 | 4.86 | 46.60 | 8.41 |
| 6.80 | 1.30 | 26.8 | 4.90 | 46.80 | 8.44 |
| 7.00 | 1.34 | 27.0 | 4.94 | 47.00 | 8.48 |
| 7.20 | 1.38 | 27.2 | 4.97 | 47.20 | 8.51 |
| 7.40 | 1.42 | 27.4 | 5.00 | 47.40 | 8.55 |
| 7.60 | 1.46 | 27.6 | 5.03 | 47.60 | 8.58 |
| 7.80 | 1.50 | 27.8 | 5.06 | 47.80 | 8.62 |
| 8.00 | 1.54 | 28.0 | 5.10 | 48.00 | 8.65 |
| 8.20 | 1.58 | 28.2 | 5.14 | 48.20 | 8.69 |
| 8.40 | 1.62 | 28.40 | 5.18 | 48.40 | 8.73 |
| 8.60 | 1.66 | 28.60 | 5.22 | 48.60 | 8.76 |
| 8.80 | 1.69 | 28.80 | 5.25 | 48.80 | 8.80 |
| 9.00 | 1.72 | 29.00 | 5.28 | 49.00 | 8.83 |

| % p/p ácido cítrico anhidro | Corrección a sumar al valor de sacarosa obtenido por refractometría | % p/p ácido cítrico anhidro | Corrección a sumar al valor de sacarosa obtenido por refractometría | % p/p ácido cítrico anhidro | Corrección a sumar al valor de sacarosa obtenido por refractometría |
|------------------------------------|--|------------------------------------|--|------------------------------------|--|
| 9.20 | 1.76 | 29.20 | 5.31 | 49.20 | 8.87 |
| 9.40 | 1.80 | 29.40 | 5.35 | 49.40 | 8.90 |
| 9.60 | 1.83 | 29.60 | 5.39 | 49.60 | 8.94 |
| 9.80 | 1.87 | 29.80 | 5.42 | 49.80 | 8.97 |
| 10.00 | 1.91 | 30.00 | 5.46 | 50.00 | 9.01 |
| 10.20 | 1.95 | 30.20 | 5.49 | 50.20 | 9.04 |
| 10.40 | 1.99 | 30.40 ^a | 5.53 | 50.40 | 9.08 |
| 10.60 | 2.03 | 30.60 | 5.57 | 50.60 | 9.12 |
| 10.80 | 2.06 | 30.80 | 5.60 | 50.80 | 9.15 |
| 11.00 | 2.10 | 31.00 | 5.64 | 51.00 | 9.19 |
| 11.20 | 2.14 | 31.20 | 5.67 | 51.20 | 9.22 |
| 11.40 | 2.18 | 31.40 | 5.71 | 51.40 | 9.26 |
| 11.60 | 2.21 | 31.60 | 5.74 | 51.60 | 9.29 |
| 11.80 | 2.24 | 31.80 | 5.78 | 51.80 | 9.33 |
| 12.00 | 2.27 | 32.00 | 5.81 | 52.00 | 9.36 |
| 12.20 | 2.31 | 32.20 | 5.85 | 52.20 | 9.40 |
| 12.40 | 2.35 | 32.40 | 5.89 | 52.40 | 9.44 |
| 12.60 | 2.39 | 32.60 | 5.92 | 52.60 | 9.47 |
| 12.80 | 2.42 | 32.80 | 5.96 | 52.80 | 9.51 |
| 13.00 | 2.46 | 33.00 | 5.99 | 53.00 | 9.54 |
| 13.20 | 2.50 | 33.20 | 6.03 | 53.20 | 9.58 |
| 13.40 | 2.54 | 33.40 | 6.06 | 53.40 | 9.61 |
| 13.60 | 2.57 | 33.60 | 6.10 | 53.60 | 9.65 |
| 13.80 | 2.61 | 33.80 | 6.13 | 53.80 | 9.68 |
| 14.00 | 2.64 | 34.00 | 6.17 | 54.00 | 9.72 |
| 14.20 | 2.68 | 34.20 | 6.20 | 54.20 | 9.75 |
| 14.40 | 2.72 | 34.40 | 6.24 | 54.40 | 9.79 |
| 14.60 | 2.75 | 34.60 | 6.28 | 54.60 | 9.83 |
| 14.80 | 2.78 | 34.80 | 6.31 | 54.80 | 9.86 |
| 15.00 | 2.81 | 35.00 | 6.35 | 55.00 | 9.90 |
| 15.20 | 2.85 | 35.20 | 6.38 | 55.20 | 9.93 |
| 15.40 | 2.89 | 35.40 | 6.42 | 55.40 | 9.97 |
| 15.60 | 2.93 | 35.60 | 6.45 | 55.60 | 10.00 |
| 15.80 | 2.97 | 35.80 | 6.49 | 55.80 | 10.04 |
| 16.00 | 3.00 | 36.00 | 6.52 | 56.00 | 10.07 |
| 16.20 | 3.03 | 36.20 | 6.56 | 56.20 | 10.11 |
| 16.40 | 3.06 | 36.40 | 6.60 | 56.40 | 10.15 |
| 16.60 | 3.09 | 36.60 | 6.63 | 56.60 | 10.18 |
| 16.80 | 3.13 | 36.80 | 6.67 | 56.80 | 10.22 |
| 17.00 | 3.17 | 37.00 | 6.70 | 57.00 | 10.25 |
| 17.20 | 3.21 | 37.20 | 6.74 | 57.20 | 10.29 |
| 17.40 | 3.24 | 37.40 | 6.77 | 57.40 | 10.32 |
| 17.60 | 3.27 | 37.60 | 6.81 | 57.60 | 10.36 |
| 17.80 | 3.31 | 37.80 | 6.84 | 57.80 | 10.39 |
| 18.00 | 3.35 | 38.00 | 6.88 | 58.00 | 10.43 |
| 18.20 | 3.38 | 38.20 | 6.91 | 58.20 | 10.46 |

| % p/p ácido cítrico anhidro | Corrección a sumar al valor de sacarosa obtenido por refractometría | % p/p ácido cítrico anhidro | Corrección a sumar al valor de sacarosa obtenido por refractometría | % p/p ácido cítrico anhidro | Corrección a sumar al valor de sacarosa obtenido por refractometría |
|------------------------------------|--|------------------------------------|--|------------------------------------|--|
| 18.40 | 3.42 | 38.40 | 6.95 | 58.40 | 10.50 |
| 18.60 | 3.46 | 38.60 | 6.99 | 58.60 | 10.54 |
| 18.80 | 3.49 | 38.80 | 7.02 | 58.80 | 10.57 |
| 19.00 | 3.53 | 39.00 | 7.06 | 59.00 | 10.61 |
| 19.20 | 3.56 | 39.20 | 7.09 | 59.20 | 10.64 |
| 19.40 | 3.59 | 39.40 | 7.13 | 59.40 | 10.68 |
| 19.60 | 3.63 | 39.60 | 7.16 | 59.60 | 10.71 |
| 19.80 | 3.67 | 39.80 | 7.20 | 59.80 | 10.75 |

Correcciones para obtener valores de ° Brix a partir de lecturas refractométricas basadas en el contenido de ácido cítrico en jugos cítricos u otras soluciones azucaradas conteniendo ácidos

^a Los valores para la corrección, cuando el contenido de ácido cítrico anhidro se encuentra entre 30,40 y 59,80 %, se calcularon de acuerdo a la siguiente expresión, tal cual se extrajo de la fuente original (Stevens, J.W. and Baier, W.E. "Refractometric Determination of Soluble Solids in Citrus Juices," in *Industrial and Engineering Chemistry (Analytical Edition)*. Vol.11. 1939, p 447)

$$\text{Brix correction} = (0.1775 \times \% \text{ anhydrous citric acid}) + 0.1$$