



Región de Murcia

ANÁLISIS DE ALIMENTOS

Procedimientos



**Ciclo Formativo de
“Procesos y Calidad en la Industria Alimentaria”**

ANÁLISIS DE ALIMENTOS



Segunda parte: Procedimientos

Inmaculada Muñoz Juan

**Ciclo Formativo de
“Procesos y Calidad en la Industria Alimentaria”**

**CENTRO INTEGRADO DE FORMACIÓN Y
EXPERIENCIAS AGRARIAS**

Molina de Segura

Edita: Comunidad Autónoma de la Región de Murcia
Consejería de Agricultura y Agua
© Copyright / Derechos reservados

Coordina y distribuye: Dirección General de Industria Agroalimentaria y Capacitación Agraria
Servicio de Formación y Transferencia Tecnológica
Plaza Juan XXIII, s/n. - 30008 Murcia

Elaboración: Servicio de Formación y Transferencia Tecnológica

Depósito Legal: MU-905-2013

ISBN - 10 84-695-8816-8

ISBN - 13 978-84-695-8816-1

Se autoriza la reproducción total o parcial citando la fuente.

La responsabilidad del contenido expresado en la presente publicación, incumbe, exclusivamente, a sus autores.

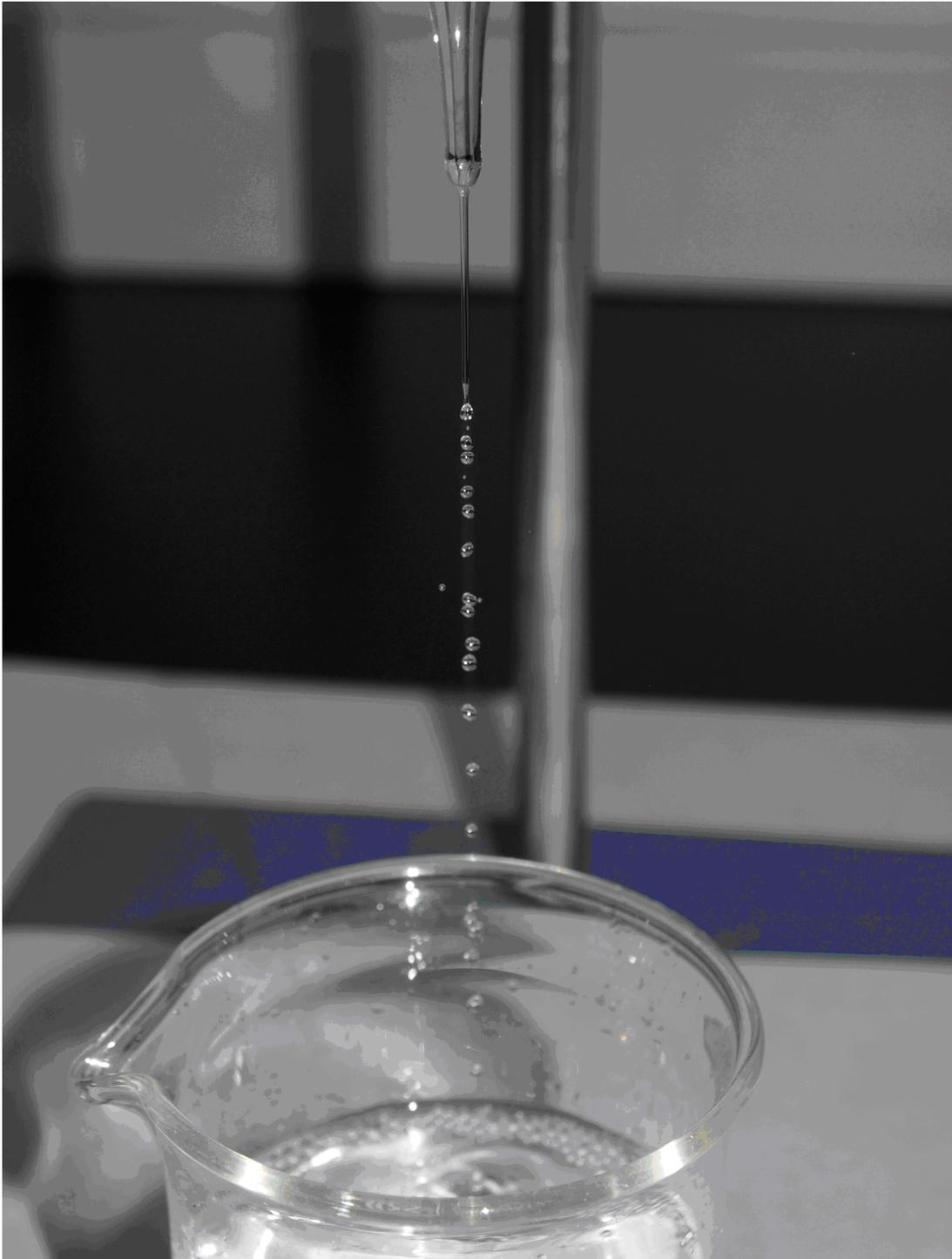
INDICE

Segunda parte: Procedimientos

1. Preparación y factoración de disoluciones	7
2. Factoración de disoluciones empleando patrón primario y secundari.....	8
3. Análisis de aguas.....	14
a. Residuo seco a 110°C.....	15
b. Cloruros.....	16
c. Sulfatos.....	18
d. Calcio.....	20
e. Magnesio.....	22
f. Determinación de la dureza total.....	24
g. Cloro (método yodométrico).....	25
4. Análisis de zumos.....	26
a. Acidez total.....	27
b. Acidez fija y acidez volátil.....	29
c. Índice de formol.....	30
d. Acido ascórbico.....	32
e. Aceites esenciales (método de Scott).....	34
5. Análisis de aceites y grasas.....	38
a. Normativa sobre aceites de oliva.....	39
b. Acidez. Índice de acidez.....	41
c. Índice de peróxidos.....	43
d. Absorción espectrofotométrica ultravioleta k-270 y K-230.....	46
6. Análisis de principios inmediatos.....	48
a. Humedad.....	49
b. Cenizas totales.....	50
c. Grasa. Método Soxhlet.....	51
d. Determinación de la fibra bruta por el método Weende.....	53
e. Determinación de la proteína bruta por el método de Kjeldhal.....	55
f. Fósforo.....	58

7. Análisis de cereales.....	60
8. Gluten húmedo y gluten seco.....	63
9. Análisis en leche.....	65
a. Acidez en leche.....	66
b. Control de pasteurización: peroxidasa y fosfatasa.....	68
c. Reductasa en leche.....	71
10. Varios.....	72
a. Consistencia Bostwick.....	73
b. Azúcares. Determinación del color en solución.....	75
c. Análisis del color en pimentón. Método A.S.T.A.....	77
 Bibliografía	 85

PREPARACIÓN Y FACTORACIÓN DE DISOLUCIONES



FACTORACIÓN DE DISOLUCIONES EMPLEANDO UN PATRÓN SECUNDARIO

1. Objetivos

- Realizar la primera volumetría.
- Comprobar la normalidad de la disolución de HCl preparada la semana pasada empleando un patrón secundario.
- Calcular el factor de corrección.

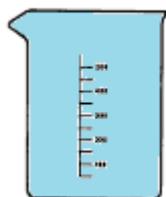
2. Materiales



Bureta de 25 ml

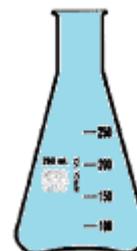


prepipeta

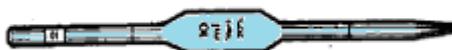


2 vasos de precipitado:

- De 250 ml
- De 50 ml (plástico)



matraz erlenmeyer de 100 ml



Pipeta aforada

3. Reactivos

- Disolución patrón de ácido clorhídrico 0,1N
- Indicador: fenolftaleína al 1% en metanol

4. Procedimiento

1. Poner un vaso de precipitado de 250 ml debajo de la bureta con el que se recogerán residuos de lavado.
2. Lavar la bureta con agua destilada dejando la llave abierta para que caiga toda el agua.
3. Poner un poco de disolución patrón de ácido clorhídrico 0,1N en un vaso de precipitado de plástico de 50 ml y lavar de nuevo la bureta, esta vez con una pequeña porción de patrón que arrastre las gotas de agua que pudiesen quedar en el interior (también con la llave abierta). Repetir la operación.

4. Llenar la bureta con patrón HCl 0,1N hasta más arriba de la señal del 0 y, abriendo la llave, eliminar burbujas y enrasar a 0.
5. Con la pipeta aforada, medir 10 ml de disolución problema y verter en un matraz erlenmeyer de 100 ml.
6. Añadir 2 gotas de fenolftaleína.
7. Valorar dejando caer gota a gota HCl de la bureta hasta desaparición del color rosa.

5. Cálculo

La concentración (normalidad) de la disolución problema se calcula mediante la expresión:

$$V_a \times N_a = V_b \times N_b$$

Donde:

V_a = volumen de ácido

N_a = normalidad de ácido

V_b = volumen de base

N_b = normalidad de base

Conociendo la concentración real ahora podemos calcular el factor de corrección:

$$\text{Normalidad real} = \text{Normalidad teórica} \times \text{Factor de corrección}$$

6. Precauciones

Llevar guantes y gafas de seguridad

7. Residuos

Al ser residuos neutros pueden desecharse por el fregadero.

FACTORACIÓN DE DISOLUCIONES EMPLEANDO UN PATRÓN PRIMARIO

En el análisis volumétrico es importantísimo trabajar con patrones cuya concentración se conozca con exactitud. Con la factoración se pretende conocer la concentración real de una disolución con la mayor exactitud.

La factoración puede hacerse con patrones primarios, secundarios y soluciones valoradas, aunque la factoración con patrones primarios es la más exacta.

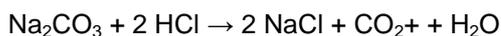
Las disoluciones una vez factoradas se pueden emplear como patrones para análisis volumétrico.

FACTORACIÓN DE UNA DISOLUCIÓN DE HCL

1. Fundamento

La factoración del HCl se hace mediante una valoración ácido-base. Uno de los patrones primarios más utilizados es el carbonato sódico anhidro (Na_2CO_3). También se emplean otros patrones primarios como KHCO_3 , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, CaCO_3 . Como indicador se emplea mucho el anaranjado de metilo, aunque también se pueden emplear el Rojo de metilo y Azul de bromofenol.

En esta práctica se utilizará Na_2CO_3 anhidro como patrón, y anaranjado de metilo como indicador. La reacción de neutralización que tiene lugar es:



Cuando se llega al punto de equivalencia el indicador vira de amarillo a color salmón.

2. Reactivos

- Na_2CO_3 anhidro
- anaranjado de metilo

3. Procedimiento

1. Calentar el Na_2CO_3 anhidro a 270-300°C para eliminar humedad y descomponer el bicarbonato que pueda acompañarle.
2. Pesar en un vaso de precipitado, alrededor de 0,1 g del reactivo anterior, anotando el peso con una exactitud de 0,001g (hacerlo por triplicado). Añadir a cada vaso 250ml de agua destilada y disolver. Poner cuatro gotas de indicador anaranjado de metilo.
3. Preparar una bureta lavada y enrasarla con el HCl que se desea valorar, haciendo pasar inicialmente porciones de HCl para eliminar las gotas de agua que puedan haber quedado en el interior de la bureta y que diluirían la disolución.
4. Añadir ácido de la bureta lentamente, o a volúmenes reducidos, sobre el Na_2CO_3 , agitando constantemente. Cuanto más permanezca el color anaranjado, menos ácido se añadirá, hasta terminar gota a gota.
5. El punto final se conoce por el cambio de color de amarillo a color salmón persistente.



Izquierda: color antes del viraje
Derecha: color después del viraje

4. Cálculos

Se calcula la Normalidad de cada una de las tres muestras del triplicado mediante la expresión:

$$N_{\text{HCl}} = \frac{\text{g Na}_2\text{CO}_3}{53 \cdot 10^{-3} \cdot V_{\text{HCl}}}$$

Deducción:

$$10^{-3} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot N_{\text{HCl}} = \text{Equivalentes de Na}_2\text{CO}_3$$

$$10^{-3} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot N_{\text{HCl}} = \frac{\text{g Na}_2\text{CO}_3}{\text{Peso equivalente de Na}_2\text{CO}_3}$$

Donde:

$$\text{Peso equivalente de Na}_2\text{CO}_3 = \frac{\text{Pm Na}_2\text{CO}_3}{2} = \frac{106}{2} = 53$$

El factor del ácido se calcula de la siguiente forma:

$$\text{Normalidad real (N}_1) = \text{Normalidad teórica (N}_t) \times \text{Factor de corrección}$$

$$F = \frac{N_1}{N_t}$$

5. Seguridad

Precaución al manipular la disolución de HCl. Utilizar guantes.

6. Residuos

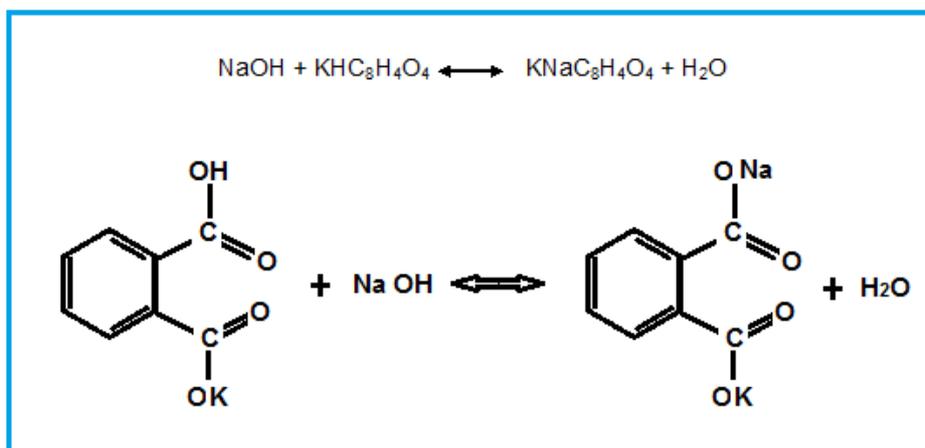
Pueden desecharse por el desagüe.

FACTORACIÓN DE UNA DISOLUCIÓN DE NaOH

1. Fundamento

En esta práctica se realiza la factoración de una disolución de NaOH mediante una valoración ácido-base. Uno de los patrones primarios más utilizados es el ftalato ácido de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ masa molecular 204.221g/mol). Como indicador se emplea la fenolftaleína.

La reacción de neutralización que tiene lugar es:



Se llega al punto final cuando el indicador vira de transparente a rosa leve.

2. Reactivos

- Ftalato ácido de potasio
- Fenolftaleína al 1% en metanol.

3. Procedimiento

1. Secar el ftalato a 105°C para eliminar humedad que pueda acompañarle.
2. Pesar en un vaso de precipitado, alrededor de 0,2 g del reactivo anterior, anotando el peso con una exactitud de miligramos (hacerlo por triplicado). Añadir a cada vaso 250ml de agua destilada y disolver. Poner dos gotas de fenolftaleína.
3. Preparar una bureta lavada y enrasarla con la disolución problema de NaOH que se desea valorar, haciendo pasar inicialmente porciones de NaOH para eliminar las gotas de agua que puedan haber quedado en el interior de la bureta y que diluirían la disolución.
4. Añadir ácido de la bureta lentamente, o a volúmenes reducidos, sobre el ftalato, agitando constantemente.
5. El punto final se conoce por el cambio de color de transparente a color rosa incipiente.

4. Cálculos

Para cada una de las tres muestras del triplicado se hará:

$$\text{Peso equivalente de ftalato} = \frac{\text{Peso molecular ftalato}}{1} = 204,22$$

La normalidad del NaOH será:

$$10^{-3} \cdot N_1 \cdot V_1 = \frac{\text{g ftalato}}{204,22}$$

N_1 : Normalidad de la disolución de NaOH (incógnita)

V1: Volumen gastado de disolución de NaOH
El factor del ácido se calcula de la siguiente forma:

Normalidad real (N_1) = Normalidad teórica (N_t) x Factor de corrección

$$F = \frac{N_1}{N_t}$$

6. Seguridad

Precaución al manipular la disolución de NaOH. Utilizar guantes.

7. Residuos

Pueden desecharse por el desagüe.

ANÁLISIS DE AGUAS



Phases of water impact on water ([Henningklevjer](#))
http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Water_Impact_0.jpg

RESIDUO SECO A 110°C

1. Principio

El residuo seco representa la totalidad de la materia sólida en suspensión o disuelta en una muestra de agua, y se determina gravimétricamente por evaporación de un volumen de agua y posterior pesada del residuo.

Un residuo alto afecta negativamente a la calidad del agua ya que los minerales pueden conferirle sabores desagradables, y algunos aumentan su dureza, haciéndola no apta para uso doméstico o industrial.

2. Material y aparatos

- Cápsulas de porcelana
- Baño de agua
- Estufa de desecación, regulable a 110°C.
- Balanza analítica. Sensibilidad mínima de 1 mg.

3. Procedimiento

- Desecar la cápsula a 110°C durante 20 minutos.
- Enfriar en desecador.
- Pesar la cápsula una vez fría, anotando el peso (p) en la tabla adjunta.
- Medir 100 ml de muestra de agua.
- Evaporar en placa calefactora hasta que el volumen se reduzca casi a sequedad.
- Terminar de evaporar poniendo la cápsula en estufa durante 1 hora a 105°C.
- Enfriar en desecador y pesar, anotando el peso (p') en la tabla adjunta.
- El residuo puede expresarse en tanto por ciento o en mg por litro.

Nº Muestra	Volumen (ml)	p (g)	p' (g)

4. Cálculos

$$\text{Residuo seco en mg/l} = (p-p') \frac{1000}{V} \times 1000$$

p = peso (g) de la cápsula vacía

p' = peso (g) de la cápsula conteniendo el residuo.

V = volumen (ml) del agua evaporada.

5. Seguridad

- Precaución con materiales calientes. Manejo de la cápsula con pinzas.

6. Eliminación de residuos

No procede. Limpiar la cápsula con detergente y estropajo o cepillo. En caso de incrustaciones resistentes, limpiar con vinagre diluido.

CLORUROS

1. Introducción

El ión cloruro (Cl⁻), es uno de los aniones inorgánicos principales en el agua natural y residual. El contenido en cloruros de las aguas es variable y se debe sobre todo a la composición química de los terrenos atravesados por las aguas. Habitualmente, el contenido de ión cloruro de las aguas naturales es inferior a 50 mg/l. En el agua potable, el sabor salado producido por el Cl⁻ es variable y depende de la composición del agua (sobre todo de los cationes, pues el catión Na⁺ confiere al agua un sabor salado más intenso que los demás cationes). Por eso, en el Real Decreto 140/2003 se establece para los cloruros una concentración máxima de 250mg/l.

En la industria y en la agricultura es también necesario controlar la concentración de cloruros, pues a niveles altos puede corroer el acero inoxidable y ser tóxico para la vida de las plantas.

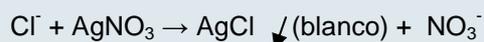
El método oficial para la determinación de cloruros en aguas es el de Mohr.

2. Principio

El método de Mohr se basa en precipitar los aniones cloruro añadiendo una solución valorada de nitrato de plata, utilizando cromato potásico como indicador.

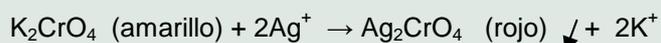
Las reacciones que se producen son:

Muestra / Patrón



Cuando han precipitado todos los cloruros presentes en la muestra en forma de cloruro de plata, el ión cromato del indicador empieza a precipitar con la plata en forma de cromato de plata, de color rojo.

Indicador



El punto final se detecta cuando se agotan los cloruros y comienza a formarse Ag₂CrO₄, que da un color anaranjado. Por tanto, se necesita un leve exceso de patrón para obtener un punto final nítido. Esto obliga a realizar una prueba en blanco en las mismas condiciones pero sustituyendo el agua problema por agua destilada a la que se agrega suficiente nitrato de plata para que aparezca el mismo color obtenido en la valoración del problema. La cantidad gastada en este ensayo en blanco se resta a la cantidad empleada en la valoración del problema.

El método de Mohr es aplicable sólo a disoluciones con pH comprendido entre 7 y 10, pues en disolución ácida la concentración de ión cromato disminuye al reaccionar con los iones hidrógeno.

3. Material y aparatos

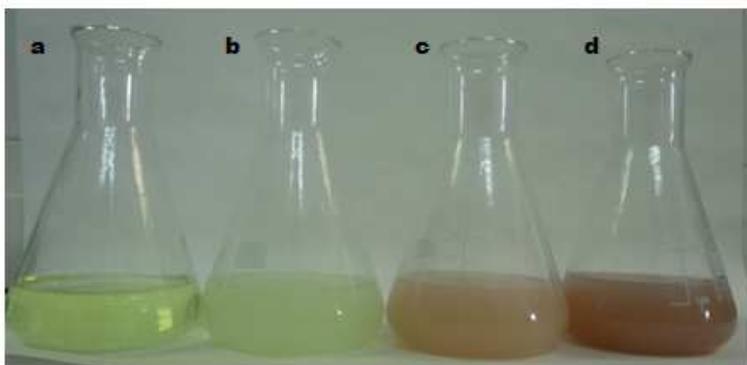
- Bureta de 10 ml
- Matraz erlenmeyer de 100 o 250 ml
- Vasos de precipitado para residuos
- Pipetas
- Cuentagotas

4. Reactivos

- Solución de nitrato de plata 0,1 N valorada frente a cloruro de sodio. Disolver 16,99 g de nitrato de plata en agua y diluir hasta un litro. Almacenar la solución en un frasco color topacio para protegerla de la luz.
- Solución al 5 por 100 de cromato de potasio. Disolver 5 g de cromato de potasio en 50 ml de agua y añadir nitrato de plata 0,1 N, gota a gota, hasta que se forme un precipitado rojo permanente. Filtrar y diluir hasta 100 ml.

5. Procedimiento

- Medir 25 ml de agua con ayuda de una pipeta aforada
- Con un cuentagotas, añadir tres gotas de la solución de cromato de potasio.
- Valorar, agitando enérgicamente, con nitrato de plata 0,1 N, hasta que aparezca el primer color anaranjado permanente.



a: color inicial, amarillo
 b: aspecto opalescente de la muestra debido a la precipitación de cloruro de plata
 c: color tras el viraje
 d: color rojo debido a un exceso de nitrato de plata

- Hacer paralelamente un ensayo en blanco en el que se sustituye la muestra por agua destilada.

6. Cálculos

$$\text{Cloruros en mg/l} = \frac{(V-V') \times 35,5 \times N \times 1000}{V''}$$

Siendo:

V = volumen (ml) de la solución de nitrato de plata utilizados en la valoración de la solución problema.

V' = volumen (ml) de la solución de nitrato de plata utilizados en la valoración del blanco.

V'' = volumen (ml) de la muestra.

N = Normalidad del Ag NO₃

Muestra nº	MI nitrato de plata
Blanco	

7. Seguridad

Precaución con el nitrato de plata. Utilizar guantes y gafas de seguridad.

8. Eliminación de residuos

Eliminarlos en el contenedor para residuos mezclados.

SULFATOS

1. Introducción

El ión sulfato, SO_4^{2-} , forma sales de moderadamente solubles a muy solubles. Las aguas dulces contienen de 2 a 150 ppm, y el agua de mar cerca de 3000 ppm. Aunque en agua pura se satura a unos 1500 ppm como Ca SO_4 , la presencia de otras sales aumenta su solubilidad.

En aguas industriales la determinación analítica por gravimetría con cloruro de bario es la más segura.

2. Principio

El método empleado se basa en que los sulfatos presentes en la muestra, cuando se añade cloruro de bario en medio ácido, forman sulfato de bario, que es insoluble y precipita. El sulfato de bario formado se puede determinar gravimétricamente.



La precipitación se hace en medio ácido, pues en medio neutro o alcalino pueden precipitar también sulfatos básicos y carbonato de bario (formado con el Bario y el CO_2 disuelto en el agua). Por otra parte, una pequeña concentración de hidrogeniones favorece la formación de un precipitado más compacto que precipita mejor. El precipitado debe dejarse reposar durante una hora para que las partículas adquieran un tamaño conveniente para la filtración.

El sulfato de bario contiene agua absorbida que se elimina fácilmente a 115°C , pero la sal está también fuertemente combinada con agua. Para eliminarla se debe calcinar el filtrado a $800 - 900^\circ\text{C}$.

3. Material y aparatos

- Vaso de precipitados de vidrio, de 500 ó 1000 ml
- Cuentagotas
- Embudo de vidrio
- Matraz elenmeyer
- Papel de filtración sin cenizas
- Cápsula de porcelana
- Placa calefactora
- Estufa de desecación, regulable a 110°C .
- Balanza analítica. Sensibilidad mínima de 1 mg
- Horno de mufla

4. Reactivos

- Ácido clorhídrico 35%
- Cloruro de bario 10%.

5. Procedimiento

Debe realizarse previamente un análisis cualitativo a fin de formarse una idea aproximada de si la muestra contiene o no sulfatos, y en caso de ser positiva, proceder a su determinación cuantitativa.

Prueba cualitativa.

- Si el agua contiene sulfatos se enturbia o da un precipitado blanco, cuando acidulada con HCl, se la adiciona una disolución de cloruro de bario.

Prueba cuantitativa.

- Medir 200 ml del agua con ayuda de una probeta.
- Colocar en una placa calefactora y mantener en ebullición hasta evaporar hasta aproximadamente 100 ml
- En ebullición, acidificar con tres gotas de HCl, comprobándose que está ácido.
- Adicionar poco a poco cloruro bórico al 10 %. Un ligerísimo enturbiamiento debido a un polvillo fino indica la presencia de sulfatos. La cantidad de estos es tanto mayor cuanto mayor sea el volumen del precipitado. Terminar de añadir cloruro de bario cuando ya no se observe formación de precipitado.
- Calentar hasta que empiece a hervir
- Dejar en reposo unas cuantas horas.
- Filtrar a través de un filtro sin cenizas
- Lavar varias veces el papel con agua destilada con el fin de que en el precipitado sólo quede sulfato de bario.
- Para comprobar que el contenido del papel de filtración está limpio de iones solubles, echar un par de gotas de nitrato de plata en el fondo de un matraz o vaso y hacer caer unas gotas del líquido filtrado. Si éste está limpio no debe observarse enturbiamiento. Si aparece enturbiamiento, se debe a la presencia de cloruros. En este caso se debe seguir lavando hasta que la reacción de cloruros sea negativa.
- Calcinar un crisol a 300°C
- Pesarse el crisol en balanza analítica con sensibilidad de 1 mg (P₁)
- Pasar el filtro y el precipitado al crisol.
- Secar en estufa a 100 °C durante unos minutos
- Calcinar en horno mufla a 800°C.
- Enfriar en estufa, atemperar en un desecador y pesar hasta pesada constante el sulfato de bario (P₂).
- Anota los resultados en la siguiente tabla:

Muestra nº	P ₁	P ₂

6. Cálculo

$$\text{Sulfatos (mg/l)} = \frac{0,4115 \times (P_2 - P_1)}{V} \times 1000$$

Siendo:

P₁= peso, en g, del crisol vacío

P₂= peso, en g, del crisol tras la calcinación

V = volumen (ml) de la muestra.

7. Seguridad

Precaución con el ácido clorhídrico. Utilizar guantes y gafas de seguridad. Manipular este ácido en campana de gases. Precaución con medios de calentamiento y líquidos calientes. Uso de guantes aislantes.

8. Eliminación de residuos

Aguas de lavado del precipitado: si su pH es ácido, eliminarlos en el contenedor para residuos mezclados

CALCIO

1. Introducción

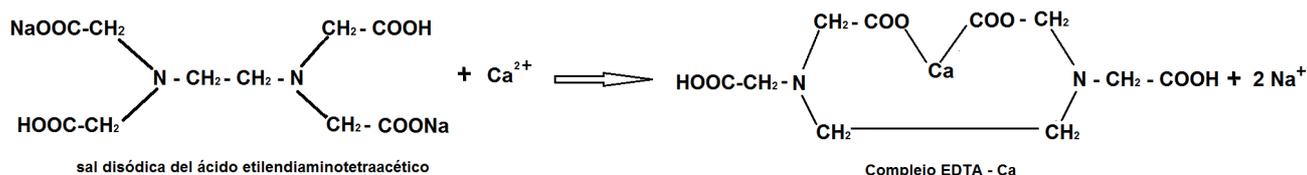
El ión calcio aparece en el agua por solubilización de yesos, silicatos o calizas. Por eso las aguas que discurren por terrenos ricos en estos minerales tienen un mayor contenido en calcio. Este ión forma sales que pueden ser de moderadamente solubles a muy insolubles; de hecho, precipita fácilmente como CaCO_3 y, junto con el magnesio contribuye a la dureza del agua.

Las aguas dulces suelen contener de 10 a 250 ppm o incluso 690 ppm. El agua del mar contiene unos 400 ppm.

2. Principio

El calcio se determina analíticamente por complexometría a pH 12-13, empleando EDTA como patrón y en presencia de murexida como indicador.

El EDTA es capaz de formar complejos muy estables con una amplia variedad de iones metálicos, lo que lo hace muy útil en el análisis volumétrico de varios metales como Ca y Mg. En el laboratorio se utiliza sobre todo el EDTA disódico, que presenta más solubilidad. Este último compuesto (EDTA-Na_2) recibe diferentes nombres dependiendo de la casa comercial: los más comunes son Titriplex, Sequestrene, Versenes o Trilon, entre otros.

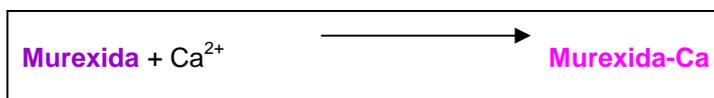


La determinación de la dureza debida al calcio se hace a pH 12-13, pues en este rango de pH, el magnesio precipita como $\text{Mg}(\text{OH})_2$ y no interviene en la reacción. Por otra parte, el indicador (murexida) solo se combina con el calcio.

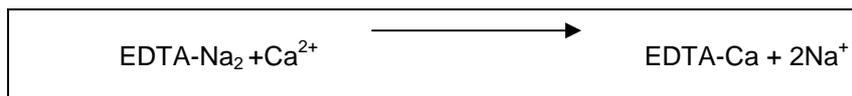
La murexida es un indicador metalcrómico. Estos indicadores forman complejos coloreados cuando se combinan con iones como Ca^{2+} y Mg^{2+} , siendo el color de la forma libre diferente del que tienen cuando están combinados con metales. El color de la forma libre de la murexida es violeta, y rosa el de la forma combinada.

Las reacciones que tienen lugar son:

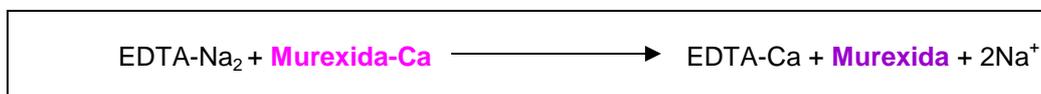
Inicialmente cuando se añade la murexida, ésta se combina con iones calcio de la muestra, y su color se vuelve rosa:



A medida que se va valorando, el EDTA se combina con el Ca^{2+} libre de la muestra de acuerdo con la siguiente reacción:



Cuando EDTA se haya combinado con todo el Ca^{2+} libre, pasa a combinarse con el calcio que estaba unido a murexida. Al pasar ésta a forma libre, se llega al punto final. La reacción sería:



3. Material y aparatos

- Bureta de 10 ml
- Probeta de 100 ml
- Matraz erlenmeyer de 250 ml
- Vaso de precipitado para residuos
- Pipeta de 5 ml
- Prepipeta
- Espátula pequeña

4. Reactivos

- Solución de EDTA 0,1 M
- Solución de Na OH 4N
- Murexida (indicador)

5. Procedimiento

- Medir 100 ml del agua problema con ayuda de una probeta
- Adicionar 2 ml de NaOH 4N (pH= 11-12)
- Añadir unos pocos mg (una punta de espátula) de murexida
- Valorar con EDTA 0,1 N hasta viraje de rosa a violeta.



A: color inicial, rosa
B: color tras el viraje

6. Cálculos

La concentración de Ca^{2+} se suele calcular como g/l o mg/l de Ca^{2+} , aunque también es usual calcularlo como g/l o mg/l de CaO :

$$\text{g/l de Ca}^{2+} = \frac{V_E \times N_E}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \times 40$$

$$\text{g/l de CaO} = \frac{V_E \times N_E}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \times 56$$

Donde:

V_E : volumen (ml) de EDTA

N_E : normalidad del EDTA

$V_{\text{H}_2\text{O}}$: volumen (ml) de agua problema

40 y 56 son, respectivamente los pesos moleculares del Ca y CaO

7. Seguridad

Precaución con la disolución de NaOH. Utilizar guantes y gafas de seguridad.

8. Eliminación de residuos

En contenedor para residuos alcalinos.

MAGNESIO

1. Introducción

El ión, Mg^{2+} , tiene propiedades muy similares a las del ión calcio, pero sus sales son, en general, más solubles y difíciles de precipitar; por el contrario su hidróxido, $Mg(OH)_2$, es menos soluble. Las aguas dulces suelen contener entre 1 y 100 ppm, y el agua de mar contiene unos 1300 ppm. Cuando la concentración alcanza varios centenares de ppm da al agua sabor amargo y propiedades laxantes que pueden afectar su potabilidad. Contribuye a la dureza del agua, y a pH alcalino puede formar incrustaciones de hidróxido.

2. Principio

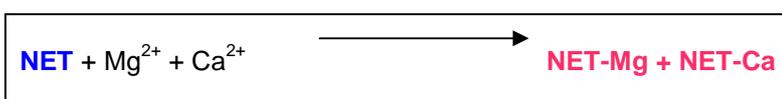
El magnesio se determina por complexometría a pH 10, empleando EDTA como patrón y en presencia de negro de eriocromo T como indicador.

Para mantener un pH 10, se utiliza un tampón NH_3/NH_4Cl . Este tampón es necesario para evitar la formación de sales insolubles de calcio y magnesio, que se forman a valores superiores, y para el correcto viraje del indicador.

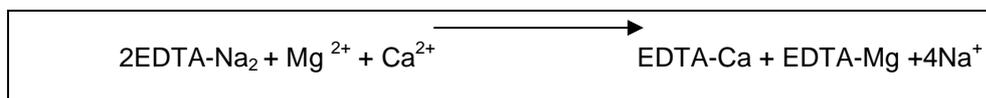
El negro de eriocromo T es un indicador metalcrómico que se une a iones Mg^{2+} y Ca^{2+} . Su color en forma libre es azul, y en forma combinada es de color rosa.

Las reacciones que tienen lugar son:

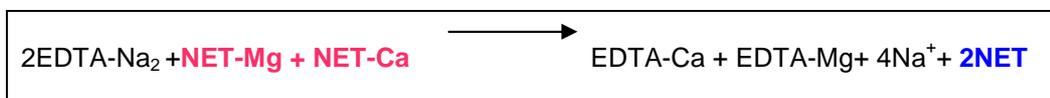
Inicialmente cuando se añade el negro de eriocromo T, se combina con iones calcio y magnesio de la muestra, y su color se vuelve rosa:



A medida que se añadiendo EDTA, éste se combina con los iones Ca^{2+} y Mg^{2+} libres de la muestra, de acuerdo con la siguiente reacción:



Cuando todos los iones Ca^{2+} y Mg^{2+} libres se han combinado con EDTA, éste pasa a combinarse con el calcio y magnesio que estaban unidos a murexida. Al pasar ésta a forma libre, se llega al punto final. La reacción sería:



3. Material y aparatos

- Bureta de 10 ml
- Probeta de 100 ml
- Matraz erlenmeyer de 250 ml
- Vaso de precipitado para residuos
- Pipeta de 5 ml
- Prepipeta
- Espátula pequeña

4. Reactivos

- Solución de EDTA 0,1 M
- Disolución tampón, que se prepara disolviendo en agua destilada 250 g de NH₃ de d= 0,925 y 54 g de CINH₄, y completando hasta 1l.
- Indicador negro de eriocromo T: se prepara disolviendo 0,2 g del indicador y 0,5 g de BO₂ Na en 15 ml de metanol. También puede usarse una punta de espátula, aunque dado el elevado poder colorante de este indicador, es difícil conseguir un color uniforme en diferentes muestras.

5. Procedimiento

- Tomar 100 ml de muestra
- Añadir 5 ml de una disolución tampón CINH₄ / NH₃ a pH=10
- Se añaden unas gotas de negro de eriocromo T (o una punta de espátula)
- Valorar con EDTA 0.1 N hasta viraje a azul



Color antes del viraje (rosa) y después (azul)

6. Cálculos

Si existe calcio en la muestra, este ión reacciona con el EDTA de manera idéntica al magnesio; por consiguiente, para calcular la concentración de magnesio debe restarse al volumen de EDTA gastado en esta valoración el volumen consumido por el calcio, que habrá de determinarse previamente.

V_m = Volumen gastado en la valoración de (Ca + Mg) - volumen gastado en la valoración de Ca.

Con el valor de V_m se calcula la concentración de Mg²⁺. La concentración de Mg²⁺ se suele calcular en g/l o mg/l.

$$\text{g/l de Mg}^{2+} = \frac{V_m \times N_E}{V_{H_2O}} \times 24,32$$

Donde:

V_m : volumen (ml) de EDTA gastados sólo por Mg²⁺

N_E : normalidad del EDTA

V_{H_2O} : volumen de agua problema

24,32 es el peso molecular del Mg

Para calcular la dureza es necesario hallar los g/l de Mg como CaO de la siguiente forma:

$$\text{g/l de Mg}^{2+} \text{ como CaO} = \frac{\text{g/l de Mg}^{2+} \times 56}{24,32}$$

56 y 24,32 son respectivamente los pesos moleculares de CaO y de Mg.

7. Seguridad

Precaución con medios de calentamiento. Utilizar guantes aislantes para coger el recipiente caliente.

8. Eliminación de residuos

Eliminar en el contenedor para residuos alcalinos.

DETERMINACION DE LA DUREZA TOTAL

1. Principio

Las sustancias que hacen que un agua sea dura son las sales de Ca y Mg que aparecen como CaCO_3 , MgCO_3 , CaCl_2 , MgCl_2 , CaSO_4 , MgSO_4 , etc. Estos compuestos se encuentran solubilizados en agua y pueden determinarse por complexometría.

La dureza total se define como la suma de las concentraciones de los alcalino-térreos bajo las formas de carbonatos, cloruros, nitratos y fosfatos (iones Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} y Ba^{2+}) expresada en mmol/l ó meq/l ó g/l de óxido de calcio ó carbonato cálcico.

En la industria es muy importante la determinación de la dureza ya que en las aguas duras se reduce la actividad de agentes de limpieza y de

2. Cálculo

El método más usual para determinar la dureza es calculándola a partir de los resultados de las valoraciones de calcio y magnesio con EDTA.

La dureza se suele expresar en grados hidrotimétricos. Hay varias formas de expresarlos, aunque las más usuales son en grados alemanes y en grados franceses. El grado Alemán representa los g/l de Ca y Mg en forma de CaO. El grado francés expresa lo mismo pero en forma de CaCO_3 .

Un grado alemán equivale a 0,01 g/l de óxido de calcio (CaO), mientras que un grado Francés equivale a 0,01 g/l de carbonato cálcico (CaCO_3).

A partir de los grados alemanes se pueden calcular los grados franceses multiplicando los grados alemanes por 1,79.

El rango adecuado en dureza total para aguas aprovechables por la industria conservera está entre 15 y 25 grados hidrotimétricos alemanes ó bien entre 26,85 y 44,75 grados hidrotimétricos franceses.

CLORO (MÉTODO YODOMÉTRICO)

1. Principio

El cloro liberará yodo a partir de disoluciones de yoduro potásico a pH inferior a 8. El yodo libre se valora con una solución patrón de tiosulfato sódico ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) con almidón como indicador.

La valoración es necesario hacerla a pH 3-4, ya que la reacción no es estequiométrica a pH neutro debido a la oxidación parcial del tiosulfato a sulfato.

Límite de detección

Las concentraciones inferiores a 1 mg/l no se pueden determinar bien con este método.

2. Reactivos

- Ácido acético glacial
- Yoduro potásico
- Tiosulfato sódico patrón (0,1N)
- Solución indicadora de almidón: Añádanse 0,5 g de almidón a 100 ml de agua destilada hirviendo, agítese y déjese reposar. Utilizar el sobrenadante transparente.

3. Procedimiento

- Poner en un matraz 5 ml de ácido acético glacial, o cantidad suficiente para reducir el pH hasta un valor comprendido entre 3,0 y 4,0.
- Añadir 1 g de Yoduro potásico.
- Verter cuidadosamente 50 ml de agua y mezclar con una varilla.
- Valorar con tiosulfato fuera de la luz solar directa hasta que desaparezca casi por completo el color amarillo del Yodo.
- Añadir entonces 1 ml de la solución de almidón, y valorar hasta desaparición del color azul.

4. Cálculos

$$\text{Cloro (g/l)} = \frac{V_t \times N_t \times 35,45}{V_m}$$

Donde:

V_t = Volumen gastado de tiosulfato

V_m = Volumen de muestra.

N_t = Normalidad del tiosulfato

5. Seguridad

Precaución con el ácido acético. Utilizar guantes y gafas de seguridad. Manipular este ácido en campana de gases.

6. Eliminación de residuos

En el contenedor para residuos mezclados.

ANÁLISIS DE ZUMOS



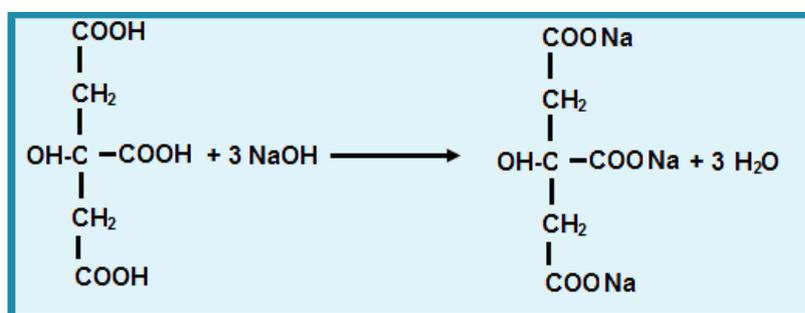
ACIDEZ TOTAL

1. Introducción

Las frutas contienen ácidos orgánicos, entre los que destacan en importancia los ácidos cítrico, málico y tartárico. La proporción de estos ácidos va reduciéndose durante la maduración y alcanza su mínimo en la fruta madura. Por lo tanto, la determinación de la acidez total es el parámetro más importante para conocer el grado de madurez de la fruta.

1. Principio

El método consiste en una valoración potenciométrica con una disolución alcalina hasta pH = 8,1 de la acidez del zumo o derivado, previa eliminación del dióxido de carbono.



La acidez valorable se puede expresar en mEq/L o Kg según la fruta, o en porcentaje del ácido predominante según la siguiente tabla:

Fruta	Acidez valorable	Observaciones
Naranja	90 - 240 mEq/L	Los valores indicados corresponden a 5,8 - 15,4 g/l, calculados como ácido cítrico anhidro pH 8,1.
Albaricoque	100 - 300 mEq/kg	Los valores indicados corresponden a 6,4 - 19,2 g/kg, calculado como ácido cítrico anhidro a pH 8,1
Mandarina	90 - 300 mEq/L	Los valores indicados corresponden a 5,8 - 19,2 g/l, calculados como ácido cítrico anhidro pH 8,1
Manzana	35 - 117 mEq/L	Depende esencialmente del contenido en ácido L-málico. Los valores indicados corresponden a 2,3 - 7,8 g/l, calculados como ácido málico a pH 8,1. Se pueden encontrar valores inferiores en muestras procedentes de determinados países
Melocotón	50 - 125 mEq/kg	Los valores indicados corresponden a 3,2 - 8,0 g/kg, calculado como ácido cítrico anhidro a pH 8,1
Pera	22 - 110 mEq/kg	La acidez esta esencialmente determinada por la proporción de ácido málico y cítrico y esta sujeta a variaciones. Los valores indicados corresponden a 1,4 - 7,0 g/kg, calculado como ácido cítrico anhidro a pH 8,1
Piña	50 - 180 mEq/L	El nivel de acidez esta determinado esencialmente por la proporción de los ácidos cítrico y málico y de pende bastante de las condiciones de clima y suelo. Los valores indicados corresponden a 3,2 - 11,5 g/l calculado como ácido cítrico anhidro (pH 8,1). La suma de ácido málico y cítrico es aproximadamente el 30% superior a la acidez valorable a pH 8,1 calculada como ácido cítrico anhidro El ácido tartárico no esta presente en la fruta.

2. Material y aparatos

- pH-metro
- Electrodo /s para medida de pH
- Agitador magnético
- Material de vidrio de uso normal en laboratorio

3. Reactivos

- Solución de hidróxido de sodio 0,1 N

4. Procedimiento

Tomar 20 ml de muestra triturada en un vaso. Llevar al pH- metro. Valorar agitando con hidróxido de sodio hasta pH = 8,1.

5. Cálculos

Los resultados se expresan en gramos de ácido cítrico /100 ml de muestra.

$$\text{g de ácido cítrico/100 ml} = \frac{6,4 \times V_1 \times N}{V_2}$$

Siendo:

N = Normalidad del hidróxido de sodio

V₁= Volumen de .hidróxido de sodio NaOH 0,1N utilizados en la valoración

V₂= Volumen de muestra tomada

6. Seguridad

Utilizar guantes y gafas de seguridad.

7. Eliminación de residuos

Al ser un residuo neutro de zumo puede eliminarse por el desagüe.

ACIDEZ FIJA Y ACIDEZ VOLÁTIL

1. Introducción

Estos parámetros se determinan en vinos y vinagres en los que pueden aparecer ácidos volátiles como el acético que se evaporan al calentar.

ACIDEZ FIJA

2. Principio

Se determinan los ácidos fijos que contienen el elaborado por evaporación de los ácidos volátiles y posterior valoración de la acidez del residuo.

3. Material y aparatos

- Batería calefactora
- pH-metro
- Electrodo /s para medida de pH
- Agitador magnético
- Material de vidrio de uso normal en laboratorio

4. Reactivos

- Solución de hidróxido de sodio 0,1 N

5. Procedimiento

1. Tomar 20 ml de muestra triturada en un vaso.
2. Añadir 50 ml de agua destilada
3. Evaporar casi a sequedad en la batería calefactora.
4. Añadir 50 ml de agua, y así sucesivamente hasta 5 veces con cuidado de no quemar el contenido del vaso.
5. Se añade al residuo 100 ml de agua destilada Llevar al pH- metro.
6. Valorar agitando con hidróxido de sodio hasta pH = 8,1.

6. Cálculos

Los resultados se expresan en gramos de ácido cítrico /100 ml de muestra.

$$\text{g de ácido cítrico/100 ml} = \frac{6,4 \times V_1 \times N}{V_2}$$

Siendo:

N = Normalidad del hidróxido de sodio

V₁= Volumen de .hidróxido de sodio NaOH 0,1N utilizados en la valoración

V₂= Volumen de muestra tomada

7. Seguridad

Utilizar guantes y gafas de seguridad. Precaución con medios de calentamiento y líquidos calientes.

Uso de guantes aislantes.

8. Eliminación de residuos

Al ser un residuo neutro de zumo puede eliminarse por el desagüe.

ACIDEZ VOLATIL

Se define acidez volátil de un elaborado cuya composición incluye el ácido acético al porcentaje en peso de este ácido que contiene el producto.

La acidez volátil puede determinarse por diferencia entre acidez total y fija o por destilación.

ÍNDICE DE FORMOL

1. Principio

El índice de formol es un parámetro característico de cada especie de fruta. El REAL DECRETO 1518/2007, de 16 de noviembre, por el que se establecen parámetros mínimos de calidad en zumos de frutas y los métodos de análisis aplicables establece los valores para el índice de formol de diferentes frutas. Estos valores vienen recogidos en la tabla siguiente:

Fruta	índice de formol	Observaciones
Naranja	15-26	Cuando el índice esta por debajo del valor mínimo debe examinarse su trazabilidad El valor máximo puede superarse dependiendo de la materia prima, ejemplo navel de California o Valencia de España.
Albaricoque	12-50	
Mandarina	15-26	Cuando el valor es inferior al valor mínimo establecido, debería examinarse el origen
Manzana	3-10	Los zumos procedentes de manzanas dulces pueden no alcanzar el valor mínimo indicado.
Melocotón	15-35	
Pera	2-17	
Piña	8-20	Valores inferiores a 8 indican dilución con agua o uso desproporcionado de corazones

En una misma especie, este índice varía con el grado de maduración y con la presión de extracción, y en el caso de la naranja, es especialmente elevado en variedades de naranjas como la californian navel, y disminuye en las que han sufrido heladas así como en frutos verdes o insuficientemente maduros.

En zumos de fruta procesados, este índice se utiliza para detectar la adición simultánea y fraudulenta de ácido y azúcar a un mismo zumo.

2. Fundamento

El formaldehído reacciona con los α - aminoácidos. La adición de formaldehído deja libre un H^+ por molécula de aminoácido. Partiendo de un zumo neutralizado hasta pH 8,1, se añade formaldehído y se valora la acidez con una solución alcalina.

3. Material y aparatos

- PH-metro
- Material de uso normal en el laboratorio.

4. Reactivos

- Solución de hidróxido de sodio 0,1 n.
- Solución de hidróxido de sodio al 35%.
- Agua oxigenada al 30%.
- Solución de formaldehído puro, del 35% como mínimo, cuyo pH se lleva exactamente a 8,1 mediante la solución de hidróxido sódico, utilizando el pH-metro. Comprobar cada hora.

5. Procedimiento

- Poner en un vaso 25 ml de muestra (en el caso de zumo de limón, 10 ml de zumo y 10 ml de agua destilada), o bien la cantidad correspondiente de concentrado diluido a este volumen.
- Añadir gota a gota la solución de sosa al 35% hasta que el pH se encuentre entre 6 y 7. Una vez alcanzado este pH, se neutraliza con hidróxido de sodio 0,1n hasta pH 8,1 utilizando el pH-metro.
- Añadir 10 ml de la solución de formaldehído y mezclar.
- Al cabo de un minuto, efectuar la valoración potenciométrica de la solución problema hasta pH 8,1, utilizando la solución de hidróxido de sodio 0,1n.
- En caso de utilizar mas de 20 ml de la solución de hidróxido sódico 0,1n, la valoración debe hacerse utilizando 15 ml de la solución de formaldehído, en lugar de 10 ml.
- Si el zumo contiene SO_2 , añadir unas gotas de H_2O_2 antes de la neutralización.

6. Cálculos

El índice de formol de la muestra analizada es igual a la cantidad (expresada en ml) de hidróxido sódico 0,1n utilizada para valorar 100 ml de muestra. Se expresa con una cifra decimal.

7. Seguridad

Trabajar con guantes.

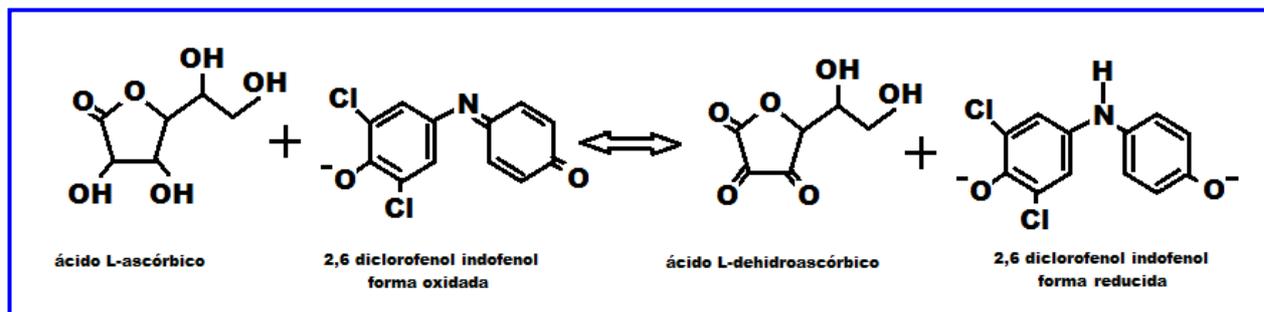
8. Residuos

El contenido líquido de los vasos se elimina en el contenedor para residuos ácidos.

ACIDO ASCÓRBICO

1. Principio

El ácido ascórbico tiene una fuerte capacidad reductora, y puede determinarse químicamente en el laboratorio utilizando un colorante como el 2,6 diclorofenolindofenol (azul en medio básico y rojo en medio ácido), que se decolora al reducirse.



2. Reactivos

- Acido metafosfórico .
- 2,6 - diclorofenol-indofenol
- Acido acético
- Vitamina C
- Agua destilada hervida (exenta de CO₂)

Preparación de los reactivos

- Solución de ácido acético-ácido metafosfórico. Disolver 15 gramos de ácido metafosfórico R.A. en 40 ml de ácido acético. Diluir hasta 500 ml y mantener la solución a 36°C. Antes de utilizarla, sacarla del frío y dejarla hasta que alcance temperatura ambiente. Debido a la hidrólisis del HPO₃ a H₃PO₄ conviene preparar la solución nueva cada semana.
- Solución patrón de ácido ascórbico. Pesar exactamente 50 mg de ácido ascórbico. Pasar a un matraz aforado de 100 ml y diluir hasta el enrase con el reactivo ácido meta fosfórico-ácido acético. Preparar esta solución inmediatamente antes de su utilización ya que es muy inestable, especialmente en presencia de cobre.
- Solución del colorante: Disolver 50 mg de la sal sódica del 2-6-diclorofenol-indofenol en 50 ml de agua, a la cual se han añadido previamente 42 mg de bicarbonato sódico. Agitar fuertemente y cuando se disuelva el colorante diluir hasta 200 ml con agua. Filtrar a través de un filtro de pliegues y guardar en el refrigerador en frasco topacio. Para 500 ml pesar 125 mg de colorante y 105 de bicarbonato.

3. Procedimiento

Valoración del colorante (hacer esta valoración por triplicado). Esta valoración permite conocer los ml de solución de colorante 2-6-diclorofenol-indofenol consumidos por cada mg de ácido ascórbico.

1. Verter 5 ml de la disolución metafosfórico - acético en un erlenmeyer de 50 ml.
2. Añadir 2 ml de la disolución recientemente preparada de ácido ascórbico.
3. Valoración rápida con la solución del colorante hasta la aparición de un color rosa claro que se mantendrá al menos 5 seg.
4. Hacer por triplicado tres blancos con 7 ml de reactivo metafosfórico-acético. Calcular los mg de ácido ascórbico equivalentes a 1 ml de colorante.

Valoración del zumo

1. Se toman 10 ml de zumo
2. Se añaden 10 ml de metafosfórico-acético
3. Filtrar
4. Tomar 5 ml de filtrado y verterlo en un erlenmeyer, añadir un poco de agua destilada para ver mejor el viraje.
5. Valorar inmediatamente con la solución de colorante hasta la aparición de un color rosa débil, persistente por lo menos 5 seg.

4. Cálculos

Valoración del colorante

La disolución patrón contiene 50 mg/100 ml de ácido ascórbico, o sea, 0,5mg de ascórbico por cada ml.

Por tanto, la cantidad de ácido ascórbico valorada ha sido de:

$$2\text{ml} \times 0,5\text{mg/ml} = 1 \text{ mg de ascórbico}$$

De este modo se calculan los ml de colorante necesarios para valorar cada ml de ácido ascórbico (U1)

$$U_1 = \text{ml de colorante gastado/mg de ascórbico}$$

Valoración de la muestra

Llamamos U2 a los ml de colorante gastados en la valoración de la muestra

$$\text{mg de vitamina C en la muestra} = U_2/U_1$$

$$\text{mg de vitamina C/100 ml de muestra} = \frac{100 \times U_2}{V \times U_1}$$

Donde:

U_1 = ml de colorante gastado/mg de ascórbico

U_2 = ml de colorante gastado/V ml de muestra

V = ml de muestra

5. Residuos

Los restos de la valoración se desechan en el contenedor para residuos mezclados.

6. Seguridad

Los ácidos acético y metafosfórico son corrosivos. Se deben utilizar gafas y guantes en la preparación y manipulación de la disolución metafosfórico-acético.

ACEITES ESENCIALES (MÉTODO DE SCOTT)

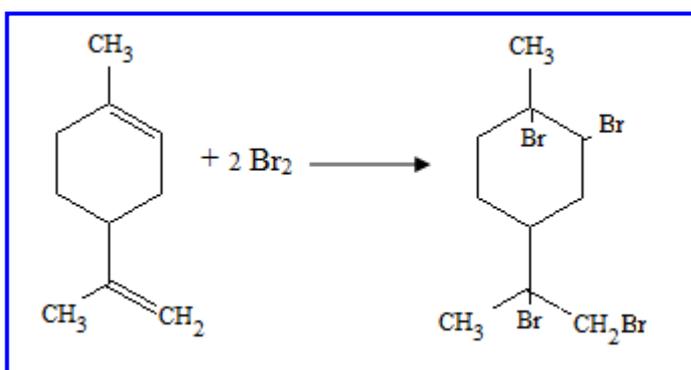
1. Introducción

Los aceites esenciales de cítricos se localizan en las cortezas, tallos y hojas de éstos. Son los responsables de los aromas de estos frutos. Industrialmente se emplean como agentes aromatizantes, aunque también se emplean en farmacología. Por su estructura, también tienen acción antioxidante. Se obtienen industrialmente por destilación y por centrifugación de la emulsión obtenida al lavar las cortezas de cítricos durante la extracción de zumos.

Químicamente son mezclas de diferentes terpenos de cadena corta, lo que los convierte en sustancias apolares y muy volátiles. Los aceites esenciales de limón y naranja contienen más de un 90% de limoneno (Weiss, 1997).

2. Principio

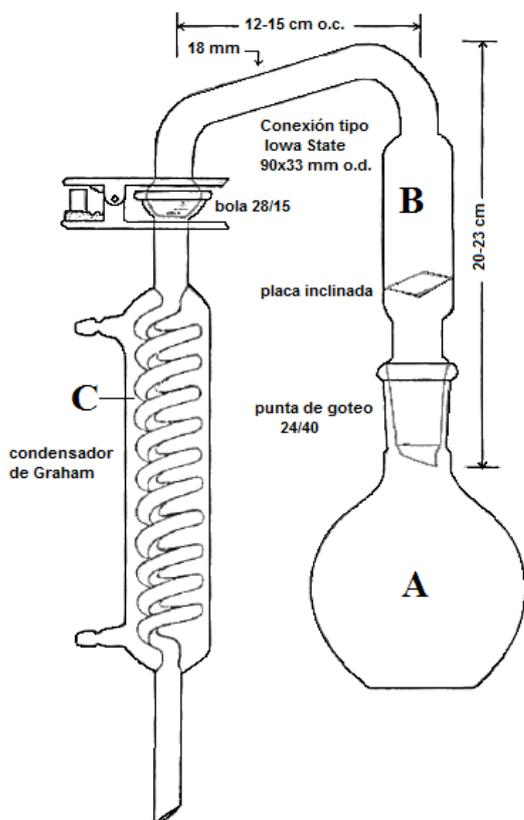
El método consiste en una extracción de los aceites esenciales por destilación y su posterior valoración empleando un patrón bromato-bromuro potásico $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ previa acidificación con HCl . El limoneno presente en el destilado reacciona con el Br formándose tetrabromuro de limoneno:



Paralelamente se valoran tres pruebas en blanco conteniendo isopropanol y disolución indicadora. Como el limoneno consume parte de patrón, posteriormente es necesario deducir el volumen de HCl gastado por las pruebas en blanco. La valoración se termina cuando el anaranjado de metilo (color naranja) se decolora.

3. Material y equipos

- Placa calefactora eléctrica con tapa refractaria, 500-700 watts
- Manta calefactora
- Agitador magnético e imanes teflonados
- Bureta de 10 ml con divisiones de 0,1 ml
- Equipo de destilación (ver gráfico) integrado por:
 - matraz de destilación redondo con fondo plano, con cuello 24/40 (A)
 - bulbo conector tipo lowa state de 90x35 mm de diámetro. (B)
 - condensador de Graham de 200 mm con conexión 28/15 y boquilla de goteo (C)



4. Reactivos

- Solución valorada de bromato-bromuro potásico $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 0.0247 N
- Isopropanol
- Solución de anaranjado de metilo 0,1%. Disolver 0,1g de anaranjado de metilo en 100 ml de agua destilada.
- Solución indicadora: Mezclar cuidadosamente 1 parte de HCl con 2 partes de agua destilada. Añadir a 1l de esta disolución 5 ml de disolución de anaranjado de metilo al 0,1% y mezclar.

5. Procedimiento

1. Introducir 25 ml de isopropanol, 25 ml de agua destilada y 25 ml de muestra en el matraz de destilación.
2. Poner en marcha la placa calefactora y hacer circular agua por el condensador de abajo a arriba.
3. Colocar un matraz erlenmeyer de 150 ml bajo la boquilla de salida del condensador.
4. Conectar el matraz de destilación al conector.
5. Destilar hasta que aparezca condensación el tubo conector o hasta que cese la salida del destilado. El tiempo aproximado es de 3 a 3,5 minutos, y el volumen de destilado suele exceder los 30 ml.
6. Añadir 10 ml de solución indicadora al matraz erlenmeyer conteniendo el destilado.
7. Titular el destilado empleando la solución bromato-bromuro potásico 0,0247 N hasta viraje a amarillo de la solución indicadora.
8. Anotar el volumen de patrón gastado.
9. Hacer un blanco titulando 3 muestras con 25 ml de isopropanol y 10 ml de solución indicadora sin rellenar la bureta. Dividir por tres el volumen de patrón empleado para obtener la media de valoración del blanco.

6. Cálculos

Como 1 mol de D-limoneno reacciona con 2 moles de Br₂ o 4 moles de Br (bromina), 1 ml de disolución patrón KBrO₃-KBr 0,0247 N equivale a 0,001 ml o 0,00084g de D-limoneno, y equivale a un 0,004% de aceite esencial para un volumen de 25 ml de muestra.

$$\% \text{ aceite esencial (v/v)} = \frac{\text{volumen de aceite en la muestra}}{\text{volumen de muestra}} \times 100$$

$$= \frac{\left(\frac{\text{ml patrón}}{1000 \text{ ml/l}}\right) (\text{N patrón}) \left(\frac{1}{4}\right) (\text{P. mol Limoneno}) \left(\frac{1}{\text{Peso específico aceite g/ml}}\right)}{\text{volumen de muestra}} \times 100$$

$$= \frac{\left(\frac{\text{ml patrón}}{1000 \text{ ml/l}}\right) (0.0247 \text{ N}) \left(\frac{1}{4}\right) (136.23 \text{ g/mol}) \left(\frac{1}{0.84 \text{ g/ml}}\right)}{(\text{ml de muestra})} \times 100$$

$$= \frac{(\text{ml patrón})(0.00084 \text{ g}) \left(\frac{1}{0.84 \text{ g/ml}}\right)}{(\text{ml de muestra})} \times 100$$

$$= \frac{(\text{ml patrón})(0.0010 \text{ ml})}{(\text{ml de muestra})} \times 100$$

$$= \frac{(\text{ml patrón})}{(\text{ml de muestra})} \times 0.1$$

Donde:

(ml netos de KBrO₃-KBr) = (ml KBrO₃-KBr empleados en la valoración de la muestra – ml KBrO₃-KBr empleados en la valoración del blanco).

Para 25 ml de muestra de zumo titulados con KBrO₃-KBr 0.0247 N:

$$\% \text{ aceite esencial (v/v)} = \frac{(\text{ml netos de KBrO}_3\text{-KBr})(0,0010\text{ml})}{(25 \text{ ml})} \times 100$$

7. Residuos

Desechar en contenedor para residuos mezclados.

8. Seguridad

Precaución con reactivos inflamables (isopropanol). Manejar con guantes de protección térmica,

9. Referencia

Official Methods of Analysis. 1999. 16th Edition, 5th Reversion, AOAC International, Gaithersburg, MD, method 968.20, 939.12, and 947.13.

Scott, W.C. and M.K. Veldhuis. 1966. Rapid estimation of recoverable oil in citrus juices by bromate titration. J. AOAC. 49:628 – 633.

JBT Corporation, JBT FoodTech, Citrus Systems.

Weiss E.A. Essential Oil Crops. Cab International: New York, USA, pp 417-511

ANÁLISIS DE ACEITES Y GRASAS



NORMATIVA SOBRE ACEITES DE OLIVA

El Reglamento 1989/2003 de 6 de noviembre define los siguientes tipos de aceite de oliva.

- **Aceite de Oliva Virgen:** Es aquel aceite obtenido exclusivamente por procedimientos mecánicos o por otros medios físicos en condiciones, especialmente térmicas, que no produzcan la alteración del aceite, que no haya tenido más tratamiento que el lavado, la decantación, la centrifugación y el filtrado. Es un producto natural que conserva el sabor, los aromas y las vitaminas de la fruta.

Tienen la personalidad de la zona de donde proceden. A su vez se clasifican en:

- **Extra:** de gusto absolutamente irreprochable y con acidez (expresada en ácido oleico), no superior a 0,8 grados.
- **Virgen:** de gusto irreprochable y con acidez no superior a 2°.
- **Lampante:** de gusto defectuoso o cuya acidez sea superior a 2°.

El Consejo Oleícola Internacional (C.O.I.) divide a los aceites vírgenes en aptos o no aptos para el consumo, de tal forma que son comestibles en crudo los aceites extra y virgen, considerando al lampante como no apto para el consumo.

De la definición genérica de aceite de oliva virgen se desprenden dos aspectos muy importantes. En primer lugar, el carácter de zumo de fruto del mismo, ya que únicamente puede extraerse de la aceituna por medios físicos.

Esto es una diferencia fundamental con los aceites de semillas, que generalmente son extraídos con disolventes químicos. El aceite de oliva virgen, apto para el consumo en la forma en que se obtiene, según el C.O.I., puede consumirse directamente en crudo, cosa que no sucede con los aceites de semillas que tienen que ser refinados en plantas industriales.

El segundo aspecto es que el proceso de obtención debe realizarse en frío con objeto de preservar las características sensoriales y no favorecer los procesos de deterioro, que se aceleran por acción de la temperatura.

- **Aceite de Oliva Refinado:** Es el obtenido por refinación de aceites de oliva vírgenes y con acidez no superior a 0,3°, mediante técnicas de refinado que no producen alteración en la estructura glicéridica inicial. (Habitualmente se utiliza aceite de Oliva virgen lampante reduciendo la acidez por medio de refino, así como neutralizando el sabor)
- **Aceite de Oliva:** Mezcla de aceites de oliva vírgenes distintos al lampante y de oliva refinado, con acidez no superior a 1,5°. (Este es el producto más consumido en España).
- **Aceite de Orujo Crudo:** es el obtenido por medio de disolventes a partir de orujo, un subproducto de la aceituna, con exclusión de los aceites obtenidos por procedimientos de reesterificación y toda mezcla de aceites de otras naturalezas.
- **Aceite de Orujo refinado:** es el obtenido por refinación de este aceite de orujo crudo y con acidez no superior a 0,3°.
- **Aceite de Orujo de oliva:** Mezcla de aceite de orujo refinado y de aceite de oliva vírgenes distintos al lampante, con acidez no superior a 1°.

PARÁMETROS FÍSICO-QUÍMICOS

Los aceites se clasifican en base a características fisicoquímicas y organolépticas.

En la siguiente tabla se muestran los límites de los parámetros de calidad para los distintos aceites de oliva.

CATEGORÍA	Acidez %	Índice de peróxidos meq/O ₂ /kg	K ₂₃₂	K ₂₇₀	ΔK	Panel test
Aceite de oliva virgen extra	≤ 0,8	≤ 20	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Mediana de defectos = 0 Mediana de frutado > 0
Aceite de oliva virgen	≤ 2,0	≤ 20	M 2,50	M 0,25	≤ 0,01	Mediana de defectos ≤ 3,5 Mediana de frutado > 0
Aceite de oliva virgen lampante	> 2,0	---	M 3,70	> 0,25	---	Mediana de defectos ≥ 3,5
Aceite de oliva refinado	≤ 0,3	≤ 5	---	≤ 1,1	≤ 0,16	
Aceite de oliva	≤ 1,0	≤ 15	---	≤ 0,90	≤ 0,15	
Aceite de orujo de oliva crudo	---	---	--	--	--	
Aceite de orujo de oliva refinado	≤ 0,3	≤ 5	---	≤ 2,00	≤ 0,20	
Aceite de orujo de oliva	≤ 1,0	≤ 15	---	≤ 1,70	≤ 0,18	

ACIDEZ. INDICE DE ACIDEZ

1. Principio

Las grasas y aceites son ésteres de glicerol cuyos grupos hidroxilo se encuentran esterificados formando mono, di y triacilglicéridos. El contenido en ácidos grasos libres en grasas y aceites naturales es muy bajo, aunque por la acción de enzimas lipolíticos se pueden liberar estos ácidos grasos apareciendo lo que se denomina como "acidez" en el aceite. Una elevada acidez es indicio de daños en la aceituna (en aceites de oliva), de una mala elaboración o de un proceso de deterioro ya iniciado.

La acidez puede expresarse en porcentaje de ácidos grasos libres (grado de acidez) o en base a la cantidad de hidróxido potásico necesario para neutralizar una determinada cantidad de aceite (Índice de Acidez).

Para conocer la acidez de un aceite hay que valorarlo con Hidróxido Potásico, empleando fenolftaleína como indicador:



Como el aceite es un medio apolar, es necesario realizar el análisis con diluyentes y patrones preparados con disolventes orgánicos apolares.

2. Material y aparatos

- Bureta de 10 ml
- Matraz erlenmeyer de 250 ml
- Probeta de 50 ml
- Pipetas Pasteur
- Balanza

3. Reactivos

- Alcohol Etílico absoluto PA
- Alcohol Metílico PA
- Éter Etílico PA
- Fenolftaleína PA
- Potasio Hidróxido 0,1 N ó 0,5N SV etanólica

Preparación de reactivos:

- Solución al 1% de Fenolftaleína PA en alcohol metílico PA.
- Mezcla Alcohol Etílico absoluto PA- Éter Etílico PA, 1:1, neutralizada exactamente con Potasio Hidróxido 0,1 N SV etanólica, con fenolftaleína PA como indicador.

4. Tratamiento de la muestra

Si el contenido global de humedad e impurezas es inferior al 1%, se utilizará la muestra tal cual. En caso contrario la determinación se efectuará en una muestra filtrada.

En el caso de grasas sólidas es necesario fundirlas a una temperatura por encima de la de fusión, pero sin superarla en más de 10°C, A continuación se filtran a través de un filtro de papel y se tomará la muestra de análisis a partir del filtrado.

5. Procedimiento

1. Pesar con una aproximación de 0,01g, de 5 a 10g de grasa directamente en un matraz erlenmeyer de 250 ml.
2. Disolverla en 50 ml de la mezcla alcohol etílico absoluto - éter etílico absoluto.
3. Valorar, agitando continuamente, con Potasio Hidróxido 0,1 N SV etanólica (o con Potasio Hidróxido 0,5 N en caso de que se presuma una acidez mayor de 2º) hasta viraje del indicador.

6. Cálculos

La acidez de grasas y aceites se puede calcular en forma de grado de acidez o como índice de acidez.

El grado de acidez expresa la proporción de ácidos grasos libres. Normalmente se expresa referida a porcentaje de ácido oleico. Sólo en casos particulares, según la naturaleza de la sustancia grasa, se expresa referida a Acido Palmítico, Láurico u otros.

El índice de acidez expresa los mg de hidróxido potásico necesarios para neutralizar un g de muestra.

- **Grado de acidez**, expresado en % de ácido oleico:

$$\text{Grado de acidez} = \frac{M N V}{10 P} \quad \% \text{ de ácido oleico:}$$

- **Índice de acidez**, expresado en mg de Potasio Hidróxido.

$$\text{Índice de acidez} = \frac{56,1 N V}{P}$$

V= Volumen en ml de solución etanólica de Potasio Hidróxido utilizada.

N= Normalidad exacta de la solución etanólica de Potasio Hidróxido utilizada.

M= Peso molecular de ácido en que se expresa la acidez (el del ácido oleico es 282,4 g/mol).

P= Peso, en gramos, de la muestra utilizada.

7. Seguridad

El éter etílico es extremadamente inflamable y volátil. También tiene efectos narcóticos y tóxicos a largo plazo, así que esta determinación debería realizarse en campana de gases. Si por cuestiones de masificación no fuera posible, es muy importante preparar de antemano todo lo necesario para la realización de la práctica y dejar la disolución de la grasa en la mezcla de etanol-éter y la valoración para el último momento. Asimismo es importantísimo eliminar los restos de la valoración nada más terminar. En cualquier caso, todo recipiente que contenga mezcla de etanol-éter deberá permanecer tapado para evitar la volatilización.

Trabajar con guantes y gafas de seguridad, lejos de cualquier fuente de calor y evitando la producción de electricidad estática.

8. Residuos

Eliminar en el contenedor para residuos orgánicos no halogenados.

INDICE DE PEROXIDOS

1. Principio

El "índice de peróxidos" mide el grado de oxidación primaria de una grasa o aceite. En la oxidación de los lípidos se distinguen tres etapas:

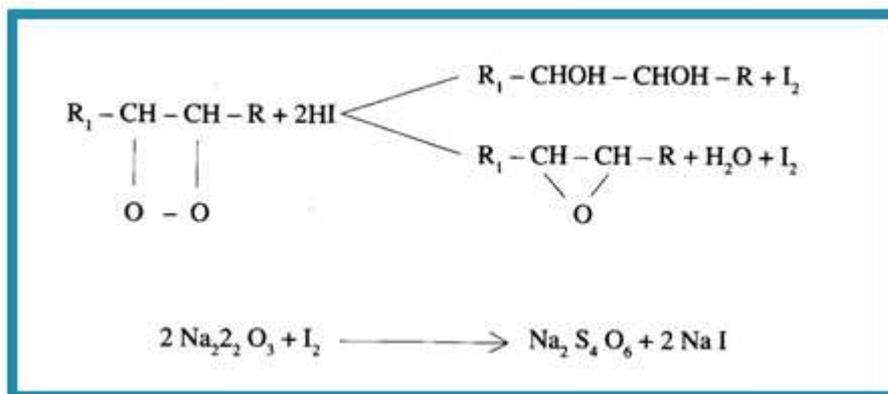
- Etapa de iniciación: en la que la grasa incorpora oxígeno formándose peróxidos e hidroperóxidos.
- Etapa de propagación: durante la que los hidroperóxidos formados en la etapa anterior se rompen dando lugar a radicales libres que a su vez atacan a nuevos ácidos grasos dando lugar a nuevas reacciones de ruptura con formación de nuevos radicales, de modo que la reacción se propaga en cadena.
- Etapa de terminación: se produce cuando se acaba el oxígeno o los radicales formados reaccionan entre sí.

Un índice de peróxidos elevado indica que la grasa se encuentra en estadios iniciales de oxidación. En grasas en avanzado estado de oxidación el índice de peróxidos es un mal indicador de calidad, pues es posible que los peróxidos estén ausentes.

Se expresa como miliequivalentes de oxígeno activo contenidos en un kilo de la materia ensayada.

Su determinación se hace por volumetría. La muestra, disuelta en ácido acético y cloroformo se trata con una solución de yoduro potásico. Los peróxidos y compuestos similares oxidan el yoduro a yodo, y el yodo liberado se valora con tiosulfato sódico. Se trata de una valoración indirecta de la cantidad de oxígeno presente en la grasa, pues cada molécula de oxígeno da lugar a la liberación de una molécula de yodo, y este consume una molécula de tiosulfato.

Puede tomarse el valor obtenido como primera aproximación de los peróxidos de la grasa.



2. Material y aparatos

- Matraces con tapón esmerilado, de aproximadamente 250 ml, previamente secados y llenos de gas inerte (CO₂, o nitrógeno). Si no se dispone de estos medios, se puede prescindir, siempre que las adiciones al matraz se hagan con rapidez, cerrando inmediatamente.
- Bureta de 10 ml
- Pipetas de 10 ml
- Prepipetas
- Pipetas Pasteur
- Vaso de precipitados para residuos
- Balanza

3. Reactivos

- Ácido acético glacial
- Agua destilada
- Solución indicadora de almidón al 1 %, a partir de almidón soluble: para su preparación, se dispersa 1g de almidón en unos 20 ml de agua fría. Por otra parte se llevan a ebullición 50-60 ml de agua destilada. Se añade la suspensión de almidón y se lleva de nuevo a ebullición. Se enrasa a 100 ml una vez la disolución está fría.
- Potasio yoduro, solución saturada
- Sodio tiosulfato 0'1N S.V. y soluciones 0'01N y 0'002N: prepararemos las soluciones 0'01N y 0'002 N de tiosulfato a partir de dilución de la 0'1N
- Triclorometano estabilizado con etanol (o cloroformo).

4. Procedimiento

Se tratará la muestra siguiendo el mismo procedimiento detallado en la acidez.

Todos los pasos que a continuación se detallan, han de hacerse paralelamente con un ensayo testigo, sin aceite, que debe dar un índice nulo.

- Tomar un matraz con cierre esmerilado de unos 250 ml previamente seco, y llenar con gas inerte puro.
- Tan rápido como se pueda se añade, con la ayuda de una pipeta Pasteur, la muestra del aceite. La cantidad de muestra se tomará en función del índice que se presuponga, según la siguiente tabla orientativa:

Índice que se presupone	Peso de la muestra en gramos
0-20	2 a 1,2
20-30	1,2 a 1,8
30-50	1,8 a 0,5
50-100	0,5 a 0,3

- Agregar 10 ml de triclorometano, en el que se disolverá rápidamente la muestra en agitación.
- Añadir 15 ml de acético glacial
- Añadir 1 ml de la disolución acuosa de potasio yoduro.
- Cerrar el matraz y mantener en agitación durante un minuto, con un suave movimiento de rotación, manteniéndolo después en la oscuridad durante 5 minutos.
- Transcurrido el tiempo se agregan 75 ml de agua, agitando vigorosamente
- Se añaden varios ml del indicador de almidón y se valora el yodo liberado con el tiosulfato (se elegirá la solución 0'002N si se presumen I.P. iguales o inferiores a 20, y 0'01 para los mayores, lo que suele ser el caso mas frecuente).

5. Cálculo

El índice de peróxidos se expresa en miliequivalentes de oxígeno por kilo de la muestra, lo que se calcula con la fórmula siguiente:

$$I.P. = \frac{V \cdot N \cdot 1000}{P}$$

Donde

V= ml tiosulfato consumidos en la valoración

N= normalidad de la solución de tiosulfato

P= peso en gramos de la muestra de grasa

6. Seguridad

El cloroformo es inflamable y volátil. También tiene efectos narcóticos y tóxicos a largo plazo. Por otra parte el ácido acético glacial es corrosivo y al ser muy volátil, irritante para ojos y vías respiratorias. Por estos motivos esta determinación debería realizarse en campana de gases.

Si por cuestiones de masificación no fuera posible, es muy importante preparar de antemano todo lo necesario para la realización de la práctica y mantener los recipientes tapados cuando no se estén utilizando.

Asimismo es importantísimo eliminar los restos de la valoración nada más terminar.
Trabajar con guantes y gafas de seguridad, lejos de cualquier fuente de calor.

7. Residuos

Eliminar en el contenedor para residuos orgánicos halogenados.

ABSORCIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA ULTRAVIOLETA K-270 y K-230

1. Principio

El aceite de oliva virgen de buena calidad y almacenado correctamente, contiene muy pocos compuestos de oxidación y presenta una extinción específica en el entorno de 270nm.

Como resultado de la oxidación primaria del aceite aparecen peróxidos e hidroperóxidos que pueden ser analizados mediante el índice de peróxidos, pero que también pueden ser detectados por espectrofotometría ya que presentan una absorción típica en el ultravioleta en el entorno de los 232 nm.

Si la oxidación avanza, estos peróxidos se fragmentan y finalmente se transforman en compuestos como dicetonas, cetonas insaturadas, hidroxilos y carbonilos que presentan una extinción específica en el entorno de 270nm.

Durante el refinado de los aceites aparecen compuestos que presentan una extinción mayor a 270 nm.

Este método se fundamenta en la medida espectrofotométrica ultravioleta del coeficiente de extinción a las λ de 232 y 270 nm, representados por K-230 y por K-270 respectivamente.

Ambos se emplean como criterio de calidad de aceites, ya que son indicativos del grado de degradación del aceite (por exceso de calor, tratamientos industriales, refinado), siendo parámetro complementario del índice de peróxidos, ya que los coeficientes de extinción nos indican presencia de compuestos como dicetonas y cetonas insaturadas, hidroxilos y carbonilos.

Por tanto, el coeficiente K232 es útil para conocer el grado de oxidación primaria del aceite, pues indica la presencia de peróxidos e hidroperóxidos, mientras que el coeficiente K270 sirve para indicar la presencia de compuestos procedentes de la oxidación avanzada que alteran la calidad del aceite o para indicar posibles adulteraciones con otros aceites.

Otro parámetro utilizado en el control de la calidad de los aceites es el ΔK que evidencia la presencia de dienos y trienos conjugados que aparecen como consecuencia de procesos oxidativos y durante el refinado. En los aceites de oliva vírgenes este valor no debe ser mayor de 0,01, mientras que en aceites de oliva refinados puede llegar a 0,16.

2. Material y aparatos

- Espectrofotómetro que permita mediciones entre 220 y 350 nm.
- Cubeta prismática de cuarzo de 1 cm. de espesor
- Matraces aforados con tapón de vidrio esmerilado de 50, 200, 500 y 1000 ml.

3. Reactivos

- Ciclohexano
- Potasio hidróxido 0'05N S.V. en solución acuosa
- Potasio cromato (solución patrón)

La solución patrón de potasio cromato se preparará disolviendo 1000 mg de potasio cromato en 500 ml de potasio hidróxido 0'05N. Tomaremos 10 ml de esta disolución y la llevaremos en matraz aforado hasta un volumen final de 200 ml, completando con KOH 0'05 N. Esta última solución, habrá de tener una Abs. , medida frente a la solución de KOH de $0'200 \pm 0'005$.

4. Procedimiento

- Se tratará la muestra siguiendo el mismo procedimiento detallado en la acidez.
- Si el aceite no está completamente limpio, se filtrará a temperatura ambiente a través de filtro

- adecuado.
- Pesar 250 mg de aceite en matraz de 50 ml completando el volumen con ciclohexano, y agitando hasta disolución.
 - En cubeta de cuarzo de 1 cm, medir absorbancia a 270nm, 230nm, 266nm y 272nm frente a ciclohexano. La lectura debe estar comprendida entre 0'2 y 0'8, que es el tramo de linealidad. En caso contrario, se repetirá la lectura, bien diluyendo convenientemente, o procediendo a nueva pesada.
 - Anota los resultados en la siguiente tabla:

Muestra	Peso de muestra	Absorbancia 232 nm	Absorbancia 266 nm	Absorbancia 270 nm	Absorbancia 274 nm

5. Cálculos

Se calcula, para cada longitud de onda, la extinción específica mediante la siguiente ecuación:

$$E_{\% \lambda} = \frac{A_{\lambda}}{C \cdot e}$$

$E_{\% \lambda}$ = extinción específica a la longitud de onda $\lambda = K_{\lambda}$
 A_{λ} = Absorbancia leída en el espectrofotómetro
 C = concentración de la disolución en g / 100 ml
 e = espesor en cm de la cubeta

Calculo de ΔK :

$$\Delta K = K_{270} - \frac{K_{266} + K_{274}}{2}$$

Los valores que deben tener los aceites vírgenes aparecen en el cuadro que se adjunta al principio de esta sección.

Observaciones: En los aceites vírgenes en que sea necesario purificar para realizar esta determinación, se les hará un tratamiento en columna de alúmina.

6. Seguridad

Trabajar con guantes y gafas de seguridad, lejos de cualquier fuente de calor.

7. Residuos

Eliminar en el contenedor para residuos orgánicos no halogenados.

ANÁLISIS DE PRINCIPIOS INMEDIATOS



HUMEDAD

1. Principio

Se entiende por humedad el contenido en agua libre, es decir, la pérdida de peso expresado en porcentaje obtenida por calentamiento de la muestra en una estufa de desecación a una temperatura de $104 \pm 2^\circ\text{C}$ hasta pesada constante.

2. Aparatos y utillaje

- Balanza analítica (0,1 mg).
- Pesasustancias con tapadera esmerilada
- Estufa de desecación
- Desecador

3. Procedimiento

1. Pesar un pesasustancias desecado (P_1).
2. Añadir 4-5 g de muestra y registrar el peso del pesasustancias con la muestra (P_2).
3. Colocar en la estufa destapado durante 4-5 h a $104^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ que son suficientes para la desecación. Debe evitarse en lo posible la apertura de la estufa y en modo alguno debe introducirse nueva fuente de humedad (ej. material mojado).
4. Al cabo de este tiempo cerrar las cápsulas, sacarlas de la estufa y enfriarlas en desecador.
5. Una vez atemperadas pesarlas rápidamente (P_3).
6. Anota los resultados en la siguiente tabla:

Muestra	P_1	P_2	P_3

4. Cálculo

$$\% \text{ humedad} = \frac{P_2 - P_3}{P_2 - P_1} \times 100$$

M = masa inicial ($P_2 - P_1$)

P_2 = tara + masa

P_3 = tara + masa desecada

Las diferencias entre dos determinaciones paralelas no deben sobrepasar el 0,2% de humedad.

5. Seguridad

Precaución con materiales calientes. Manejar con pinzas.

6. Residuos

Eliminar en el contenedor de residuos orgánicos. La muestra desecada puede emplearse también para otras determinaciones (por ejemplo, extracto etéreo).

CENIZAS TOTALES

1. Principio

Las cenizas son el residuo obtenido por incineración de la muestra a una temperatura de $550 \pm 10^\circ\text{C}$ hasta combustión completa de la materia orgánica y obtención de un peso constante.

2. Aparatos y utillaje

- Crisoles no atacables en las condiciones del ensayo
- Placa calefactora
- Horno eléctrico (mufla) con dispositivo de control de temperatura
- Desecador capaz de contener un deshidratante eficaz
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

3. Procedimiento

1. Pesar con precisión de 1 mg un crisol previamente incinerado y tarado (P_1).
2. Añadir alrededor de 5g de muestra homogeneizada (P).
3. Colocar el crisol y su contenido sobre una placa calefactora teniendo cuidado de que la combustión no sea demasiado rápida de manera que no haya pérdidas de materia sólida por proyección.
4. Llevar a continuación el crisol a la mufla ($550 \pm 10^\circ\text{C}$) hasta combustión completa de la sustancia (cenizas blancas o grises).
5. Enfriar a temperatura ambiente en un desecador. Pesar seguidamente (P_2).
6. Anota los resultados en la siguiente tabla:

Muestra	P1	P2	P

4. Cálculo

El contenido en cenizas vendrá dado por la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{P_2 - P_1}{P} \times 100$$

Siendo:

- P_1 = peso, en gramos, del crisol vacío
- P_2 = peso, en gramos, del crisol con las cenizas
- P = peso, en gramos, de la muestra

OBSERVACIONES: La diferencia de los resultados de un ensayo efectuado por duplicado no deberá ser superior al 2 por 100 del contenido en cenizas. Si es superior se repetirá a continuación.

5. Seguridad

Precaución con materiales calientes. Manejar con pinzas y guantes aislantes.

GRASA. Método Soxhlet

1. Principio

El contenido en grasa bruta de un producto se define convencionalmente como la parte del mismo extraíble por éter etílico en condiciones determinadas. Incluye, además de la grasa, otras muchas sustancias solubles en éter etílico, como son: ceras, pigmentos, vitaminas, etc.

Este método es aplicable a los granos, harinas y otros productos derivados de los cereales.

2. Aparatos y utillaje

- Extractor tipo Soxhlet
- Balanza analítica con precisión de 1 MG.
- Estufa de desecación, graduada a 100° C.
- Desecador con placa de porcelana metálica perforada, conteniendo un agente deshidratante, como anhídrido fosfórico o silicagel.
- Cartuchos de extracción.
- Matraces de 100 a 150 ml, adaptables al extractor.
- Batería de extracción, baño de agua.

3. Reactivos

- Éter etílico.

4. Procedimiento

1. Moler la muestra de forma que pase por un tamiz de 500 μ
2. Desecarla a 100° C
3. Pesar de 5 a 10 g de muestra desecada (P) e introducirlos en un cartucho que se tapona con algodón.
4. Desecar el matraz de extracción en estufa a 104° C durante 20 minutos y enfriar en desecador.
5. Pesar el matraz en balanza con sensibilidad mínima de 1 mg (P_1).
6. Introducir el cartucho en el extractor, añadir éter etílico una vez conectado el matraz y proceder a la extracción, continuándola hasta que el éter sea incoloro; son suficientes 4 horas a una velocidad de destilación de 4 a 5 gotas/seg, y a 16 horas para 2 a 3 gotas/seg. Esta extracción debe hacerse necesariamente en vitrina de gases.



Extractor soxhlet

7. Sacar el cartucho del extractor y recuperar el éter.
8. Llevar el matraz con el extracto y el resto del disolvente a la estufa de desecación a 100° C y mantener media hora.
9. Enfriar el matraz en el desecador y, pesarlo en cuanto alcance la temperatura ambiente (P₂).
10. Anota los resultados en la siguiente tabla:

Muestra	P1	P2	P

5. Cálculo

El porcentaje de grasa bruta sobre sustancia seca viene dado por la fórmula:

$$\text{Grasa bruta \% (materia seca)} = \frac{(P_2 - P_1) \times 100}{P}$$

En la que:

P₁ = peso, en g, del matraz vacío.

P₂ = peso en g, del matraz con el extracto etéreo.

P = peso, en g, de la muestra empleada.

6. Seguridad

El éter etílico es extremadamente inflamable y volátil. También tiene efectos narcóticos y tóxicos a largo plazo, así que esta determinación debe realizarse en campana de gases.

Trabajar con guantes y gafas de seguridad, lejos de cualquier fuente de calor y evitando la producción de electricidad estática.

7. Residuos

Normalmente no se generan residuos en esta determinación pues el éter se recicla. En caso de tener que hacerlo, eliminar en un contenedor específico para éter.

DETERMINACIÓN DE LA FIBRA BRUTA POR EL MÉTODO WEENDE

1. Fundamento

"Fibra bruta" es el residuo orgánico combustible e insoluble que queda después de hervir la muestra con una disolución ácida (ácido sulfúrico), alcalina (hidróxido potásico) y lavado con disolvente orgánico (acetona). El residuo resultante consiste principalmente en celulosa, hemicelulosa y lignina.

Esta técnica es una aproximación imperfecta al contenido en fibra del alimento, pues algunos componentes de la fibra dietética (pectinas, gomas, dextrinas límite, etc.) son solubilizados y no se determinan.

2. Reactivos

- Ácido sulfúrico H_2SO_4 0.128M (7,1ml 96% a 1l con agua destilada).
- Hidróxido potásico KOH 0.223M
- Antiespumante
- Acetona

3. Materiales y utillaje

- Equipo Dosi-Fiber
- Balanza ± 0.1 mg
- Trompa o bomba de vacío
- Matraz kitasato
- Crisoles porosos
- Horno de mufla 500°C
- Estufa de desecación regulada a 150°C
- Desecador

4. Procedimiento

Pesar con precisión de ± 1 mg de 1 a 1.5g de muestra molida (tamaño de tamiz de 1 mm) en un crisol poroso (W0).

Introducir los crisoles en el Dosi-Fiber.

a. Hidrólisis ácida en caliente:

1. Asegurarse de que las válvulas están en posición "cerrado".
2. Añadir 100-150 ml de H_2SO_4 caliente en cada columna y unas gotas de antiespumante.
3. Abrir el circuito de refrigeración y activar las resistencias calefactoras (potencia 90%).
4. Esperar a que hierva, reducir la potencia al 30% y dejar hervir de 30 minutos a 1 hora dependiendo del material). Para una hidrólisis más efectiva accionar la bomba de aire en posición "soplar".
5. Pasado el tiempo parar la calefacción. Abrir el circuito de vacío y poner los mandos de las válvulas en posición "absorción". Lavar con agua destilada y filtrar. Repetir este proceso 3 veces.

b. Hidrólisis básica en caliente:

6. Repetir los pasos 1 a 5 pero utilizando KOH en lugar de H_2SO_4 .

c. Extracción en frío con acetona (No realizar esta extracción en el equipo Dosi-fiber)

7. Conectar el matraz kitasato a la trompa de vacío. Situar el crisol en la entrada del kitasato y añadir acetona a la vez que el circuito de vacío está absorbiendo hacia el frasco. Repetir este proceso 3 veces.
8. Poner las muestras a secar en la estufa a 150°C durante 1hora.

9. Dejar enfriar en el desecador.
10. Pesar con precisión de $\pm 1\text{mg}$ (W_1).
11. Introducir los crisoles en la mufla fría. Incinerarlos a 500°C durante un mínimo de 3 horas. Enfriar los crisoles dentro de la mufla.
12. Dejar enfriar en el desecador. Evitar que los crisoles sufran golpes o cambios bruscos de temperatura.
13. Pesar los crisoles con una precisión de $\pm 0.1\text{mg}$ (W_2).

$$\% \text{ Fibra Bruta} = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$

5. Seguridad

Precaución con las jarras de disolución ácida y alcalina en ebullición. Precaución al abrir las válvulas de soplado del equipo "Dosi-fiber": la apertura debe hacerse lentamente para evitar proyecciones de líquidos calientes por la boca de los tubos del equipo.

6. Residuos

El sistema de aspiración del Dosi-fiber elimina por el desagüe las disoluciones ácida y alcalina. La eliminación se hace conjuntamente con el agua del sistema de refrigeración y al ir muy diluida no supone un problema.

La acetona del lavado debe eliminarse en el contenedor para residuos orgánicos no halogenados.

DETERMINACIÓN DE LA PROTEÍNA BRUTA POR EL MÉTODO DE KJELDAHL (Método directo)

1. Introducción

La determinación del nitrógeno total se puede realizar por varios métodos: Métodos Químicos, Métodos Fotométricos, Métodos refractométricos y Electroforesis. De los métodos químicos, el método Kjeldahl es uno de los más empleados.

Este método se basa en el hecho de que las proteínas contienen, aproximadamente un 16% de nitrógeno, por lo tanto, si se determina el porcentaje total del mismo, puede establecerse según un factor de conversión apropiado ($100/16 = 6,25$) el porcentaje de proteínas totales presentes en la muestra. En el caso específico de la leche, este factor de conversión es de 6,38, debido a que las proteínas de la leche presentan una menor relación entre proteínas y nitrógeno total ($100/15,65$).

Los resultados obtenidos por este método suelen ser ligeramente elevados, ya que, las muestras contienen también nitrógeno no proteico (urea, creatina, creatinina, adenina, guanina, ácido úrico, etc.), lo que afecta a los resultados, no obstante, la determinación química de nitrógeno constituye el fundamento más empleado, por su precisión, para la determinación de proteínas.

2. Fundamento

Este método consiste en mineralizar la muestra con ácido sulfúrico concentrado, que digiere la muestra convirtiéndola en CO_2 y H_2O y reduce el nitrógeno a amonio, el cual pasa a ser fijado por el ácido como sulfato de amonio.

La digestión de la muestra se acelera mediante catalizadores como el mercurio metálico, el óxido rojo de mercurio (HgO), el sulfato cúprico (CuSO_4), el selenio, el permanganato de potasio (KMnO_4) o una mezcla de estos.

El sulfato de sodio o de potasio tiene la finalidad de aumentar el punto de ebullición y acortar el tiempo de digestión.

En una segunda etapa se alcaliniza la muestra digerida empleando NaOH con el propósito de que se transforma el amonio en amoniaco. El amoniaco liberado es arrastrado por destilación y recogido sobre ácido bórico.

El amonio se determina por titulación con solución valorada de HCl 0,25 N en presencia de un indicador mixto compuesto por una mezcla de rojo de metilo y azul de metileno, el cual en medio ácido se presenta de color morado y en medio alcalino de color verde.

Las reacciones químicas que tienen lugar en el método Micro-Kjeldahl son:

Digestión:	$\text{Materia Orgánica} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{SO}_2 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
Destilación:	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{NH}_3 + 2\text{H}_2\text{O}$
Recolección:	$\text{NH}_3 + \text{H}_3\text{BO}_3 \rightarrow \text{NH}_4\text{H}_2\text{BO}_3$
Titulación:	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{BO}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{NH}_4\text{Cl} + \text{H}_3\text{BO}_3$

3. Reactivos

- Ácido sulfúrico 96% ($d=1.84$).
- NaOH , solución 35% (p/v).
- Indicador mixto, especial para titulaciones de amoniaco.
- Catalizador Kjeldahl

- Acido bórico a14% (p/v).
- HCl 0.25N.
- Agua destilada
- Piedra pómez en granos

Nota: Es muy importante que todos los reactivos estén totalmente exentos de nitrógeno.

4. Material

- Balanza de resolución 0.1 mg.
- Unidad digestora (Bloc-Digest).
- Colector / Extractor de humos.
- Destilador Pro-Nitro I ó II.
- Bureta para valoración.

5. Procedimiento

5.1. Digestión

1. Pesar alrededor de 0,5 gramos de muestra perfectamente molida y homogeneizada en un papel exento de nitrógeno e introducirlo en un tubo de digestión.
2. Añadir al tubo con muestra 5 g de catalizador Kjeldahl, 12,5 ml de ácido sulfúrico al 96% (d=1.84), Y algunos gránulos de piedra pómez tratada.
3. Colocar los tubos de digestión con la muestras en el Bloc-digest con el colector de humos funcionando.
4. Realizar la digestión a una temperatura entre 350 - 420°C y un tiempo que puede variar entre 1 y 2h (por ejemplo, 400°C durante 90 minutos).
5. Al finalizar, el líquido obtenido es de un color verde transparente.
6. Dejar enfriar la muestra a temperatura ambiente.
7. Evitar la precipitación agitando de vez en cuando.
8. Dosificar lentamente 50 ml de agua destilada en cada tubo muestra. (con precaución por la violencia de la reacción).
9. Dejar enfriar la muestra a temperatura ambiente.
10. Si se produce precipitación agitar o calentar ligeramente.

5.2. Destilación

1. Dosificar 50 ml de ácido Bórico en un matraz erlenmeyer, y algunas gotas de indicador mixto. Colocar el erlenmeyer en la alargadera del refrigerante teniendo la precaución de que ésta quede sumergida dentro del ácido Bórico.
2. Una vez colocados el tubo de muestra y el erlenmeyer con el ácido bórico, dosificar unos 100ml de NaOH
3. Iniciar la destilación
4. La destilación debe prolongarse el suficiente tiempo para que se destilen un mínimo de 200 ml, aproximadamente 10 minutos.

5.3. Ensayo en blanco:

- Después de la destilación de una muestra realizar un ensayo en blanco, aplicando el método descrito, pero utilizando 5 ml de agua destilada.

5.4. Valoración:

- Valorar con ácido clorhídrico 0.25N el destilado obtenido, hasta que la solución vire de verde a violeta.
- Calcular la cantidad de nitrógeno detectado.

$$\% \text{ Nitrógeno} = \frac{1,4 \times N \times (V_1 - V_0)}{P}$$

$$\% \text{ Proteína} = \% \text{ Nitrógeno} \times F$$

Siendo:

V_1 =Volumen de HCl consumido en la valoración. (ml)

V_0 =Volumen de HCl consumido en la valoración del blanco (ml)

N= Normalidad del HCl

P= Peso en g de la muestra.

F = Factor de conversión para pasar de contenido en nitrógeno a contenido en proteínas. Para la proteína bruta acostumbra a usarse un valor de 6.25. Para mayor exactitud, distinguiendo la calidad de la proteína según la naturaleza de la muestra, pueden emplearse otros factores de conversión.

6. Seguridad

El ácido sulfúrico es muy corrosivo. Utilizar por tanto guantes y gafas de seguridad durante su manipulación. Durante la digestión se producen vapores extremadamente corrosivos, así que esta fase debe realizarse en campana de gases, con el colector de humos conectado. Tras la digestión se debe dejar enfriar completamente los tubos.

Cuando se añada el agua a los tubos antes de pasar al destilador, es necesario sujetarlos con pinza especial o con guante aislante. Es también muy importante añadir el agua lentamente y por las paredes del tubo, procurando no dirigir la boca de estos hacia nadie.

Tras la destilación, al retirar los tubos, que están muy calientes, es muy importante manejarlos con pinza especial para ellos o con guante aislante.

7. Residuos

Eliminar en el contenedor para residuos de Kjeldahl.

FÓSFORO

1. Principio

En una solución diluida de fosfato, el molibdato amónico reacciona en condiciones ácidas para formar ácido molibdofosfórico. En presencia de vanadio se forma ácido vanadomolibdofosfórico, de color amarillo. La intensidad del color amarillo es proporcional a la concentración de fosfato.

Tras la obtención de las cenizas de la muestra por calcinación a 550°C, el fósforo presente en éstas se disuelve empleando ácidos clorhídrico y nítrico. La concentración de fósforo en la solución se determina espectrofotométricamente con el complejo amarillo de fosfomolibdovanadato.

2. Aparatos y utillaje

- Espectrofotómetro con lectura a 430 nm
- Cubetas (vidrio o plástico) para espectrofotómetro
- Crisoles de porcelana para la incineración de la muestra
- Vasos de precipitados de 100 ml
- Matraces aforados de 100 y 200 ml
- Embudo
- Papel de filtro normal de laboratorio
- Pipetas de 5 ml y de 10 ml, de doble enrase
- Tubos de ensayo de 25 - 30 ml y gradilla
- Agitador de tubos

3. Reactivos

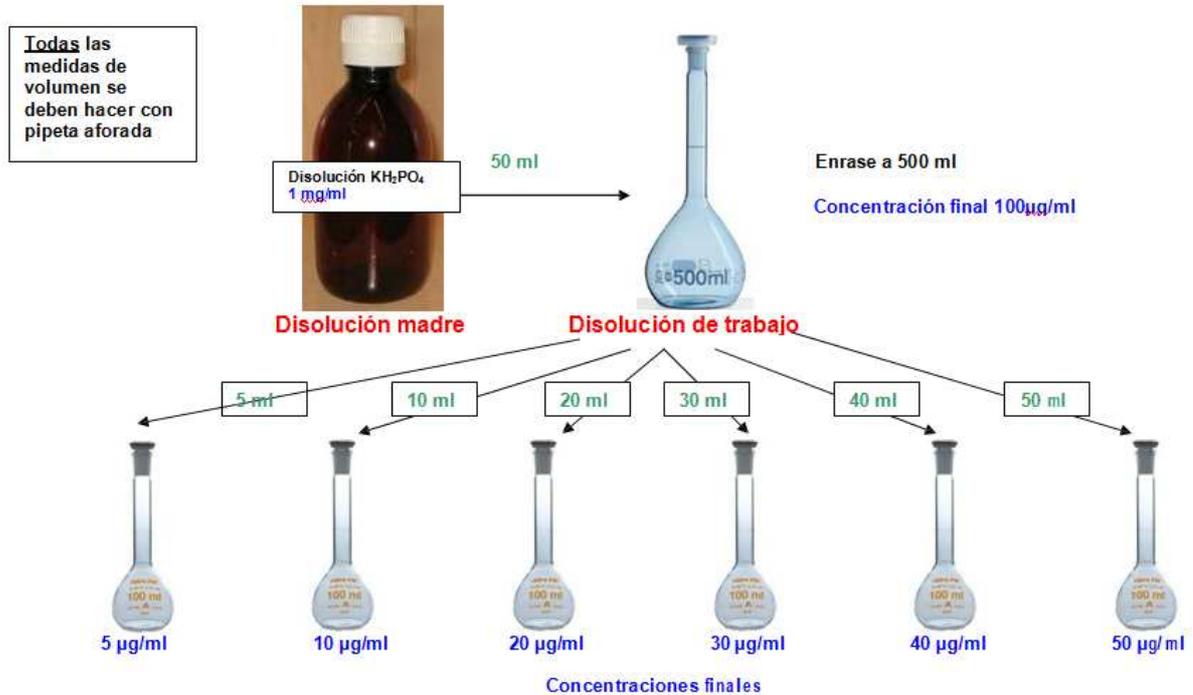
- Acido clorhídrico concentrado
- Acido nítrico concentrado.
- Amoníaco 25 %.
- Molibdato amónico tetrahidratado $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- Metavanadato amónico NH_4VO_3
- Fosfato monopotásico P.A. KH_2PO_4
- Disolución de molibdato amónico. Disolver en agua caliente 20 g de molibdato de amonio, tetrahidrato. Se añaden 2 ml de amoníaco, se trasvasa a matraz aforado de 200 ml y una vez frío se completa con agua hasta el enrase.
- Disolución metavanadato amónico. Disolver 0,47 g de metavanadato de amonio en un erlenmeyer de 200 ml con 150 ml de agua destilada caliente. Añadir lentamente y agitando 4 ml de una disolución que contiene 7 ml de ácido nítrico y 13 ml de agua destilada, una vez frío, enrasar con agua destilada.
- Disolución de nitro-molibdo-vanadato. En matraz aforado de un litro, mezclar los 200 ml de disolución de molibdato de amonio con los 200 ml de disolución de metavanadato de amonio. Añadir lentamente 134 ml de ácido nítrico. Mezclar y completar con agua destilada hasta enrase.
- Disolución patrón de fósforo conteniendo 1 mg de fósforo por milímetro. Disolver en matraz aforado de 1 litro, 4,394 g de fosfato monopotásico (KH_2PO_4) (previamente desecado en estufa, a 100°C hasta peso constante) en agua destilada y llevar a enrase.

4. Procedimiento

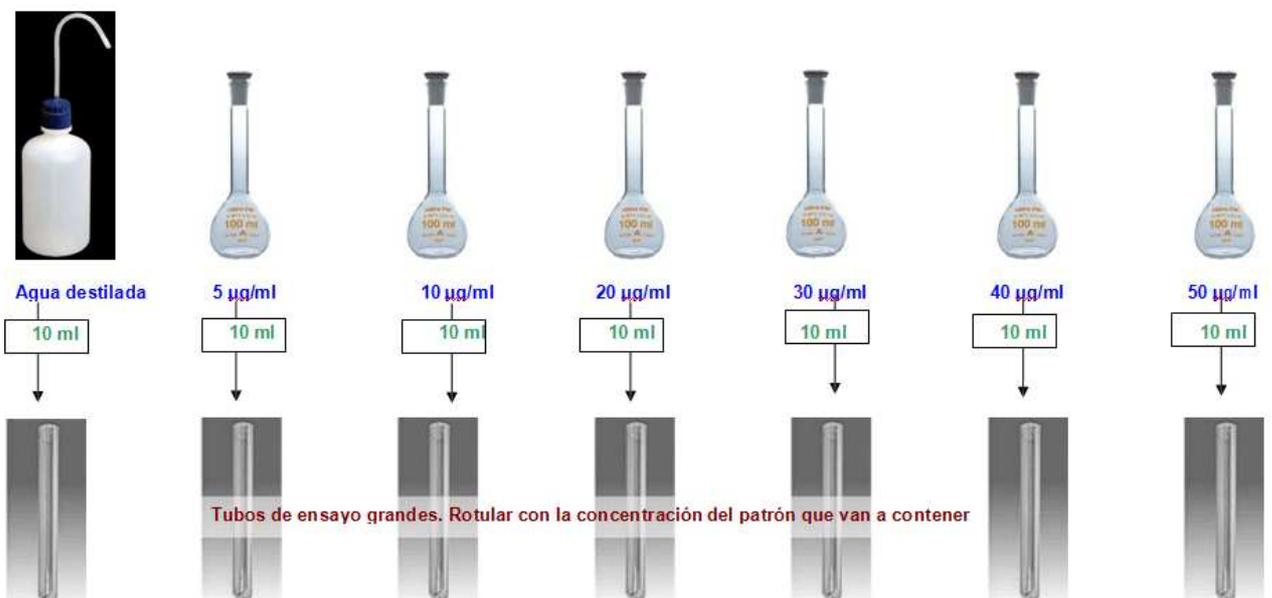
1) Curva de calibración

1. A partir de la disolución madre patrón de fósforo de 1 mg/ml, preparamos otra nueva disolución de trabajo de 100 µg/ml.
2. Para ello se toman 50 ml exactamente medidos de la solución madre y se llevan a 500 ml con agua destilada en matraz aforado.

3. En 7 matraces de 100 ml introducir con pipeta de doble enrase 0, 5, 10, 20, 30, 40 y 50 ml de la solución de trabajo y enrasar a 100 ml con agua destilada. Se han preparado así disoluciones de 0, 5, 10, 20, 30, 40 y 50 $\mu\text{g/ml}$.



4. En un tubo de ensayo de aproximadamente 30 ml de capacidad introducir 10 ml exactamente medidos de cada una de las soluciones preparadas anteriormente y añadir a cada uno de ellos, también con pipeta de doble enrase, 10 ml de reactivo nitro-molibdo-vanadato.



Añadir a cada tubo 10 ml de disolución nitromolibdovanadato (NMV)
 Tapar con parafilm y agitar (agitador de tubos)
 10 minutos de reposo (desarrollo de color amarillo)

5. Agitar y dejar reposar 10 minutos.

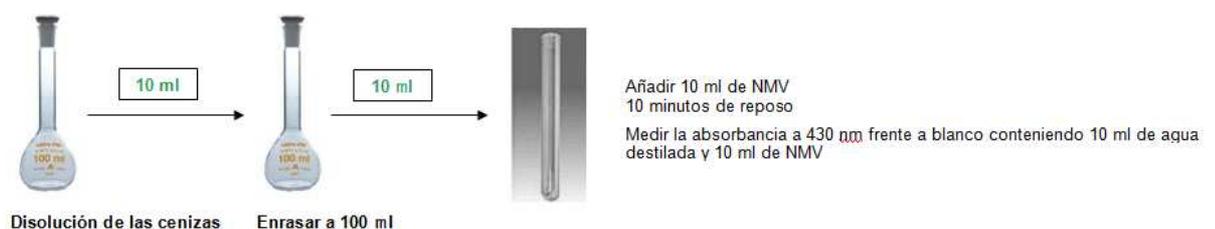


6. Efectuar las lecturas fotométricas a 430 nm, utilizando la disolución blanco de fósforo como disolución de referencia.
7. Representar gráficamente absorbancias frente a $\mu\text{g/ml}$ de fósforo o bien hallar la recta de regresión y su coeficiente de correlación ($r \geq 0,98$)

2) Tratamiento de la muestra

1. Se calinan de 3 a 10 g de sustancia, en una mufla a 550°C .
2. Se arrastran las cenizas a un vaso de precipitado de 100 ml y se disuelven con 3 ml de HCl, que se usan para lavar el crisol. Lavar repetidas veces con agua destilada, utilizando la varilla de vidrio para evitar pérdidas.
3. Se pone a ebullición hasta sequedad tapando el vaso de precipitado con un vidrio de reloj y bajo vitrina para eliminar los vapores ácidos. Se retira el vaso antes de que se produzcan decrepitaciones, se lava el vidrio de reloj con agua destilada y se le añade por las paredes del vaso 10 ml de HNO_3 . Se tapa de nuevo y se lleva a ebullición durante unos tres minutos que suelen bastar para que se desprendan los vapores nitrosos (marrones). No evaporar hasta sequedad.
4. Se deja enfriar un poco y se filtra sobre papel normal de laboratorio en un matraz aforado de 100 ó 200 ml (V_1). Lavar repetidas veces el vaso de precipitado y el papel de filtro. Enrasar cuando esté completamente frío.
5. Es importante que en la ebullición con ácido nítrico concentrado no se llegue a sequedad para evitar la hidrólisis de los ortofosfatos que produciría reacciones coloreadas.
6. Del matraz aforado en el que está la redisolución de las cenizas se toman 5 ó 10 ml (V_2) con pipeta aforada y se llevan a 100 ó 200 ml en matraz aforado (V_3). Se tomará un volumen u otro en función de la riqueza del producto en fósforo ya que conviene que la concentración de esta solución final no exceda de $40 \mu\text{g/ml}$.
7. Transferir 10 ml de esta disolución (V_4) a tubo de ensayo y añadir 10 ml de reactivo nitro-molibdo-vanadato. Las dos disoluciones tomadas con pipeta de dos enrases. Mezclar bien y dejar diez minutos en reposo. Transferir una alícuota a la célula y medir la absorbancia en el espectrofotómetro a 430 nm, usando como referencia una disolución de 10 ml de disolución blanco con 10 ml del reactivo nitro-molibdo-vanadato.

Disolución de las cenizas



5. Cálculos

Si la recta de regresión es:

$$\text{Absorbancia} = A + B \times (\text{Concentración})$$

Siendo:

- Absorbancia: Lectura a 430 nm
- Concentración: μg de P/ml

Expresado en tanto por ciento (es necesario dividir por 106 para pasar la masa del P de μg a g):

$$\% \text{ P} = \frac{(\text{Abs} - A) \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 100}{P \cdot B \cdot V_2 \cdot V_4 \cdot 10^6} = \frac{(\text{Abs} - A) \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 10^{-4}}{P \cdot B \cdot V_2 \cdot V_4}$$

Siendo:

Abs = Absorbancia.

A y B = Constantes de la recta.

$V_1, V_2, V_3,$ y V_4 = Volúmenes especificados en el texto

P = Peso de muestra ($\pm 0,1$ mg).

6. Observaciones

La diferencia entre el resultado de dos determinaciones sucesivas no debe exceder de:

- 3% (valor relativo), con contenidos de fósforo menor del 5% (m/m).
- 0,15 % (valor absoluto), para contenidos de fósforo igual o mayor que el 5 %.

7. Seguridad

Utilizar guantes y gafas de seguridad durante la manipulación del amoníaco, y de los ácidos nítrico y clorhídrico.

Las reacciones de mezcla de ácidos con agua son exotérmicas, así que es necesario llevar precaución de no quemarse con los recipientes calientes.

8. Residuos

Eliminar en el contenedor específico para este residuos.

CEREALES



Bowl of Honeycomb cereal by [Glane23](#)

GLUTEN HÚMEDO Y GLUTEN SECO

1. Principio

En la harina de trigo hay dos proteínas: gluteninas y gliadinas que durante el amasado se asocian formando el gluten. El gluten es insoluble en agua y esta propiedad permite que se le pueda separar de los demás componentes de la masa mediante lavado con agua que arrastre almidones y otros componentes solubles.

2. Material y aparatos

- Balanza de precisión
- Estufa regulada a 105°C
- Vaso de precipitados de 100 ml
- Espátula
- Placas de petri de vidrio
- Desecador
- Guantes de caucho o látex

3. Reactivos

- Solución salina de NaCl al 2%
- Lugol

4. Procedimiento

1. Pesar 10g de harina.
2. En un vaso de precipitados mezclar con 5.5 ml de solución salina de NaCl al 2% utilizando una espátula y remover continuamente hasta recoger toda la masa procurando no perder nada de la harina. Con las manos cubiertas con los guantes amasarla enrollando extendiendo sobre la mesa limpia hasta formar una buena masa.
3. Envolver la masa en una gasa y lavarla bajo el chorro de agua del grifo (con poca fuerza), estirándola y estrujándola hasta que el agua residual quede limpia de almidón y otras sustancias solubles. La duración del lavado no debe superar los 8 minutos. Para asegurarse de que todo el almidón ha sido eliminado, adicionar lugol al agua de lavado. Cuando el lugol ya no se tiña de azul, todo el almidón habrá sido eliminado.
4. Pesar una placa de petri previamente desecada (p_1) y anotar el peso.
5. Escurrir por prensado el agua sobrante de la masa de gluten. Colocarla en la placa de petri. Pesar masa y placa con precisión de 0,01g. (p_2).
6. Extender sobre la placa la bola extendida formando una fina lámina.
7. Introducir la placa en la estufa a 105°C hasta pesada constante.
8. Sacar. Enfriar en el desecador y pesar (p_3).

Anota los resultados en la siguiente tabla:

Muestra nº	Peso harina	P_1	P_2	P_3

5. Cálculo

Consiste en cada caso en expresar en % el peso del gluten. Como se parte de 10g de harina, el % de gluten seco y de gluten húmedo se obtienen de la siguiente forma:

$$\% \text{ gluten húmedo} = (p_2 - p_1) * 10$$

$$\% \text{ gluten seco} = (p_3 - p_1) * 10$$

6. Seguridad

Precaución con el manejo de placas de petri calientes a la salida de la estufa.

LECHE

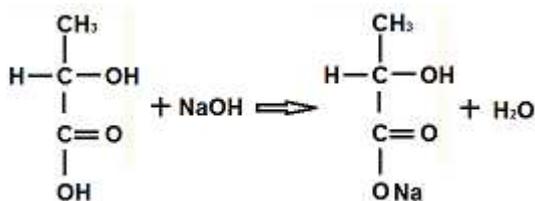


ACIDEZ EN LECHE

1. Fundamento

La leche natural no tiene ácido láctico. La acidez aparece como producto de la actividad bacteriana. No obstante, otros ácidos se van añadiendo como resultado de los fenómenos físico-químicos que se van produciendo en la leche hasta que la acidez alcanzada provoca mal sabor y otras alteraciones organolépticas.

La determinación se hace por volumetría empleando NaOH como patrón y fenolftaleína como indicador. El punto final se consigue a pH 8,1 cuando la fenolftaleína empieza a virar y empieza a aparecer un color rosado en la leche.



La acidez de la leche usualmente se puede expresar de diferentes formas:

- En % de ácido láctico
- En grados Dornic
- En ml de NaOH/100 ml de leche

2. Material y reactivos

- Vasos de precipitado de 50 ml.
- Bureta graduada.
- Hidróxido de sodio 0,1 N.
- Fenolftaleína al 1 %
- Pipetas de 10 ml.

3. Procedimiento

1. Medir con la pipeta 9 ml de muestra atemperada a 20°C. Verter en un vaso de precipitado.
2. Agregar 5 gotas de fenolftaleína.
3. Valorar con hidróxido sódico agitando el vaso hasta que aparezca un tono ligeramente rosado constante.

4. Cálculo

Expresión en % de ácido láctico:

Como:

$$\text{\% ácido láctico} = \frac{V \times N \times 90 \times 0,1}{V''}$$

Siendo:

V = volumen (ml) de la solución de NaOH gastada

V'' = volumen (ml) de la muestra .

N = Normalidad del NaOH

Expresión en Grados Dornic:

$^{\circ}D = \text{volumen (ml) de la solución de NaOH gastada} \times 9$

Según la legislación española, 20 es el número máximo de grados Dornic admitidos en la leche natural, mientras que 19 lo es en la leche higienizada y la certificada.

Expresión en ml NaOH/100 ml leche

$\text{ml NaOH/100 ml leche} = \text{volumen (ml) de la solución de NaOH gastada} \times 10$

5. Seguridad

A esta concentración la disolución de NaOH es irritante.

6. Residuos

La leche resultante de la valoración puede desecharse por el desagüe.

CONTROL DE PASTEURIZACIÓN: PEROXIDASA Y FOSFATASA

1. Fundamento

La pasteurización de la leche se aplica con el fin de eliminar la flora patógena y reducir la flora banal. El tratamiento de pasteurización más habitual es el HTST, que consiste en un calentamiento a 72-78°C durante 15-20 segundos. La leche calentada mediante tratamiento HTST no es apta para la fabricación de quesos, pues el calor induce cambios en las caseínas que dificultan la coagulación.

En la leche se encuentran de forma natural dos enzimas -fosfatasa alcalina y peroxidasa- que sirven para controlar si el proceso de pasteurización ha sido el correcto.

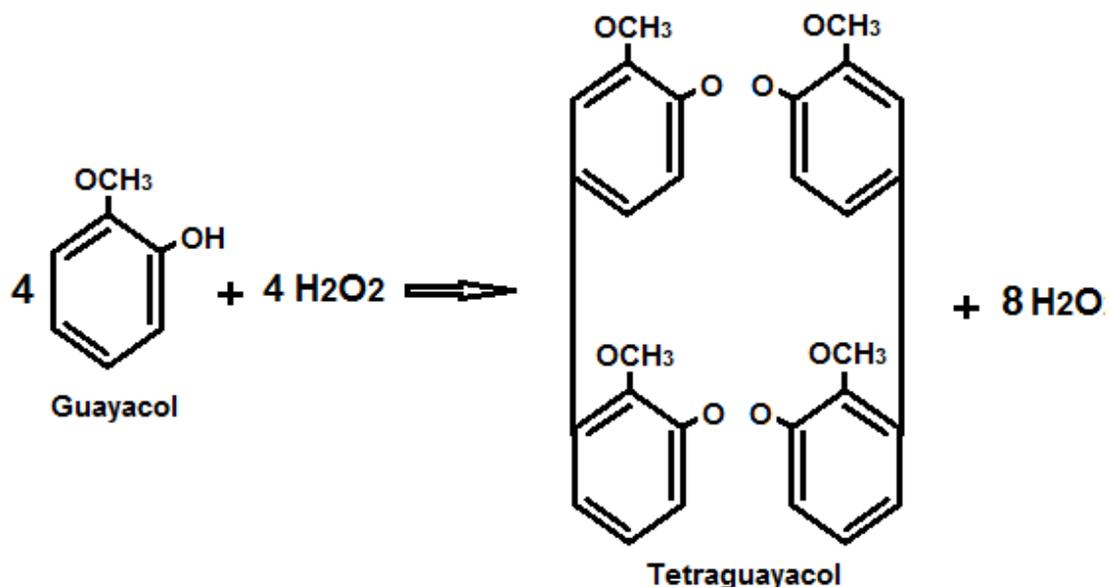
- Fosfatasa alcalina: este enzima se inactiva con un tratamiento de pasteurización LTLT, pues se inactiva a 62°C durante 30 minutos o 88,4°C durante un segundo.
- Peroxidasa: este enzima se inactiva con una pasteurización HTST.

Para controlar el proceso de pasteurización de la leche se pueden emplear pruebas cualitativas que indican si estos dos enzimas siguen o no activos.

- En una leche pasteurizada para envasar no debe quedar actividad peroxidada, pues el tratamiento que se aplica es el HTST.
- La leche destinada a fabricación de queso o yogur debe ser fosfatasa negativa y peroxidasa positiva, pues ello indica que está bien pasteurizada pero el tratamiento no ha sido excesivo.

A. PEROXIDASA

La peroxidasa es un enzima perteneciente al grupo de las oxidoreductasas. Para la determinación de la actividad peroxidasa se emplea un sustrato que cambie de color al oxidarse (por ejemplo, guayacol), y H₂O₂. La peroxidasa libera oxígeno a partir del H₂O₂ y el oxígeno liberado oxida el guayacol (incolore), transformándolo en tetraguayacol (rojo ladrillo).



1. Material y reactivos

- Tubos de ensayo grandes. Pipetas de 5 ml.
- Guayacol en solución acuosa saturada o al 2% (guayacol líquido).
- Agua oxigenada de 10 volúmenes.

2. Modo operatorio

1. Poner en un tubo de ensayo 5 ml de leche.
2. Agregar 5 ml de la solución de guayacol.
3. Agregar unas gotas de agua oxigenada.
4. Agitar.
5. Guardar el tubo en la mano para proporcionarle calor, durante un minuto.

3. Interpretación

El color rosa salmón indica la presencia de peroxidasa activa.

4. Seguridad

Utilizar guantes para manipular el guayacol y el peróxido de hidrógeno.

5. Residuos

Eliminar en un recipiente de vidrio específico para este tipo de residuo.

B. FOSFATASA ALCALINA (Kit Lactognost)



Kit Lactognost

1. Descripción

Es un método cualitativo que permite detectar la eficiencia del tratamiento térmico de pasteurización de la leche.

2. Instrucciones de uso

1. Utilizar dos tubos de ensayo. Rotular como P (problema) y C (control). Colocar en cada tubo:
 - 10 ml de agua destilada
 - 1 tableta de LACTOGNOST 1
 - 1 tableta de LACTOGNOST 2Agitar bien hasta deshacer las tabletas (de ser necesario utilizar una varilla de vidrio).

2. Colocar 1 ml de leche a analizar en el tubo P y 1 ml de leche libre de fosfatasa (previamente calentada a 85°C) en el tubo C.
3. Mantener ambos tubos a 37°C durante una hora utilizando un baño de agua o incubador.
4. Agregar a ambos tubos 1 cucharada rasa de LACTOGNOST 3 (emplear la cucharilla proporcionada por el kit).
5. Pasados 10 minutos realizar la comparación de ambos tubos.
 - a. Tubo control (C): debe dar un color marrón (negativo).
 - b. Tubo problema: si el color que aparece es verde, el resultado es débilmente positivo. La aparición de color azul indica resultado fuertemente positivo, es decir, presencia de fosfatasa en la muestra. En caso de aparición de color azul o verde se puede comparar con la escala que viene en el kit para evaluar su intensidad.

Nota: la determinación de fosfatasa en crema se realiza de igual manera que en leche. Para la determinación en manteca se deberá derretir 10 gr. en el tubo de centrifuga introducido en baño de agua a 40°C, centrifugar y continuar como la determinación en leche.

Advertencias

Dada la gran sensibilidad del reactivo frente a vestigios de fenol es necesario proceder siempre con la máxima limpieza:

- Se debe emplear para cada muestra una pipeta limpia
- Se debe proceder con cuidado al agitar Además debe tenerse en cuenta que materiales plásticos y gomas pueden tener fenol.
- También debe evitarse todo contacto de las muestras con saliva, sudor o humo de tabaco.
- **IMPORTANTE: NO SE DEBE UTILIZAR LA CUCHARILLA DEL KIT PARA MANIPULAR LAS TABLETAS LACTOGNOST 1 Y 2.**



Foto: Marta Puche Baño

3. Residuos

Eliminar en contenedor para residuos mezclados.

REDUCTASA EN LECHE

1. Introducción

Las bacterias y células vivas presentes en la leche cruda tienen capacidad de reducir moléculas. Hay sustancias coloreadas, como el azul de metileno, que al reducirse cambian de color (en el caso del azul de metileno se produce una decoloración).

La velocidad de este fenómeno está en relación directa con el grado de contaminación de la leche.

2. Material y reactivos

- Baño maría con cualquier dispositivo para taparlo.
- Tubos de ensayo medianos esterilizados.
- Tapones de goma para los tubos, hervidos antes de utilizarlos.
- Pipetas esterilizadas de 10 y 1 ml
- Solución de azul de metileno (15 mg de azul de metileno por cada 100 ml de agua destilada esterilizada).

3. Modo operatorio

1. Introducir asépticamente 10 ml de leche en un tubo.
2. Agregar asépticamente 1 ml de la solución de azul de metileno.
3. Cerrar el tubo con tapón.
4. Mezclar invirtiendo totalmente el tubo por tres veces y lentamente llevar el tubo al baño maría a 37°C Tapar el baño maría.
5. **Realizar la lectura del tubo cada media hora a la vez que se invierte el tubo.**

4. Interpretación

Se considera decolorada la leche cuando la totalidad del tubo esté totalmente sin color aunque quede color en la superficie. El viraje de la leche natural de vaca, oveja y cabra no se debe realizar antes de dos horas y el de la leche de vaca certificada antes de cinco.

Existen diferentes criterios para determinar la contaminación microbiana por medio de la velocidad de reducción del color, aunque es bastante común el recogido en la siguiente tabla:

Tiempo de decoloración	Clasificación
<20 minutos	Muy mala
20 minutos-2 horas	Mala
2-5 horas	Mediocre
>5 horas	Buena

5. Residuos

Eliminar en contenedor para residuos mezclados.

VARIOS

CONSISTENCIA BOSTWICK

1. Principio

La consistencia Bostwick es la medida, a una determinada concentración, de la consistencia de productos viscosos como salsas, tomate frito, cremogenados, etc. Cuanto menor es el valor Bostwick obtenido en el consistómetro, mayor es la consistencia del producto.

Según la RTS de salsas de mesa, en tomate frito, la consistencia Bostwick tendrá un valor máximo, a 20 °C en 30 segundos, de 14 cm. En Ketchup, tendrá un valor máximo de 10 cm.

La medida de la consistencia Bostwick se lleva a cabo en un consistómetro, donde se mide la distancia que avanza un producto estandarizado a unos determinados grados Brix en un tiempo determinado.

2. Materiales

- Consistómetro Bostwick
- Material de uso normal en el laboratorio.

3. Procedimiento

- 1) Pesar aproximadamente 100 g de muestra en un recipiente tarado y añadir agua en cantidad suficiente para producir una mezcla que tenga un índice de refracción de 1,3502-1,3506 a 25°C (equivalente a 13,07 ± 0,17 de sólidos totales).

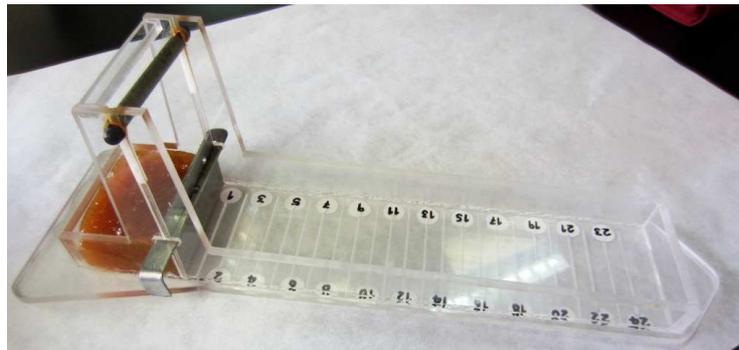
La dilución hasta 13,07 de sólidos totales puede ser hecha por la siguiente fórmula:

$$\text{Peso de agua añadida} = \frac{\text{°Brix del concentrado no diluido} \times \text{peso de concentrado}}{13} - \text{peso de concentrado}$$

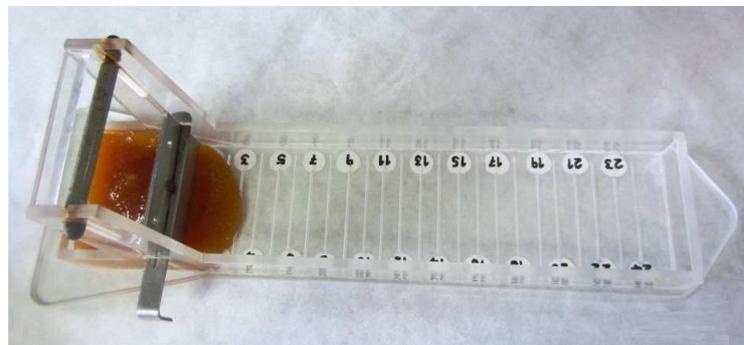
Ejemplo: Un concentrado de 32,2% de sólidos requerirá:

$$\frac{32.2 \times 100 \text{ gramos}}{13} - 100 \text{ g} = 147,69 \text{ o aprox. } 148 \text{ g}$$

- 2) Mezclar intensamente con agitador magnético procurando no atrapar aire en la mezcla, y comprobando que no queden grumos.
- 3) Comprobar la temperatura de la muestra y ajustarla a 20°C ± 1°C.
- 4) Ajustar el nivel del consistómetro de Bostwick.
- 5) Mezclar por agitación la muestra e inmediatamente transferirla a la célula o cámara de muestras de Bostwick. Llenarla por encima del nivel y pasar una rasqueta u otro elemento para quitar todo el sobrante. Si la homogeneización era buena el índice de refracción no habrá cambiado ni necesitará comprobación.
- 6) Abrir la pequeña compuerta y permitir que el producto fluya durante 30 segundos. Leer la distancia máxima de flujo aproximando hasta por 10 menos las décimas de cm.
- 7) Limpiar y secar el instrumento. No lavar el instrumento con agua caliente si ha de ser utilizado enseguida para la próxima determinación.



Consistómetro Bostwick. Posición inicial



Posición de medida

- 8) Si la lectura queda fuera de línea, es necesario repetirla con otra porción de muestra. Si las lecturas varían en más de 0,2 cm se deben repetir hasta que se obtenga una concordancia.

4. Residuos

Se eliminan en el contenedor de residuos orgánicos.

AZÚCARES. DETERMINACIÓN DEL COLOR EN SOLUCIÓN

1. Introducción

El azúcar blanco cristalizado es el resultado de un proceso de refinado a partir de azúcar moreno o integral. Por tanto, el color de un azúcar permite conocer el grado de refinado que ha recibido.

El método estándar para la determinación del color del azúcar en disolución es el método establecido por la Comisión Internacional para los métodos uniformes de análisis de azúcar (ICUMSA)

El método es aplicable a:

- azúcar terciado
- azúcar Integral de caña
- azúcar semiblanco
- azúcar blanco o blanquilla
- azúcar refinado o blanco refinado En cualquiera de sus formas de presentación como: en polvo o glacé, candí o cande, en forma de panes, pilé, granulado y cuadradillo.
- azúcar líquido
- azúcar líquido invertido
- jarabe de azúcar invertido

Este método se basa en que la densidad óptica de una solución filtrada de azúcar es proporcional a la cantidad de materia coloreada presente, lo que permite determinar cuantitativamente el color.

El color en disolución se expresa en grados ICUMSA, siendo una medida del grado de pureza de los azúcares. El azúcar refinado de calidad debe tener entre 0 y 45 grados ICUMSA.

2. Reactivos

- Agua destilada
- Ácido clorhídrico diluido
- Hidróxido sódico diluido
- Tierra de diatomeas de calidad analítica (1 % sobre sólidos)

3. Instrumental

- Material corriente de laboratorio.
- Espectrofotómetro
- Cubetas para espectrofotómetro, de 10 mm
- Filtro de membrana, de tamaño de poro 0,45 μ de diámetro verificado de acuerdo con el método de extrusión de mercurio, o 0,6 μ según el método Hagen-Poiseuille.
- Embudo porta-membrana
- Refractómetro
- Bomba de vacío

4. Procedimiento

1. Preparar, con agua destilada, una solución del azúcar que se quiere analizar a las concentraciones siguientes:
 - Azúcar blanco: 50 °Bx
 - Azúcar moreno: la mayor posible, compatible con velocidades de filtración y profundidades de cubeta razonables.
 - Azúcares líquidos y jarabes: densidad original, a menos que sea preciso diluir para conseguir velocidades de filtración y profundidades de cubeta razonables.
2. Filtrar la solución en vacío. Las soluciones de azúcar blanco y los jarabes ligeramente coloreados deben filtrarse a través de filtro de membrana sin adición de coadyuvantes de filtración. Las soluciones más oscuras deben filtrarse con tierra de diatomeas sobre papel de

- filtro. La primera porción del filtrado, si está turbia, se tira.
3. Ajustar el pH de las soluciones más oscuras a $7,0 \pm 0,2$ con HCl o NaOH diluidos. No ajustar el pH de las soluciones de azúcar blanco. Eliminar el aire arrastrado en vacío.
 4. Situar la solución en una cubeta de absorción Determinar la absorbancia (Ac^*) o $-\log Ts$ de la solución a 420 nm en un espectrofotómetro, utilizando agua destilada como patrón de referencia de color cero.

5. Expresión de los resultados

$$\text{Índice de atenuación } (Ac^*)_{420} = \frac{Ac^*}{bc} = \frac{-\log Ts}{bc}$$

Donde:

Ac^* = absorbancia

Ts = transmitancia

b = longitud, en centímetros, de cubeta

c = concentración de sólidos totales en gramos por mililitro. Los resultados se expresan en unidades de color ICUMSA¹

$$\text{Color en unidades ICUMSA} = 1000 \times (Ac^*)_{420}$$

6. Seguridad

Precaución en el manejo de ácidos y bases diluidos. Utilizar guantes.

7. Residuos

Pueden eliminarse por el desagüe previamente diluidos.

¹ ICUMSA: Comisión Internacional para métodos uniformes de análisis de azúcar

ANÁLISIS DEL COLOR EN PIMENTÓN. MÉTODO A.S.T.A. 20

1. Principio

Este método está basado en la comparación del color extraído del pimentón con el de un tipo de dicromato potásico y sulfato de amonio y cobalto hexahidratado.

2. Materiales y aparatos

- Matraz aforado de 100 ml
- Cubeta de espectrofotómetro
- Pipetas
- Espectrofotómetro

3. Reactivos

- Acetona
- Disolución estándar: se prepara de forma que un litro de ácido sulfúrico 1,8 M contenga 0,3005 g de dicromato potásico, reactivo análisis, y 34,960 g de sulfato de amonio y cobalto hexahidratado. El sulfato de amonio y cobalto debe desecarse con Drierite durante una semana.

4. Procedimiento

1. Pesar de 70 a 110 mg de pimentón e introducir en un matraz aforado de 100 ml
2. Adicionar acetona hasta el enrase y agitar.
3. Después de 4 horas de extracción llevar una porción del extracto, decantado y transparente, a la célula del espectrofotómetro, y medir la absorción óptica a 460 nm, utilizando acetona como testigo.
4. También se determina la absorción óptica de una disolución estándar a 460 nm, y se utiliza como testigo ácido sulfúrico 1,8 M.

El valor de las unidades A. S. T. A.- 20 se calcula por la fórmula:

$$\text{Unidades A.S.T.A.20} = \frac{\text{Absorción del extracto} \times 16,4 \times I_f}{\text{g de muestra}}$$

$I_f = 0,600 / \text{absorción óptica de la disolución estándar}$

NOTA: Se recomienda que el rango de los valores de absorción de la muestra estén comprendidos entre 0,30 y 0,70, debiéndose concentrar o diluir cuando la concentración cae fuera de estos valores.

Podemos afirmar que para una misma muestra, los valores A.S.T.A.-20 siempre arrojan un valor comprendido entre 4 y 6 unidades más elevado que el del A.S.T.A.-19.

OLEORRESINA

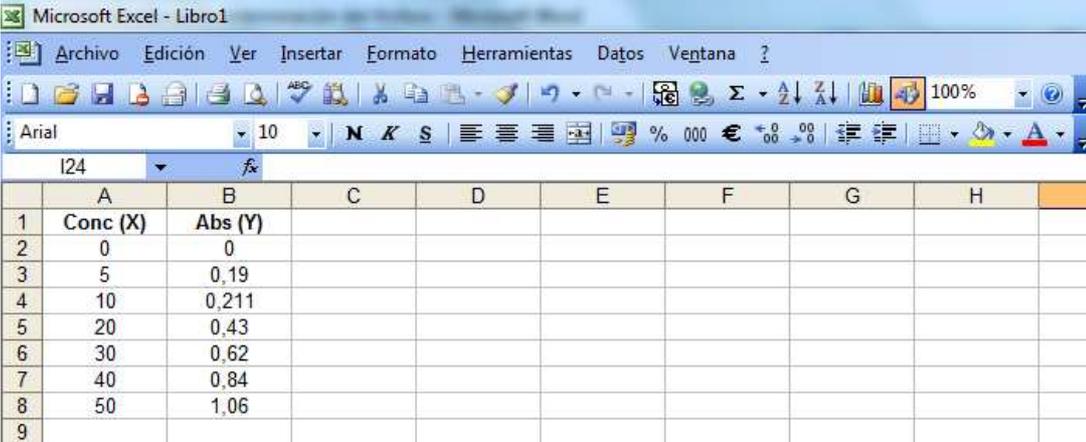
1. Pesar de 0.07 a 0.10 g de oleorresina y llevar a 100 ml, en un matraz aforado, con acetona.
2. Agitar durante 5 minutos. Tomar 10 ml y llevar a 100 ml con acetona, transcurrida 1/2 hora, medir en espectrofotómetro a 460 nm.
3. Si la absorbancia pasa de 0.700 nm hacer una dilución a partir de la madre.

$$\text{Unidades A.S.T.A.20} = \frac{\text{Abs.} \times 610 \times 100/10}{\text{Peso muestra}}$$

Anexo

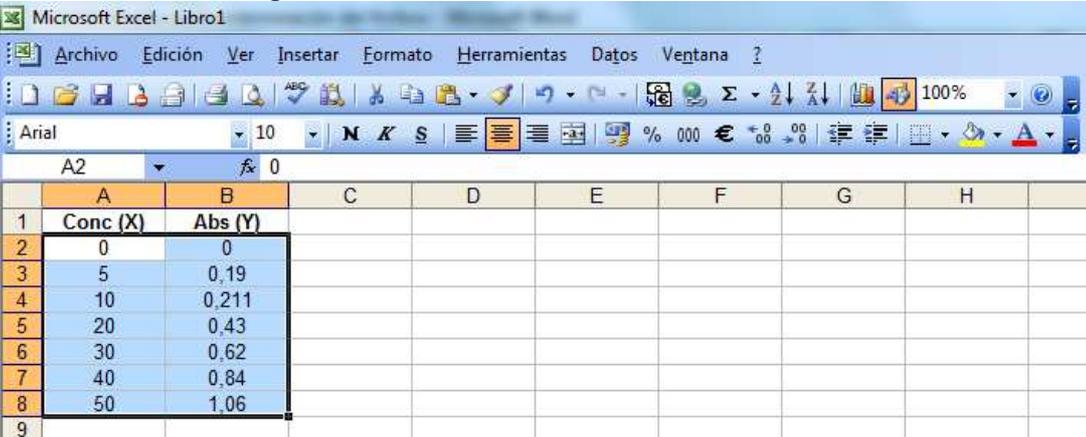
Cálculos en la determinación del fósforo

1. Entra en Excel y haz una tabla de este tipo



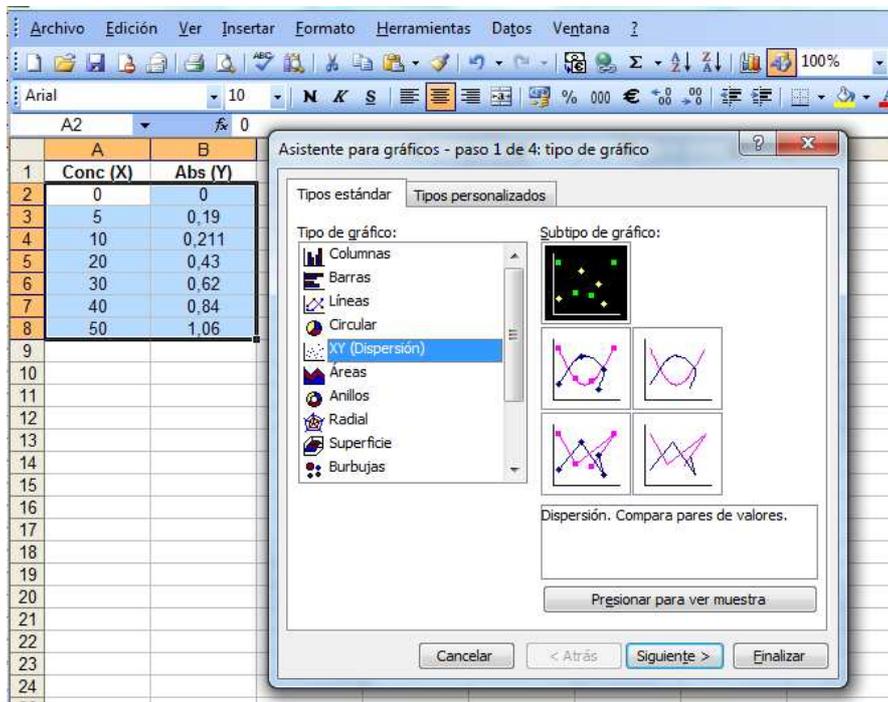
	A	B	C	D	E	F	G	H
1	Conc (X)	Abs (Y)						
2	0	0						
3	5	0,19						
4	10	0,211						
5	20	0,43						
6	30	0,62						
7	40	0,84						
8	50	1,06						
9								

2. Selecciona el rango de valores:

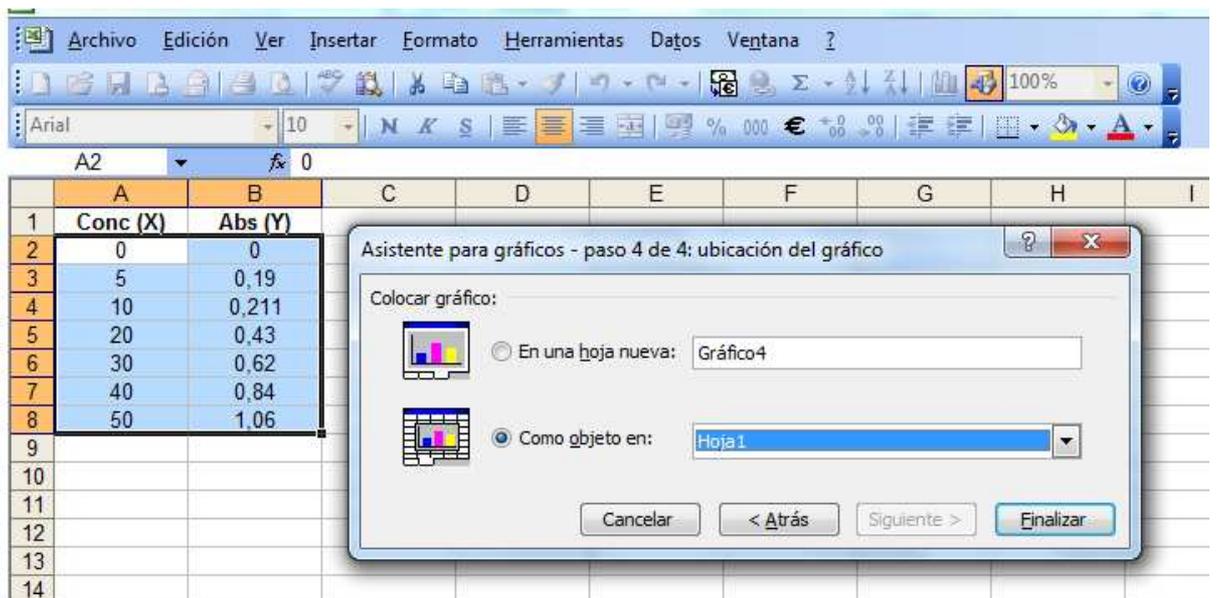


	A	B	C	D	E	F	G	H
1	Conc (X)	Abs (Y)						
2	0	0						
3	5	0,19						
4	10	0,211						
5	20	0,43						
6	30	0,62						
7	40	0,84						
8	50	1,06						
9								

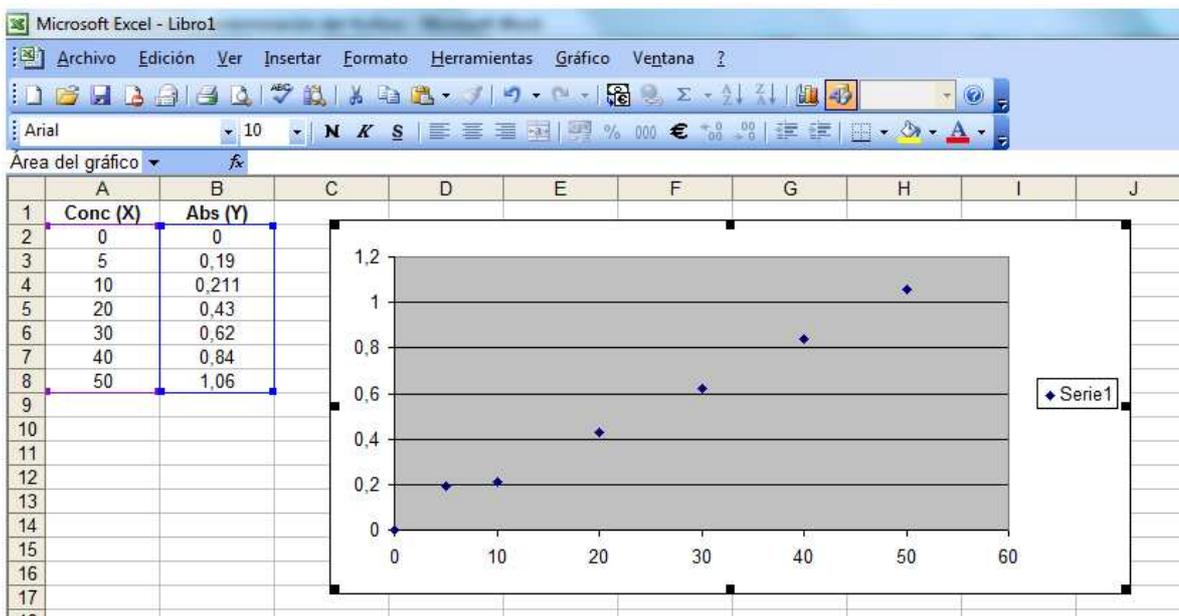
3. Pincha en insertar/gráfico y en la opción XY (Dispersión):



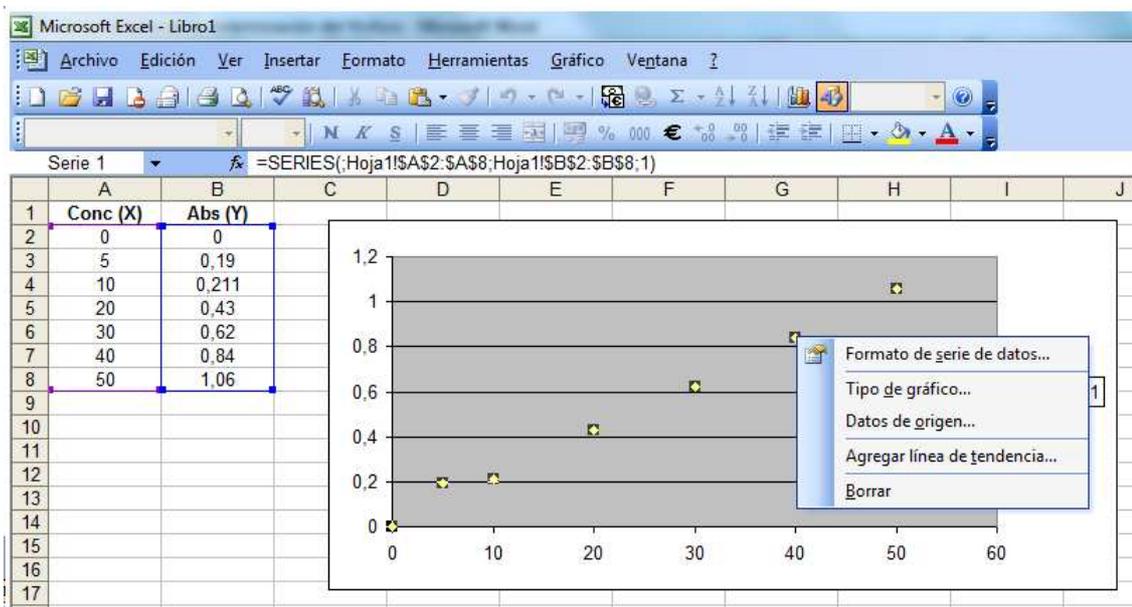
4. Continúa pulsando en el botón **Siguiente >** hasta la siguiente pantalla, en la que pulsarás en el botón **Finalizar**



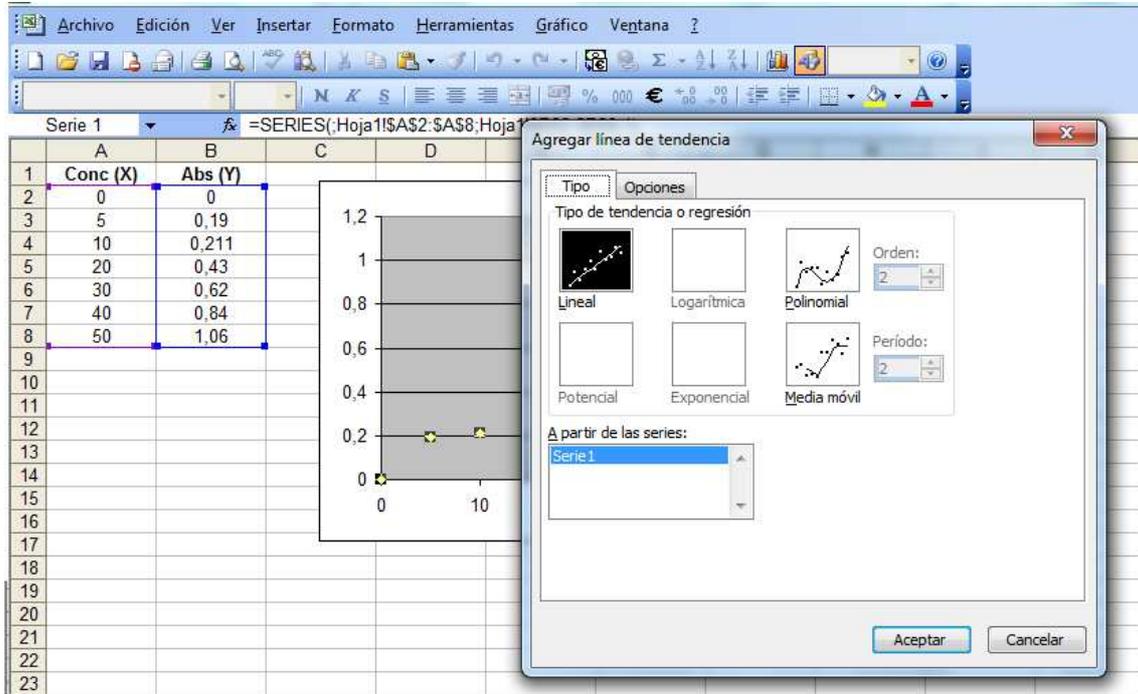
5. Te aparece al lado la gráfica con la nube de puntos:



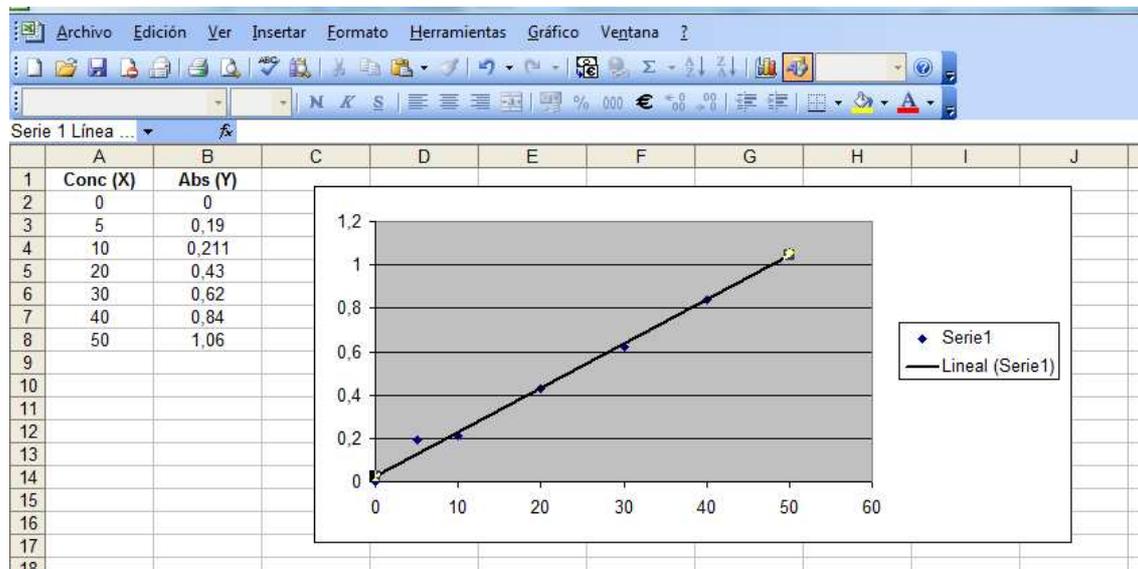
6. Con el botón derecho pincha en cualquiera de los puntos. En el menú desplegable que te aparece a continuación, pica en “Agregar línea de tendencia”



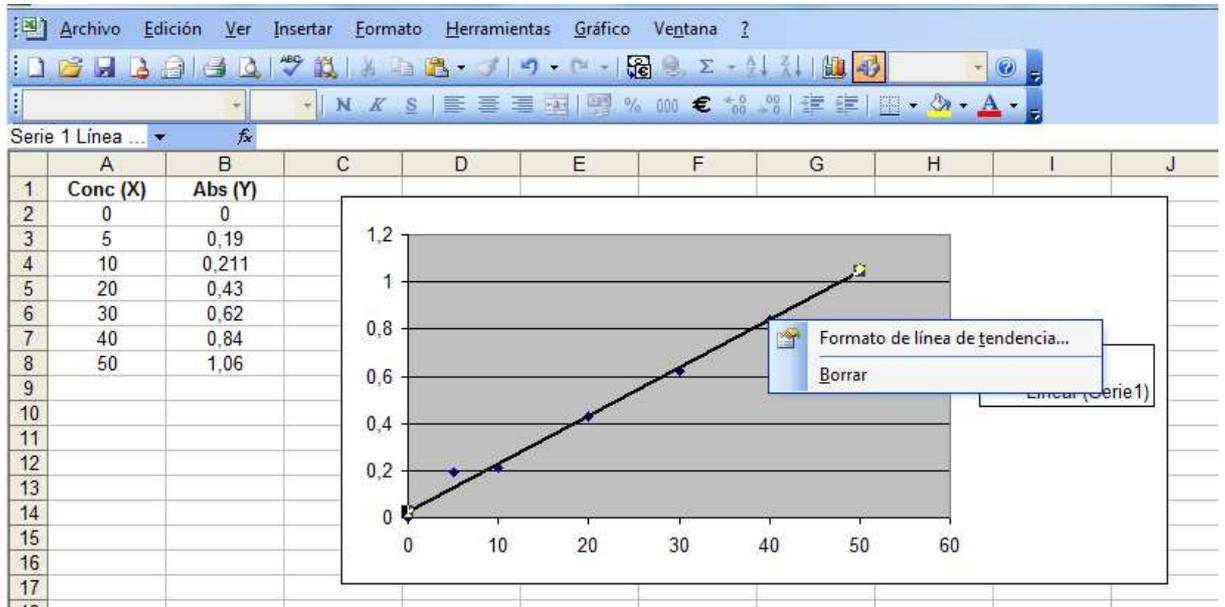
7. Y elige "Lineal"



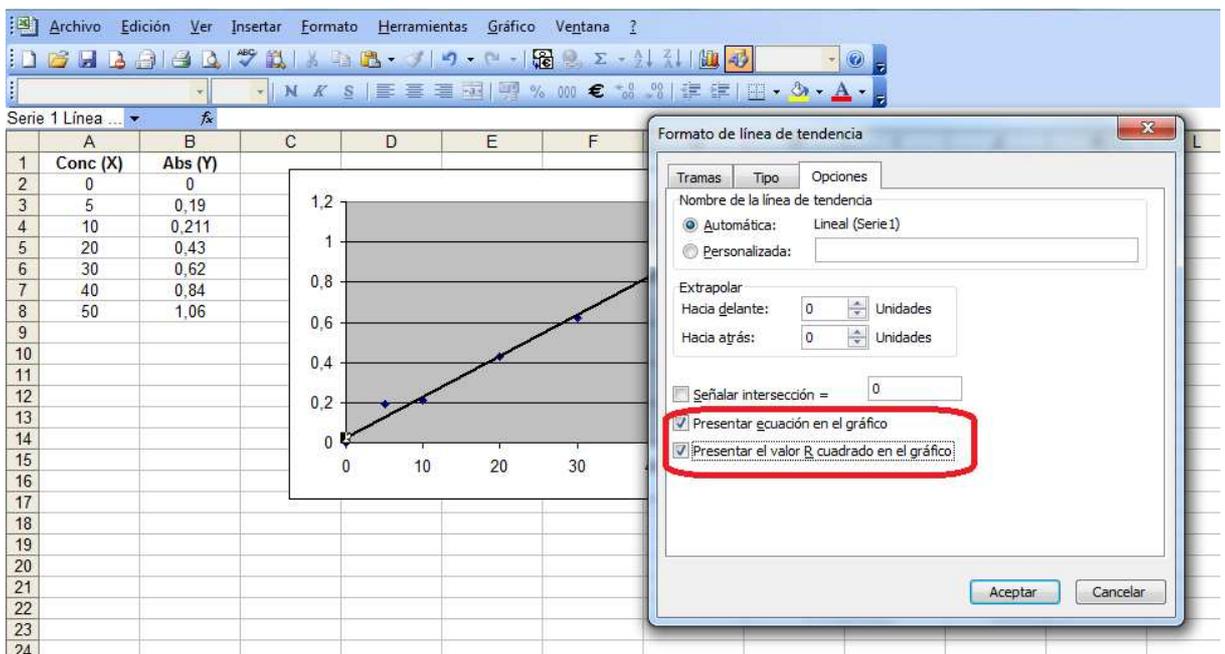
8. Excel te traza una línea ajustada a los puntos mediante cálculos de regresión lineal:



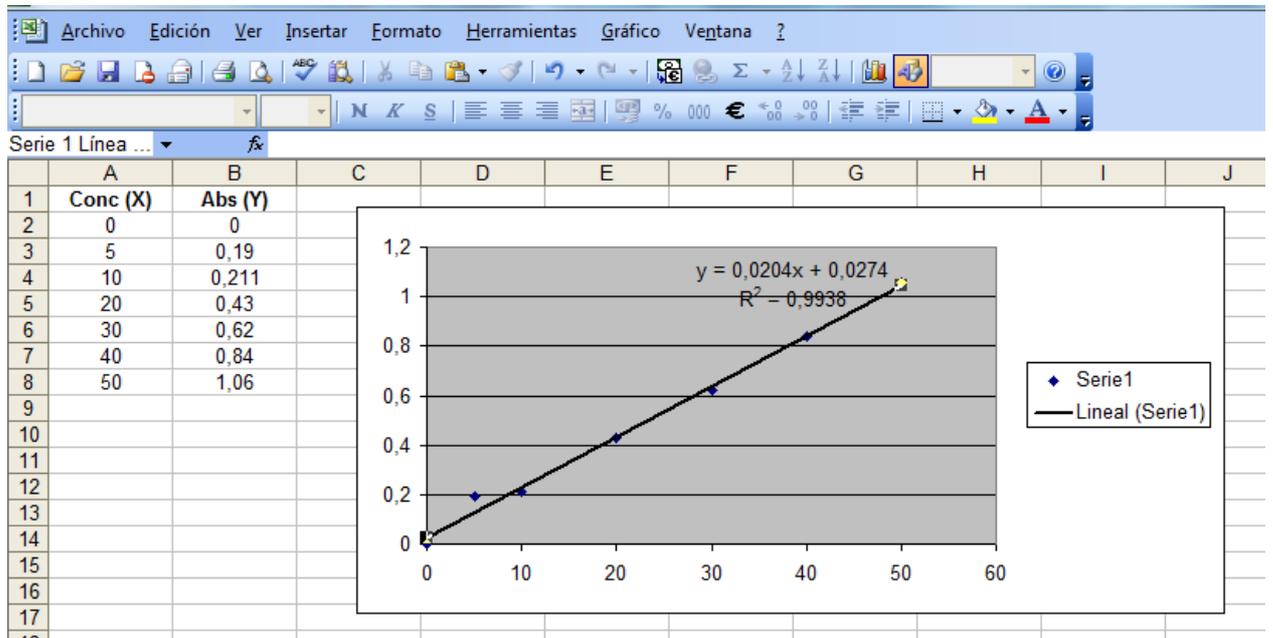
9. Pincha ahora con el botón derecho en cualquiera de los puntos. Te aparece un menú desplegable donde pulsarás en “formato de línea de tendencia”:



10. Te aparecerá el siguiente menú. Escoge “opciones”, pincha en las casillas que señalo en rojo y en “aceptar”.



11. Te aparecerá por fin la gráfica con su ecuación y el índice de correlación



12. Estamos ante una ecuación del tipo

$$y = bx + a$$

R^2 es el índice de correlación, que indica la bondad del ajuste de la recta al conjunto de datos. Este índice toma valores entre -1 y +1.

Una correlación -1 es una correlación perfecta negativa, es decir, que a medida que una de las variables toma valores ascendentes, los de la otra variable van siendo descendentes, y la recta pasa por la totalidad de puntos.

Una correlación +1 es una correlación perfecta positiva, es decir, que a medida que una de las variables toma valores ascendentes, los de la otra variable también lo son. La recta pasa también por la totalidad de puntos.

Los valores de R^2 entre ambas indican el grado de ajuste de la recta a los puntos. A medida que se acercan a cero, el ajuste es peor, es decir, la recta pasa más alejada de los puntos. En nuestro ejemplo puedes ver como la recta no pasa por todos los puntos. Puedes “jugar” en la tabla que has hecho cambiando los valores de y, y comprobarás como va cambiando R.

Para que la recta que has obtenido sea válida, R^2 debería ser de al menos 0,999.

Si la recta de regresión es:

$$\text{Absorbancia} = A + B \times (\text{Concentración})$$

Siendo:

- Absorbancia: Lectura a 430 nm
- Concentración: μg de P/ml

Expresado en tanto por ciento (es necesario dividir por 10^6 para pasar la masa del P de μg a g):

$$\% P = \frac{(\text{Abs} - A) * V_1 * V_3 * 100}{P * B * V_2 * V_4 * 10^6} = \frac{(\text{Abs} - A) * V_1 * V_3 * 10^{-4}}{P * B * V_2 * V_4}$$

Siendo:

Abs = Absorbancia.

A y B = Constantes de la recta.

$V_1, V_2, V_3,$ y V_4 = Volúmenes especificados en el texto

P = Peso de muestra ($\pm 0,1$ mg).

Bibliografía

- **Babor, J.A.; Ibarz, José.** Química general moderna. 8a. ed. Marín, 1979.
- **Harris, D.** Análisis químico cuantitativo. 3ª Ed. Reverté, Barcelona. 2007.
- **Helbing, W; Burkart, A.** Tablas químicas para laboratorio e industria. Reverté. Barcelona. 1985.
- **Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo.** NTP 480. “Gestión de residuos peligrosos en los laboratorios universitarios y de investigación”
- **Métodos oficiales de análisis de los alimentos.** AMV Ediciones Mundiprensa libros S.A. Madrid. 1994.
- **Orden de 13 de Octubre de 1989** por la que se determinan los métodos de caracterización de los residuos tóxicos y peligrosos. (BOE nº 270, de 10/11/89).
- **R.D. 1078/1993, de 2 de julio,** por el que se aprueba el Reglamento sobre clasificación, envasado y etiquetado de preparados peligrosos. (BOE nº 216 de 9/9/93).
- **R.D. 363/1995, de 10 de marzo** por el que se aprueba el Reglamento sobre notificación de sustancias nuevas y clasificación, envasado y etiquetado de sustancias peligrosas. (BOE nº 133 de 5/6/95)
- Técnicas de laboratorio químico 4. Edebé. 1978, Barcelona
- Real decreto 822/1993, de 28 de mayo, que establece los Principios de Buenas Practicas de Laboratorio y su aplicación en la realización de estudios no clínicos sobre Sustancias y productos químicos. (BOE núm. 128, de 29 mayo [RCL 1993, 1646]) **Editorial Aranzadi S.A.**
- Manuales para el control de calidad de los alimentos. 14. la garantía de la calidad en el laboratorio químico de control de los alimentos. FAO. 1996
- Guía de seguridad y buenas prácticas en el laboratorio. Centro Politécnico Superior. Universidad de Zaragoza.

Direcciones Web

<http://www.boe.es/>

www.codexalimentarius.org

http://echa.europa.eu/clp/clp_regulation/transition_es.asp

<http://eur-lex.europa.eu/es/index.htm>

<http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2002:221:0008:0036:ES:PDF>

http://europa.eu/legislation_summaries/internal_market/single_market_for_goods/chemical_products/l2_1282_es.htm

www.icmsf.org/

www.insht.es/portal/site/RiesgosQuimicos/

www.madridsalud.es/salud_publica/seguridad_alimentaria/alimentos.php

www.panreac.es/es/servicios/publicaciones

Catálogos web

www.ictsl.net/

www.panreac.es/es/noticias/notas-de-prensa/164-nuevo-catalogo

www.scharlab.com/web_soporte.php?idioma=ES&tipo=CAT

www.waters.com/waters/home.htm

Para cualquier información complementaria, pueden dirigirse a:

Consejería de Agricultura y Agua

• Servicios Centrales

Plaza Juan XXIII, s/n. - 30008 Murcia – www.carm.es/cagric

• Servicio de Formación y Transferencia Tecnológica

Teléfonos: 968 39 59 37 - 968 39 59 39 – Fax: 968 39 59 38 – www.fyta.es

• Centros Integrados de Formación y Experiencias Agrarias

Jumilla

Ingeniero La Cierva, s/n.
Telf.: 968 78 09 12 • Fax: 968 78 30 11

Lorca

Ctra. Águilas, km. 2
Telf.: 968 46 85 50 • Fax: 968 46 84 23

Molina de Segura

Gutiérrez Mellado, 17 Avda.
Telf.: 968 38 90 36 • Fax: 968 64 34 33

Torre Pacheco

Gerardo Molina, s/n.
Telf.: 968 57 82 00 • Fax: 968 57 82 04

• Oficinas Comarcales Agrarias

Jumilla

Avda. Reyes Católicos, 2
Telf.: 968 78 02 35 • Fax: 968 78 04 91

Molina de Segura

Ctra. Fortuna, s/n.
Telf.: 968 61 04 07 • Fax: 968 61 61 12

Caravaca de la Cruz

C/. Julián Rivero, 2
Telf.: 968 70 76 66 • Fax: 968 70 26 62

Murcia

Plaza Juan XXIII, s/n.
Telf.: 968 39 59 24 • Fax: 968 39 59 45

Mula

B.º Juan Viñeglas Avda.
Telf.: 968 66 01 52 • Fax: 968 66 01 80
(Ext. 64024)

Torre Pacheco

Gerardo Molina, s/n.
Telf.: 968 57 84 06 • Fax: 968 57 76 68

Lorca

Ctra. de Águilas, s/n.
Telf.: 968 46 73 84 • Fax: 968 46 73 57

Cartagena

C/. Jara, 29
Telf.: 968 50 81 33 • Fax: 968 52 95 71

Alhama

C/. Acisclo Díaz, s/n.
Telf.: 968 63 02 91 • Fax: 968 63 19 82

Fuente Álamo - Mazarrón

Gran Vía, 44 - 2ª planta
Telf.: 968 59 74 21 • Fax: 968 59 83 53

Cieza

Ctra. Murcia, s/n.
Telf.: 968 76 07 05 • Fax: 968 76 01 10

**Organizaciones Profesionales Agrarias
Federaciones de Cooperativas Agrarias**

AGROALIMENTARIA

30

FORMACION



Región de Murcia

PLAGAS Y ENFERMEDADES DE LOS CÍTRICOS EN LA REGIÓN DE MURCIA



Periodo crítico • Estados más vulnerables
Métodos de seguimiento • Umbrales de intervención • Control químico y biológico

AGROALIMENTARIA

31

FORMACION



Región de Murcia

SEGURIDAD LABORAL EN EXPLOTACIONES GANADERAS



AGROALIMENTARIA

32

FORMACION



Región de Murcia

APLICACIÓN DEL AUTOCONTROL BASADO EN LOS PRINCIPIOS DE APPCC EN EXPLOTACIONES AGRÍCOLAS E INDUSTRIAS DE FRUTAS Y HORTALIZAS (NIVEL 1)



AGROALIMENTARIA

33

FORMACION



Región de Murcia

APLICACIÓN DEL SISTEMA DE AUTOCONTROL APPCC EN INDUSTRIAS DE FRUTAS Y HORTALIZAS (NIVEL 2)



AGROALIMENTARIA

34

FORMACION



Región de Murcia

LA CONTAMINACIÓN DE LAS AGUAS POR NITRATOS PROCEDENTES DE FUENTES DE ORIGEN AGRARIO



AGROALIMENTARIA

35

FORMACION



Región de Murcia

ANÁLISIS DE ALIMENTOS

Fundamentos



Ciclo Formativo de "Procesos y Calidad en la Industria Alimentaria"

PUBLICACIONES DE LA SERIE FORMACIÓN AGROALIMENTARIA

- Nº 1.- Manipulador de productos fitosanitarios. Nivel Básico (Manual del profesor).
- Nº 2.- Poda y sistemas de formación en los frutales de hueso.
- Nº 3.- Recomendaciones de buen uso y seguridad en los equipos de tratamiento fitosanitario.
- Nº 4.- Manipulador de productos fitosanitarios. Nivel Básico (Manual del alumno).
- Nº 5.- Manipulador de productos fitosanitarios. Nivel Cualificado (Manual del profesor).
- Nº 6.- Manipulador de productos fitosanitarios. Nivel Cualificado (Manual del alumno).
- Nº 7.- Prevención de Riesgos Laborales en el puesto de trabajo. Manejo seguro del tractor.
- Nº 8.- Manipulador de plaguicidas de uso ganadero. Nivel Básico (Manual para el alumno).
- Nº 9.- Manipulador de plaguicidas de uso ganadero. Nivel Básico (Manual para el profesor).
- Nº 10.- Normas básicas de la condicionalidad.
- Nº 11.- Plagas y enfermedades de limón y pomelo en la Región de Murcia.
- Nº 12.- Bienestar animal en el transporte.
- Nº 13.- Técnica de atomización según volumen vegetativo (T.R.V.).
- Nº 14.- La fertirrigación del limonero.
- Nº 15.- Plagas y enfermedades de la vid en la Región de Murcia.
- Nº 16.- Manejo y mantenimiento de instalaciones de riego localizado.
- Nº 17.- Iniciación a la cata de vinos.
- Nº 18.- Sistemas de gestión de calidad en explotaciones agrícolas.
- Nº 19.- Manual del curso de manipulador de frutas y hortalizas.
- Nº 20.- Sistemas de gestión de calidad y seguridad en centrales hortofrutícolas.
- Nº 21.- Prevención de Riesgos Laborales en el puesto de trabajo. Manejo seguro de carretillas elevadoras.
- Nº 22.- Valoración morfológica en ganado caprino lechero. Cabra murciano-granadina.
- Nº 23.- Análisis de Peligros y Puntos de Control Crítico (APPCC) en explotaciones agrícolas.
- Nº 24.- Guía de Primeros Auxilios en el sector agrario y agroalimentario.
- Nº 25.- Transporte y almacenamiento de productos químicos para uso agrario.
- Nº 26.- Ecoeficiencia energética en las empresas agroalimentarias.
- Nº 27.- Obligaciones medioambientales en explotaciones agrarias y centrales hortofrutícolas.
- Nº 28.- Aceite de oliva virgen. Guía básica para catar.
- Nº 29.- Iniciación a la Apicultura.
- Nº 30.- Plagas y enfermedades de los cítricos en la Región de Murcia.
- Nº 31.- Seguridad laboral en explotaciones ganaderas.
- Nº 32.- Aplicación del autocontrol basado en los principios de APPCC en Explotaciones Agrícolas e Industrias de Frutas y Hortalizas (nivel 1).
- Nº 33.- Aplicación del sistema de autocontrol APPCC en Industrias de Frutas y Hortalizas (nivel 2)
- Nº 34.- La contaminación de las aguas por nitratos procedentes de fuentes de origen agrario.
- Nº 35.- Análisis de los Alimentos. Fundamentos**



Consejería de Agricultura y Agua

