

MANUAL DE ANÁLISIS QUÍMICO E INSTRUMENTAL

Técnicas de Análisis fisicoquímico TOMO 2



CONTENIDO

pag

Introducción.....	2
Marco teórico.....	4
1. Análisis fisicoquímico en alimentos.....	6
1.1. Técnicas cualitativas de análisis fisicoquímico.....	6
1.1.1. Identificación de calidad en leche.....	6
1.1.1.1 identificación de almidón por yodo.....	7
1.1.1.1.1 norma de la técnica.....	8
1.1.1.2 prueba de fosfatasa.....	8
1.1.1.3 prueba de alcohol.....	9
1.1.2. Técnica de espectroscopia.....	9
1.1.2.1. análisis de alcohol en vino.....	10
1.2 técnicas cuantitativas de análisis fisicoquímico.....	12
1.2.1. Técnica de gravimetría.....	13
1.2.1.1 Determinación del contenido de humedad.....	14
1.2.1.1.1. Norma Icontec de la técnica.....	16
1.2.2 Técnica de refractometría en sólidos solubles.....	16
1.2.2.1 Norma de la técnica.....	18
2. Análisis fisicoquímico en grasas y aceites.....	19
2.1 técnicas cuantitativas.....	19
2.1.1 Determinación de peróxido.....	23
2.1.2 Determinación del índice de acidez.....	26
2.2. Técnicas cualitativas.....	29
2.2.1 identificación de color.....	29
2.2.2 Determinación de viscosidad.....	34
3. Análisis fisicoquímicos de productos cárnicos.....	36
3.1. Técnicas cuantitativas.....	36
3.1.1 Determinación de proteínas.....	36
3.1.1.1 Norma de la técnica.....	40
3.1.2 Determinación de humedad.....	40
3.1.2.1 Norma de la técnica.....	43
3.2 técnicas cualitativas.....	43
3.2.1. Determinación de almidones.....	43
3.2.2. Determinación de color.....	45
4. Análisis fisicoquímico de Biocombustibles.....	50
4.1 Biodiesel por transesterificación.....	50
4.1.1 Determinación de densidad.....	52
4.1.2 Determinación de viscosidad.....	53
4.2. Análisis de biodiesel por cromatografía y espectrometría de gases.....	54
4.3. Caracterización de biocombustible obtenido de desecho vegetal.....	57
4.3.1. propiedades de los esteres obtenidos.....	57

MANUAL DE ANÁLISIS QUÍMICO E INSTRUMENTAL – FUNDAMENTOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Instituto Universitario de la Paz – UNIPAZ

Editorial: Instituto Universitario de la Paz – UNIPAZ

Representante legal: Oscar Orlando Porras Atencia

Página web: www.unipaz.edu.co

ISBN:

OSCAR ORLANDO PORRAS ATENCIA

Rector Instituto Universitario de la Paz

MÓNICA MARÍA PACHECO VALDERRAMA

Directora de Escuela de Ingeniería Agroindustrial

Ing. MSc. YULEISI TATIANA CABALLERO HERNÁNDEZ

Ing. MSc. SANDRA ROCÍO PATIÑO VILLAMIZAR

Ing. Esp. ALEXANDER DÍAS CAMARGO

Ing. PhD. HÉCTOR LEANDRO OTÁLVARO MARÍN

Autores

Ing. Esp. ALEXANDER DÍAZ CAMARGO

Diseño e ilustración

Barrancabermeja, 2018.

PRÓLOGO

La Escuela de Ingeniería Agroindustrial y en especial el Grupo de Investigación en Innovación, Desarrollo Tecnológico y Competitividad en Sistemas de Producción Agroindustrial GIADAI del Instituto Universitario de la Paz – UNIPAZ han enfocado sus esfuerzos para que las personas que requieran trabajar en el laboratorio, estudiantes, docentes e investigadores y demás personal, tengan en sus manos una herramienta que les permita entender y comprender las normas de seguridad y comportamiento en el laboratorio.

Esta obra hace parte del MANUAL DE ANÁLISIS QUÍMICO E INSTRUMENTAL compuesta por tres tomos. Este primer tomo está dedicado de forma exclusiva a condiciones de trabajo seguro dentro del laboratorio. Cuenta con dos prácticas que conducirá a familiarizarse con conceptos y aspectos fundamentales dentro del laboratorio.

La metodología empleada y fundamentada en el presente manual no requiere que el lector tenga experiencia previa. De hecho, este tomo permite de manera sencilla, pero al mismo tiempo científica y validable, que el practicante en laboratorio adquiera conocimientos en normas de seguridad, riesgos del laboratorio, así como implementos de protección personal que más tarde podrá aplicar en prácticas relacionadas con investigación científica. De igual manera, servirá al lector como material de consulta permanente.

Después de leer esta obra el lector adquirirá conocimientos y habilidades para desarrollar su trabajo de forma más segura, y eficiente en el laboratorio.

HÉCTOR LEANDRO OTÁLVARO MARÍN
Doctor en ingeniería química

INTRODUCCION

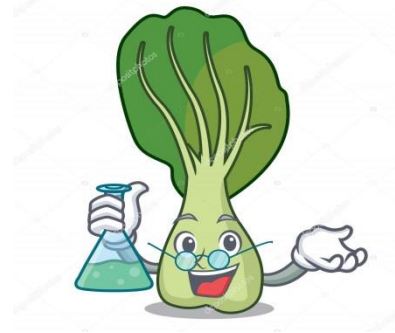
La necesidad de una alimentación con calidad es un hecho incuestionable conocido por todos. Si bien es importante comprender esta verdad, también es necesario conocer como nos alimentamos, es decir cuál es la calidad de los alimentos que ingerimos, sobre todo por la gran relación que se ha demostrado que tiene la alimentación con la salud.



Los alimentos no son compuestos estáticos, sino dinámicos y por ende las ciencias alimentarias deben estudiar la composición de los alimentos y los efectos que sus componentes provocan en el curso de los diferentes procesos a que están sujetos los alimentos, investigando y descubriendo las conexiones que existen entre la estructura de los diferentes compuestos y sus propiedades organolépticas, así como su capacidad de deterioro en función de su composición química.

La caracterización de los alimentos proviene de los resultados de los diferentes ensayos a que puede someterse utilizando diferentes métodos de evaluación, los cuales pueden agruparse en función de los objetivos que persigan y los principios en que se fundamentan. Así que esta caracterización involucra un tipo de análisis el cual trataremos y es el análisis fisicoquímico.

Este tipo de análisis de las propiedades fisicoquímicas de los alimentos es uno de los aspectos principales en el aseguramiento de su calidad. Este análisis como su nombre lo indica implica la caracterización de los alimentos desde los puntos de vista físico y químico, haciendo énfasis en que sustancias están presentes en el alimento y la cantidad de estos compuestos, este tipo de análisis cumple un papel muy importante en la determinación del valor nutricional de los alimentos, en el control del cumplimiento de los parámetros exigidos por los organismos de salud y también para el estudio de las posibles irregularidades como adulteraciones, falsificaciones, etc. tanto en alimentos terminados como en sus materias primas. Es necesario realizar un análisis de alimentos para asegurar que sean aptos para el consumo humano y para asegurar que cumplen con las características y composición que se espera de ellos.



Este tipo de análisis se puede ser dividido en dos tipos:

Cualitativo y Cuantitativo. En el análisis cualitativo, el objetivo es establecer la presencia de algún elemento, compuesto, o fase en una muestra. En contraste, el análisis cuantitativo busca establecer la cantidad de algún elemento, compuesto, u otro tipo de componente presente en una muestra, es decir, permite examinar los datos de manera numérica

Por ejemplo, el análisis cuantitativo realizado por espectrometría de masas sobre muestras biológicas puede aportar, por la proporción de abundancia relativa de ciertas proteínas específicas.

Aunque cada uno se enfoca en su parte, se relacionan mutuamente, pues no se puede cuantificar sin conocer previamente si está o no presenta el compuesto en la muestra.



La palabra identificación se emplea comúnmente para describir el proceso analítico cualitativo comporta un reconocimiento a través de las características químicas o fisicoquímicas del analito (átomos, iones, moléculas o grupos químicos) o su producto de reacción. La palabra determinación es empleada usualmente en el ámbito del análisis cuantitativo.

Se analizarán diversos tipos de alimentos que fueron clasificados de acuerdo a su estado o textura, y el tratamiento que debe recibir la muestra para los análisis. Dentro de estos están:

- ✓ **Alimentos duros:** chocolate, queso curado, frutos secos, etc. Se rallan las muestras, evitando la separación de la grasa todo lo que sea posible.
- ✓ **Alimentos secos:** cereales, legumbres, harinas, leche en polvo. Se mezclan y muelen; finalmente, se tamiza la preparación.
- ✓ **Alimentos húmedos:** carnes, pescados, frutas, etc. Se quitan las diferentes capas protectoras con cuchillos y trituradoras eléctricas y se homogenizan. La muestra se guarda en frascos limpios y secos, que deben quedar llenos para prevenir pérdidas de humedad.
- ✓ **Alimentos líquidos:** zumos, salsas, yogures. Se recoge la muestra, al máximo posible, dentro de un vaso o de un mortero seco y se homogeniza el producto batiéndolo. Se pone la muestra a una temperatura próxima a los 20 ° C. Si se desea conservar, se realizará a temperaturas de refrigeración.
- ✓ **Alimentos grasos:** aceites o grasas sólidas. Si las muestras son líquidas, deben estar fluidas y estar perfectamente limpias. Si el producto presenta turbidez o materia depositada, en algunas determinaciones es suficiente con agitar enérgicamente antes de extraer la muestra; para otras determinaciones, sin embargo, es necesario calentarla, agitarla y dejarla decantar. A continuación, se filtra sobre papel, en estufa mantenida a una determinada temperatura. Los productos sólidos (mantequilla o manteca) se han de fundir y filtrar en caliente.

MARCO TEÓRICO

Presentación de la UNIPAZ

El Instituto Universitario de la Paz, es una institución pública de Educación Superior creada en el año de 1987, sujeta a inspección y vigilancia del Ministerio de Educación Nacional. Como parte de su programa formativo cuenta con el programa de Ingeniería Agroindustrial.

La escuela de Ingeniería Agroindustrial, del Instituto Universitario de la Paz - UNIPAZ, tiene como objetivo formar profesionales capaces de solucionar los problemas de los pequeños y medianos productores, transformadores y comercializadores Agroindustriales de la región, con criterios empresariales, manejando los principios de sostenibilidad socio - económica y ambiental.

Manual de análisis físico-químico y su importancia

Los manuales son de gran relevancia a la hora de transmitir información de manera ordenada que sirva a las personas como guía para desenvolverse en una situación determinada.

Un manual de análisis fisicoquímico es aquel que expone con detalle la descripción de los análisis químicos y físicos y la relación existente entre ellos, los cuales se le deben realizar a cierto producto para evaluar su calidad. Es un elemento que documenta una información de manera integral y estructurada.

El Manual de análisis fisicoquímicos tiene algunas ventajas como:

- ✓ Facilitar el proceso de capacitación de las personas que aborda por primera vez temas relacionados con laboratorios.
- ✓ Describir en forma detallada las actividades a realizar dentro del laboratorio.
- ✓ Facilitar la interacción con los equipos y materiales disponibles en el laboratorio.
- ✓ Permitir la coordinación de actividades a realizar a través de una información ordenada de manera secuencial.

Análisis fisicoquímico.

Es el conjunto de métodos y técnicas que determinan la composición y características químicas y físicas de los alimentos, la aplicación de los análisis fisicoquímicos contribuye de manera crucial al desarrollo y a la comprensión del concepto de materia.

La caracterización física y química de los alimentos está dada por los resultados obtenidos en diferentes análisis a los que estos son sometidos con el fin de conocer su composición química y el contenido de sustancias tóxicas. Estos hacen del parte del control de calidad y deben ser

comparados con los límites establecidos en los documentos técnicos y normas según el alimento que sea analizado.

Los análisis fisicoquímicos pueden llevarse a cabo de manera apropiada, si el laboratorio cuenta con guías internas (Manual) elaboradas de acuerdo con los equipos y materiales que este disponga, para poder así abarcar la mayor cantidad de procedimientos para un control de calidad en el alimento o el grupo de alimento analizado todo enfocado a afianzar el proceso de aprendizaje.

Control de calidad en alimentos.

Es un conjunto de técnicas y operaciones que hacen parte de una estrategia para asegurar el mejoramiento continuo de la calidad de los alimentos. Es un sistema creado para afianzar la continua satisfacción de los clientes mediante el desarrollo permanente de la calidad en el producto o servicio.

Para el desarrollo del control de la calidad en los alimentos, se debe encontrar y establecer la mejor estrategia para lograr los objetivos trazados dentro de todo el proceso que estos tienen, además de tener una buena comunicación entre todas las partes involucradas.

La misión de vigilar y el controlar los alimentos en Colombia la lleva a cabo el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos INVIMA, con el fin brindar seguridad a los productores y consumidores reduciendo así algunos factores de riesgo determinantes para la salud humana.

En los alimentos, su control es una actividad multidisciplinaria que requiere de la presencia de todos los sectores involucrados, estos deben tener programas diseñados para la aplicación de sistemas de aseguramiento de la calidad e inspección; además de tener personal instruido en el tema y un buen equipamiento. El Ministerio de Salud y de la Protección Social establece que se debe contar al momento de procesar, producir y comercializar alimentos con políticas que regulen la sanidad animal, vegetal y la alimentación humana. Dicha reglamentación esta creada y certificada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC)

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, ICONTEC, es una entidad de carácter privado, sin ánimo de lucro, cuya Misión es fundamental para brindar soporte y desarrollo al productor y protección al consumidor. Colabora con el sector gubernamental y apoya al sector privado del país, para lograr ventajas competitivas en los mercados interno y externo.

1. Análisis fisicoquímico en alimentos

El análisis de los diferentes tipos de alimentos nace por la necesidad vital del ser humano de conocer las sustancias que ingiere. Desde el punto de vista químico, los alimentos son tan complejos, que de algunos aún se desconoce su composición completa. Agua, proteínas, carbohidratos, lípidos, minerales, vitaminas, pigmentos y aromas, pero también otras muchas

sustancias, proporcionan al alimento sus características especiales de color, sabor, olor y textura. Además, a su composición natural se suman los posibles aditivos añadidos durante su procesado, así como contaminantes potenciales, tanto químicos como biológicos.

Dentro de los objetivos de un análisis fisicoquímico para alimentos esta conocer las características básicas de un producto, que sirvan como un indicador de la calidad del mismo, es fundamental no solo para establecer la ficha técnica de un producto sino también para poder estandarizar los procesos de producción en base a estas características.

1.1 Técnicas cualitativas del análisis fisicoquímico



El análisis cualitativo es una rama de la química analítica que tiene por objeto el reconocimiento o identificación de los elementos o de los grupos químicos presentes en una muestra, así como el estudio de los medios para poder identificar los componentes químicos de una muestra. En general, el fundamento para la identificación de una sustancia por el método clásico de análisis consiste en provocar en la misma un cambio en sus propiedades que sea fácilmente observable y que se corresponda con la constitución de dicha sustancia

1.1.1 Técnicas de identificación calidad en la leche

La leche es un alimento rico en minerales y vitaminas vitales para el organismo, este producto debe ser obtenido bajo estrictas condiciones de producción ecológica, de tambos certificados por la autoridad oficial competente. El resultado debe ser una leche integral, que conserve intacto el balance de su composición original. Es de vital importancia el control de calidad en estos alimentos. Los productos lácteos son de particular interés debido a que conforman un grupo de alimentos que tiene un papel relevante en la alimentación humana, y son indispensables para algunos sectores de la población (mujeres embarazadas y niños). La leche cruda tiene un costo de producción elevado y la agroindustria asociada a ella, al beneficiar los productos, encarece cada uno los derivados lácteos que van obteniendo, por lo que modificar su composición y reemplazar parte de sus componentes por otros más baratos, es una práctica atractiva para algunos industriales lecheros.

Una estrategia para identificar adulteraciones en los productos tiene como base el estudio de las sustancias propias de la leche (proteínas, esteroides, ácidos grasos, otros), por ejemplo, o

mediante la determinación de cocientes entre algunos de sus constituyentes químicos, asumiendo que los cocientes son constantes del producto lácteo en particular. Con esta perspectiva, si se adicionan sustancias extrañas a la leche y/o sus derivados el valor del cociente se verá alterado y con ello se demuestra la adulteración. En esa línea, existen procedimientos de clasificación que pueden ser aplicados para comparar similitudes o diferencias entre datos de muestras comerciales de productos lácteos con datos de muestras auténticas.

1.1.1.1. Identificación almidones por yodo.

El objetivo de esta práctica es determinar e identificar cuando la leche ha sido adulterada con almidones siendo uno de ellos la harina de trigo. Cuando el yodo reacciona con el almidón se torna de un color azul.

Materiales y reactivos

- ✓ Vaso de precipitación
- ✓ Leche fresca
- ✓ Harina de trigo.
- ✓ Yodo.

Procedimiento

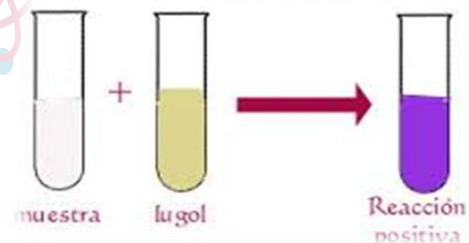
1. Tomar de 10 ml de leche fresca
2. Adicionar 4 g de harina de trigo y mezclar



3. Adicionar 4 gotas de yodo y agitar



4. observar cambios



Resultado:

Si se torna un color púrpura es resultado es positivo, y si es amarillo es negativo

1.1.1.1. Norma Icontec.

NTC 399: productos lácteos; leche cruda. Esta norma establece los requisitos que debe cumplir y las condiciones que debe tener la leche cruda como materia prima para su industrialización.

1.1.1.2. Prueba de la fosfatasa

Las fosfatasas son enzimas que se encuentran en la leche cruda y que se destruyen con la temperatura de pasteurización. La leche se incuba con p-nitrofenol disódico en condiciones alcalinas, el cambio de color a amarillo indica la presencia de fosfatasa.

PROCEDIMIENTO

1. Tomar dos tubos de ensayo y colocar en cada uno 1 mL de la solución de p-nitrofenilortofosfato disódico.
2. Tapar los tubos y colocarlos al baño maría a 37°C durante algunos minutos (5 minutos).
3. Agregar al primer tubo 1 mL de muestra y al segundo tubo 1 mL de leche cruda, utilizando para cada uno pipetas diferentes. Este último se destina como testigo.
4. Colocar los tubos al baño maría a incubar durante 2 horas a 37°C.
5. Observar el color desarrollado en el primer tubo: Si el color se mantiene inalterado (color blanco) la leche fue bien pasteurizada.
6. si la leche no fue pasteurizada o lo fue insuficientemente, el primer tubo se coloca de amarillo de intensidad variable que depende de la cantidad de fosfatasa presente en la leche.
7. En el segundo tubo el color debe ser siempre amarillo. En caso contrario se presume que el reactivo no sirve y debe prepararse nuevamente.

1.1.1.3 Prueba de alcohol

Esta prueba determina la estabilidad de la leche al calor. Si se tiene la formación de grumos al mezclarse el alcohol con la leche, indica que es una leche que no es apta para someterla a altas temperaturas, además de Identificar la presencia de bacterias lácticas que pueda afectar la inocuidad de la misma.

PROCEDIMIENTO

Mezclar el alcohol y la leche; para 5 mL de alcohol al 90% con leche en un tubo de ensayo. Agitar durante un minuto fuertemente. Durante 1 o 2 minutos no deberá presentarse grumos en las paredes del tubo de ensayo, esto para una leche fresca y bien conservada, pero si se presentan grumos quiere decir que la leche no estaba tan fresca y en buenas condiciones como se creía.



1.1.2 Técnica cualitativa de espectroscopia



Los métodos espectrométricos son métodos instrumentales empleados en química analítica basados en la interacción de la radiación electromagnética, u otras partículas, con un analito para identificarlo. Algunos de estos métodos también se emplean en otras áreas de la química para elucidación de estructuras.

Las técnicas espectroscópicas se diferencian también según la forma en la que se encuentra el analito en el momento en el que sufre el proceso espectroscópico, dando lugar a la espectroscopia atómica y a la espectroscopia molecular.

Según el rango de energía que presente la radiación electromagnética existen diferentes técnicas, por ejemplo, espectroscopia de infrarrojo, espectroscopia de resonancia magnética nuclear, etcétera.

Las técnicas no espectroscópicas aprovechan diferentes propiedades de la radiación electromagnética, como el índice de refracción o la dispersión.

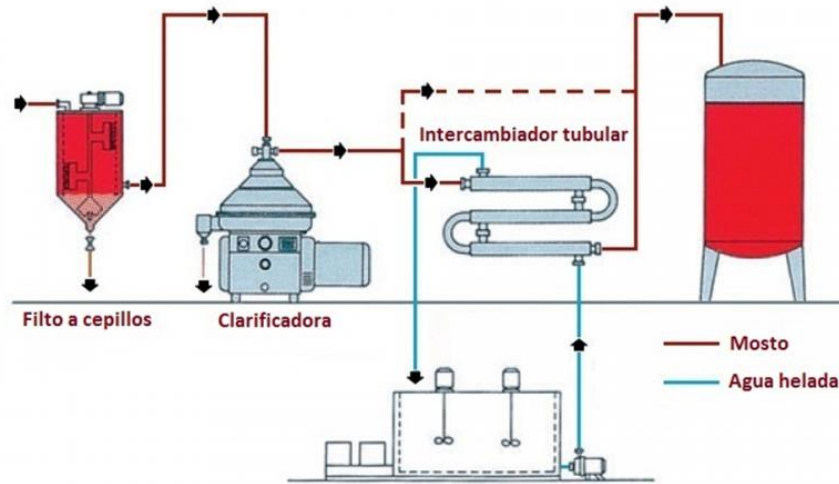
1.1.2.1. Implementación de la técnica en análisis de alcoholes en vino.

En la industria vitivinícola el monitoreo del proceso de transformación del mosto en vino es de gran importancia para la calidad final de la bebida, pues en éste se determina la cantidad de azúcares que serán responsables de la fermentación y por ende del grado alcohólico final del vino, estos azúcares a su vez serán responsables de la densidad del mosto, misma que es monitoreada con el fin de prevenir que la fermentación se detenga y genere procesos de refermentación posteriores que afectan significativamente el dulzor final del vino, lo cual es determinado por espectroscopia.

El método utilizado para la determinación de azúcares se basa precisamente en la densidad de la muestra, para lo cual es necesario:

1. Centrifugación y filtración previa al análisis (eliminación de sólidos suspendidos), a continuación, se detalla los procesos:

- ✓ **Filtración (o filtrado):** Una de las alternativas más utilizadas para acelerar la clarificación y estabilización de los vinos, que consiste en eliminar sustancias sólidas en suspensión haciéndolos pasar por un filtro. Básicamente existen dos tipos, que van de menor a mayor capacidad: Las filtraciones por placas, generalmente menos agresivas para partículas grandes- (por diatomeas, celulosa, filtro prensa, etc.). Las filtraciones por membranas, para micropartículas. En vinos de calidad, es de común aceptación que los filtrados agresivos eliminan importantes compuestos (extracto seco) que contribuyen a su complejidad, así como taninos y materias colorantes que les ayudan a envejecer.



Centrifuga de vino

- ✓ **Centrifugación:** esta técnica de limpieza se lleva a cabo mediante el empleo de una maquinaria específica para tal fin, como son los filtros o las centrifugas.
- 2. Determina la densidad por medio de aerómetros

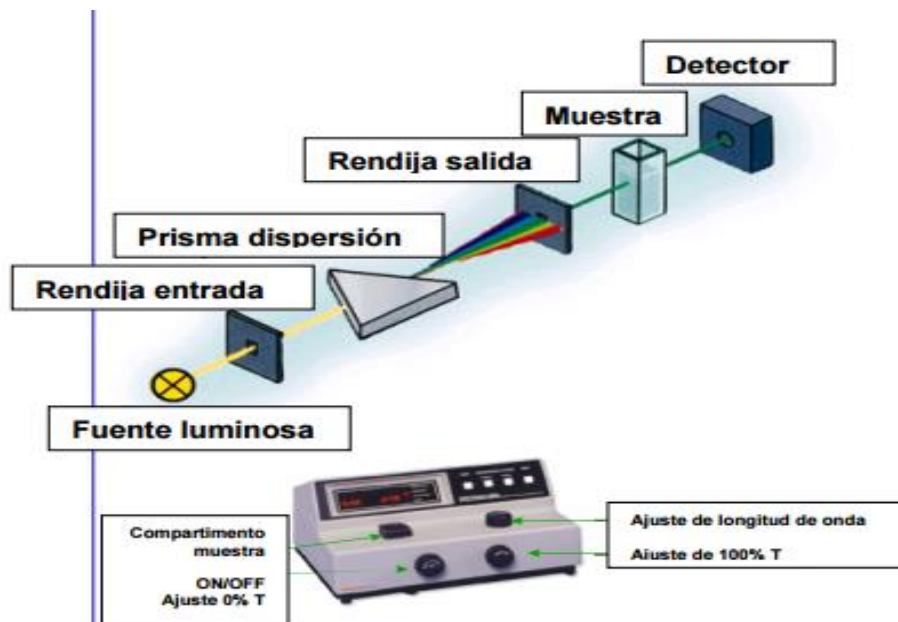


Este mecanismo consiste en un flotador dotado de un vástago graduado cuya inmersión en el líquido varía con la densidad del mismo. Se basa en el principio de Arquímedes y consiste en un flotador graduado que, cuanto menor es la densidad o concentración, más se sumerge.

- 3. Finalmente llevar a cabo las mediciones espectrofotométricas.



Para la determinación del grado alcohólico del vino por espectroscopia el método consiste básicamente en seleccionar la longitud de onda adecuada que se encuentra en el rango entre 1150 y 1200 nm.



7.2. Técnicas cuantitativas del análisis fisicoquímico

En química se conoce como análisis cuantitativo a la determinación de la abundancia absoluta/relativa (muchas veces expresada como concentración) de una, varias o todas las sustancias químicas presentes en una muestra.

Una vez que se conoce la presencia de cierta sustancia en una muestra, la cuantificación o medida de su abundancia absoluta o relativa puede ayudar en la determinación de sus propiedades específicas.



Las determinaciones básicas de un alimento consisten en investigar una serie de elementos, en algunos casos de forma genérica; por eso se suele emplear el término “bruto” para indicar que lo que se determina no son compuestos individuales, sino conjuntos de sustancias más o menos.

Próxima estructural y funcionalmente. Estas determinaciones comprenden agua (humedad y sólidos totales), cenizas totales, fibra bruta, extracto etéreo (grasa bruta), nitrógeno y Proteína bruta.

Al resto de sustancias se las llama sustancias extractivas no nitrogenadas, carbohidratos por diferencia o carbohidratos totales (en este caso está incluida la fibra bruta) y se las determina restando a 100 la suma de los porcentajes de agua, cenizas, fibra bruta,

extracto etéreo y proteína bruta. Es posible también determinar directamente los hidratos de carbono por métodos físicos y químicos.



Además, es interesante determinar el pH y, en algunos alimentos, la acidez valorable, el alcohol y el potencial redox. A partir de la determinación de algunas de estas sustancias se pueden identificar sus elementos constitutivos; así, por ejemplo, una vez extraído el extracto etéreo, se identifican los ácidos grasos o, en el caso de las cenizas, se pueden determinar los iones y los cationes.

1.2.1 Técnica de gravimetría

Todos los alimentos contienen agua en mayor o menor proporción; en los alimentos naturales hay entre un 60% y un 95 % de agua, como promedio.

El hecho de conocer este contenido y poder modificarlo tiene aplicaciones inmediatas: saber cuál es la composición centesimal del producto, controlar las materias primas en el área industrial y facilitar su elaboración, prolongar su conservación impidiendo el desarrollo de microorganismos, mantener su textura y consistencia y finalmente, frenar los intentos de fraude y

adulteración si el producto no cumple los límites fijados por la normativa vigente.



En los tejidos vegetales y animales, puede decirse que existe en dos formas generales: “agua libre” Y “agua ligada”. El agua libre o absorbida, que es la forma predominante, se libera con gran facilidad. El agua ligada se halla combinada o absorbida. Se encuentra en los alimentos como agua de cristalización (en los hidratos) o ligada a las proteínas y a las moléculas disacáridos y absorbida sobre la superficie de las partículas coloidales.

Se habla de humedad cuando la cantidad de agua que hay en un alimento es relativamente baja (harinas, legumbres...). Se habla de agua en alimentos con mayor contenido acuoso (vegetales y carnes).

De acuerdo con lo anterior, se realiza una gravimetría. El fundamento de la técnica es: se pesa la sustancia con humedad, se seca y se vuelve a pesar la sustancia seca. Con la diferencia de pesos se puede hallar fácilmente el porcentaje de humedad. Como la mayoría de los métodos de secado se emplea calor, es muy importante que el último enfriamiento se realice en ausencia de humedad (desecadores).

Para realizar el secado se cuenta con varios métodos:

- ✓ Estufas de desecación
- ✓ Desecación a vacío
- ✓ Desecación bajo corriente de aire seco
- ✓ Desecación con agentes deshidratantes fuertes
- ✓ Desecación bajo lámpara de infrarrojos
- ✓ Aplicación de microondas

1.2.1.1 Implementación de la técnica en la determinación del contenido de humedad

En este método se realizará una evaporación del contenido de agua con técnica de secado en horno, la muestra se calienta bajo condiciones específicas y la pérdida de peso de la muestra se utiliza para calcular el contenido de humedad de la misma. Estos métodos de secado son simples y muchos hornos permiten el análisis simultáneo de grandes números de muestras.

Materiales, equipo y reactivos

- ✓ 1 Balanza analítica
- ✓ 1 horno de laboratorio
- ✓ Desecador
- ✓ Vidrios de reloj
- ✓ Cuchillos
- ✓ Mortero
- ✓ Muestras de alimentos (triturar)

Procedimiento

1. En un mortero con triturar de 10 g de la muestra en estudio.



2. Colocar en 2 de los crisoles de 5 g de la muestra respectivamente y Pesar de manera individual cada uno de los crisoles con la muestra para obtener el peso exacto.



3. Colocar los crisoles con muestra en la estufa, la cual debe ser graduada a 105°C . esperar 4 horas.



4. Una vez transcurrido el tiempo, introducir los crisoles en el desecador y esperar de 10 a 15 minutos para que se libere el calor.



5. Pesar los crisoles con la muestra y anotar



Realizar los cálculos con la siguiente formula.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(M - m)}{M} \times 100$$

Siendo:

M = masa inicial, en g. de la muestra.

m = masa, en g., de la muestra seca.

1.2.1.1. 1. Norma Icontec.

NTC 529: Esta norma precisa el método en la determinación del contenido de humedad en cereales y productos cereales.

1.2.2 Técnicas de refractometría en la determinación de sólidos solubles en jugos.



Las frutas y hortalizas en su composición química contienen azúcares, a diferencia que las frutas tienen un sabor más dulce. El análisis para poder determinar los grados brix también determina el índice de refracción y el contenido de sólidos solubles. Los sólidos solubles permiten determinar principalmente la cantidad de fructosa y ácidos orgánicos presentes en los frutos, estos fueron medidos a través del método refractométrico, el cual

mide de la cantidad de rayos luminosos que se desvían al pasar de un medio transparente de densidad determinada a otro medio (la muestra).

La temperatura es un parámetro que debe tenerse en cuenta ya que, si esta aumenta el índice de refracción disminuye, en general se presenta esta disminución por el descenso de la densidad y de la constante dieléctrica del medio.



Materiales

- ✓ Refractómetro
- ✓ Gotero
- ✓ Néctar o jugo

Procedimiento

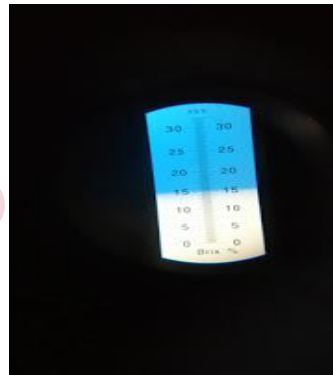
1. Se agrega al prisma del refractómetro una pequeña cantidad de zumo o de jarabe de muestra utilizando una pipeta o gotero



2. Después de colocar la gota, se inicia la medición. Y debemos apuntar el refractómetro hacia la luz, para poder ver la escala que señalara.



3. Se observa el resultado de grados Brix .

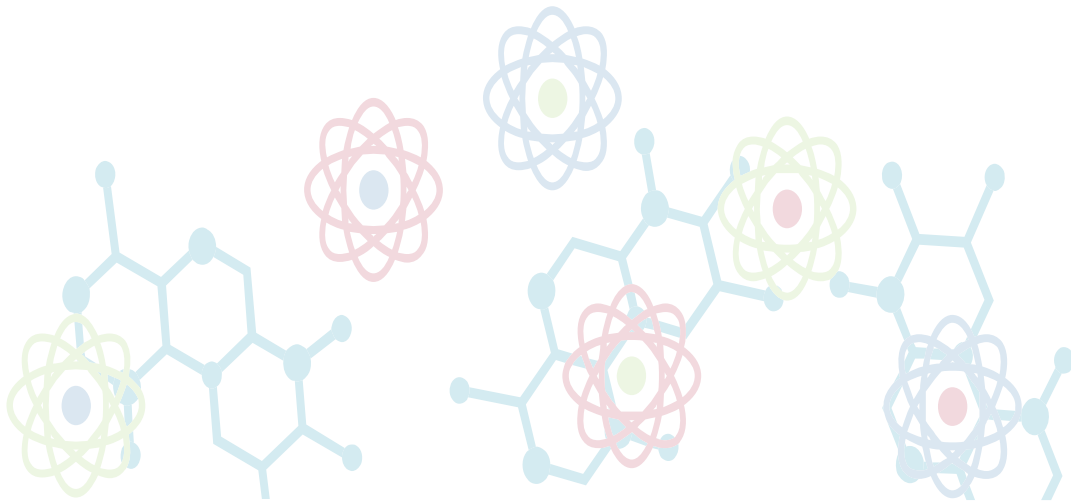
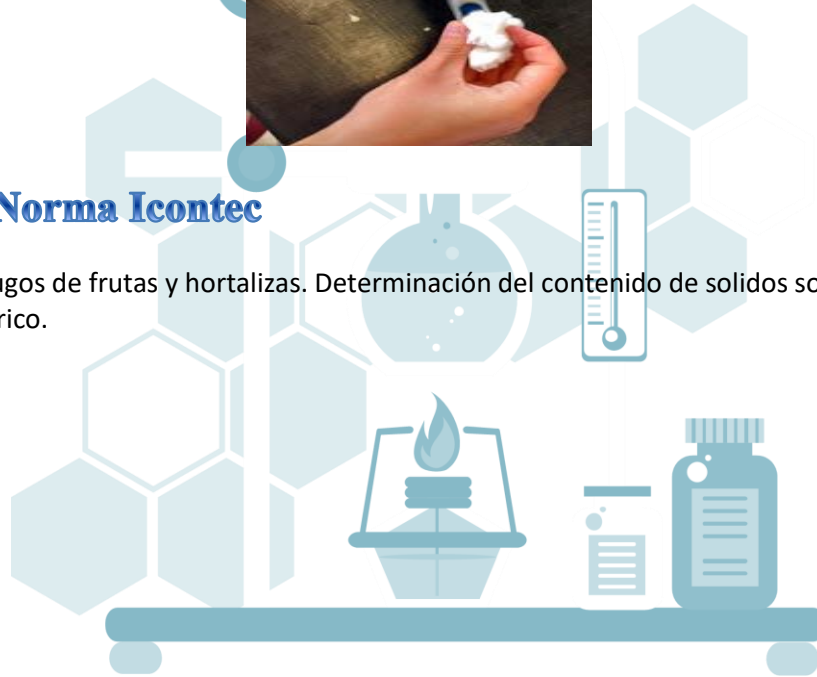


4. Finalmente se limpia el refractómetro y se guarda en su estuche, se debe tener cuidado de no rayar la superficie.



1.2.2. 1 Norma Icontec

NTC 4624: jugos de frutas y hortalizas. Determinación del contenido de solidos solubles. Método refractométrico.



8. Análisis fisicoquímico en grasas y aceites



Los aceites y grasas se han utilizado desde siempre para procesar y condimentar los alimentos. Las personas que desean bajar de peso, deben consumirlas con moderación ya que los aceites son cuerpos grasos puros que contienen casi un 100% de grasas. Veamos cómo se clasifican las grasas y en que categorías entran los distintos aceites que es posible encontrar. **GRASAS** Básicamente, las grasas están compuestas por ácidos grasos, moléculas constituidas por una unión de átomos de carbono, hidrógeno y oxígeno. Pero, no todas las uniones son iguales, y, justamente por ello se dividen en: saturados e insaturados (estos últimos a su vez se subdividen en monoinsaturados y poliinsaturados). Actualmente se sugiere que del total de grasas que se consuman, la tercera parte, sean poliinsaturadas, la tercera monoinsaturada y el tercio restante saturadas (éstas últimas no deben superar el 10% de las calorías de la dieta). A continuación, las analizaremos por separado:

Ácidos grasos saturados

Químicamente, todos los átomos de carbono (menos el átomo terminal) están unidos a dos átomos de hidrógeno, es decir, que están “saturados” de hidrógeno. Este tipo de grasas provienen del reino animal - excepto el aceite de coco y el de cacao- y son sólidas a temperatura ambiente. Su consumo está relacionado con un aumento del colesterol sanguíneo y con la aparición de enfermedades cardiovasculares.

Ácidos grasos insaturados

Dentro de esta clasificación entran los ácidos monoinsaturados y los poliinsaturados. Estos provienen en general del reino vegetal (a excepción del pescado que es muy rico en poliinsaturados) son líquidos a la temperatura ambiente y su consumo está asociada con mayores niveles de colesterol bueno. **Ácidos Monoinsaturados** En estos ácidos los 2 átomos

de carbono situados de forma consecutiva están unidos a un solo átomo de hidrógeno. Con lo cual al ser “insaturados” son capaces de fijar más hidrógeno. Según los nutricionistas, el consumo de grasas monoinsaturadas debe representar entre el 13 y el 23 % de las grasas ingeridas. El mejor representante de esta familia es el ácido oleico, presente principalmente en el aceite de oliva (54 a 80%). Esto lo convierte en el aceite más adecuado para las frituras por dos motivos fundamentales: 1.- Porque es el más resistente a la descomposición química que provocan las altas temperaturas 2.- porque es menos absorbido por la superficie de los alimentos que se fríen en él, lo que aumenta la digestibilidad de éstos y disminuye su valor calórico final. Ácidos Poliinsaturados Estos poseen dos o más pares de átomos de carbono “insaturados” y cuenta con el beneficio de disminuir el colesterol total y la concentración de LDL (colesterol malo). Pero estas Documentado elaborado por Gilma Medina M. 2 grasas tienen el inconveniente de que se oxidan con facilidad, interviniendo en procesos de formación de radicales libres que son nocivos para la salud. Aunque el organismo puede inactivar tales procesos por medio de sustancias antioxidantes, no es prudente abusar de las grasas poliinsaturadas. Por esta razón, se recomienda que su consumo sea de 3 a 7% del total de la grasa, sin sobrepasar nunca el 10%. El ácido graso poliinsaturado más frecuente es el ácido linoleico presente en altas proporciones en el aceite de girasol y en el de uva.

• Ácidos grasos omega 3 y omega 6

Las grasas son de gran utilidad para nuestro organismo y por lo tanto es útil que estén presentes en el cuerpo en cantidades apropiadas. Entre los ácidos grasos existe una variedad de sustancias que se conocen como omega 3 y 6. Los ácidos grasos omega se encuentran dentro de los denominados como esenciales debido a que el propio cuerpo humano no los produce. Esto hace que deban ser ingeridos a través de una alimentación adecuada. Investigaciones científicas han demostrado que, en zonas geográficas donde se consumen estos ácidos en forma cotidiana, los niveles de aterosclerosis y las enfermedades cardiovasculares son apenas existentes. El análisis de la alimentación de esas zonas llevó a la conclusión de que los elementos en común de esas dietas regionales, los ácidos grasos Omega 3 y 6, son los responsables de tales virtudes. Entre otras funciones del Omega-3 se destaca su intervención en la formación de las membranas de las células; conforman la mayor parte de los tejidos cerebrales y las células nerviosas son ricas en ácidos grasos Omega-3; y se convierten en prostaglandinas, sustancias con un papel importante en la regulación de los sistemas cardiovascular, inmunológico, digestivo, reproductivo y que tienen efectos antiinflamatorios. Los ácidos grasos Omega 3 y Omega 6 son grasas poliinsaturadas que aparecen como aceites. Linoleicos la omega 3, y linoleicos y araquidónicos la omega 6. Los ácidos grasos Omega 3 y 6 se encuentran en altas concentraciones en los pescados, y en menor proporción semillas y aceites vegetales como lino, soja, zapallo y nueces.

Diferentes tipos de grasas



No todos los aceites son iguales ni en su composición ni en su obtención. Básicamente existen dos formas de obtener aceites: A. Por procedimientos mecánicos en los que se utilizan grandes presiones y eventualmente, un aumento de la temperatura. B. Por procedimientos químicos de extracción con solventes y su posterior refinado. Más allá de estos detalles que pueden ser interesantes, muchas veces el comercio está colmado

de envases de aceites cuyas etiquetas los identifican con rótulos que la mayoría de los consumidores no conoce o no asocia directamente con el aceite. Por ejemplo: Aceites vírgenes: Esta mención sólo sirve para el aceite de oliva porque es el único producto de esta familia presente en el mercado, que no ha sufrido el proceso químico del refinado. Puede considerarse que es directamente el jugo de las aceitunas, obtenido por medios mecánicos. El sabor del aceite de oliva virgen es muy característico porque a más pureza, mayor es su acidez. Aceites mixtos: Cuando un aceite es producto de la mezcla de oliva virgen y de aceite de oliva refinado, recibe la denominación de “aceite de oliva”. En el resto de los aceites mezcla debe figurar la denominación de “aceite mezcla de...” incluyéndose la lista completa de los aceites que integran el producto en orden descendente de calidad. Documento elaborado por Gilma Medina M. 3 Estos aceites por lo general son ricos en ácidos poliinsaturados que pueden servir para la cocción debido a su escasa degradación por acción del calor. Aceites de girasol, maíz y soja: Estos aceites son grasas poliinsaturadas que están destinadas preferentemente al consumo crudo por su menor resistencia al calor. Con frecuencia son vendidos como “aceites dietéticos”, clasificación que no es verdadera porque contiene la misma cantidad de calorías que cualquier aceite. No obstante, es importante recordar que ningún aceite vegetal contiene colesterol, a menos que se lo caliente, ya que este procedimiento cambia la composición química de los ácidos grasos del aceite, saturándolos. Esta condición puede ser la base para que el organismo genere colesterol de forma similar a los alimentos de origen animal. Por esta razón, se recomienda que estos aceites sean utilizados sólo en forma cruda para condimentar y no para cocinar. Aceite refinado: esta característica indica que el aceite fue elaborado con métodos químicos. Según las normas de etiquetado, todos los aceites de semillas deben decir “aceite refinado de...”. El resto de las menciones como “extrafino o puro”, no tienen significación definida ni aportan ningún dato de calidad superior. Si bien todos los aceites tienen un 100% de grasas, algunos son mejores y más sanos para condimentar comidas y otros para cocinar. Con respecto a este último punto, es interesante saber que existe una técnica culinaria para

lograr que las comidas fritas no se conviertan en enemigos de la salud. Cuando se hace una fritura de manera correcta, la absorción de grasas por parte del alimento no sobrepasa el 8%. Esto significa que una buena fritura no supone un gran aporte de energías, a la vez que puede ser un método de cocción tan saludable como los demás. Para freír correctamente se debe tener en cuenta que:

- Antes de colocar el alimento en la sartén se lo debe secar bien para que no retenga el aceite. Esto permite obtener una fritura crocante e impide que el alimento se impregne de aceite;
- Al freír no hay que **tapar** la sartén para que los vapores que se van condensando no alteren el aceite;
- El aceite para la cocción debe estar “a punto”. Para ello debe estar a una temperatura de 180°. En esa temperatura la absorción de grasa es insignificante. Las grasas y aceites son compuestos de carbono, hidrógeno y oxígeno, con predominio del hidrógeno. Solubles en éter y otros disolventes orgánicos, insolubles en agua.

Función de las grasas

- Energética: Las grasas producen aproximadamente 9 Kcal/g.
- Son vehículos para las importantes vitaminas liposolubles, como la A, D, K y E.
- Favorecen la absorción de calcio.
- Lubricantes
- Plastificantes
- Buenos conductores de calor
- Comunica sabores y texturas a los alimentos

2.1 Técnicas cuantitativas del análisis fisicoquímico

2.1.1 Determinación del índice de peróxido

El índice del peróxido es el contenido del oxígeno reactivo expresado en término de mili equivalentes de oxígeno por kilogramo de grasa el cual es estimado mediante la titulación de iodo liberado con tiosulfato de sodio valorado después de que la muestra haya sido tratada bajo condiciones específicas con una solución de yoduro de potasio en ácido acético glacial.



El objetivo de esta técnica es evaluar una técnica de ensayo para indicar la condición del aceite en el momento del examen. Así como familiarizar a los alumnos con la determinación del índice de peróxido de diferentes tipos de aceites, crudo y refinado, para la posterior caracterización y evaluación de éstas.



MATERIALES y REACTIVOS

- ✓ Muestra de aceite crudo y refinado
- ✓ Sol. de ácido acético glacial
- ✓ Sol. de cloroformo
- ✓ Sol. de ioduro de Potasio saturado
- ✓ Sol. indicadora de almidón al 1%
- ✓ Sol. de tiosulfato del sodio 0.1 N
- ✓ Erlenmeyer de 250 ml. con tapa esmerilada
- ✓ Bureta de 25 ml. y pipetas de 5 a 10 ml.

PROCEDIMIENTO

1. Cantidad de muestra a tomar. En el caso de que el índice de peróxido varía entre 1 -10 es satisfactorio 1 gr de muestra. Si el índice de peróxido es menor de 1, titule con tiosulfato de sodio 0.002 N o incremente la cantidad de muestra. En el caso de que la muestra esté altamente oxidada, reduzca su cantidad entre 0.2 - 0.3 g.
2. Seque bien un frasco de 250 ml. con tapa esmerilada. **Pesar exactamente** la cantidad de muestra adecuada de acuerdo al paso anterior dentro del frasco tan rápidamente como sea posible.
3. Añada 10 ml. de cloroformo y disolver rápidamente la grasa por agitación.
4. Añada 15 ml. De ácido acético glacial y 1 ml. de la solución saturada de IK. Tapar el frasco, agite ligeramente y deje reposar aún lugar oscuro por 5 minutos.
5. Luego agregar 75 ml. de agua destilada, agite vigorosamente. Titule el iodo liberado con una solución de tiosulfato de sodio 0.1 N, hasta que se torne de un color amarillo pajizo.



6. Agregar almidón al 1%, la solución se torna azul oscuro. Continuar la titulación hasta que el color azul desaparezca; la solución se torna incolora, y anotar el gasto.



Llevar a cabo una prueba en blanco. El valor del blanco debe ser el mínimo, si la titulación del blanco excede de 0.5 ml. prepare nuevos reactivos y pruebe nuevamente.

Resultados y discusión

$$I.p = \frac{(M - B) \times N \times 1000}{w}$$

Dónde:

- I.P. = Índice de peróxido (meq O₂/kg de grasa)
- M = Gasto de la solución de tiosulfato en la muestra
- B = Gasto de la solución de tiosulfato en el blanco
- W = Peso de la muestra en gr.

2.1.2 Determinación del índice de acidez

Es uno de los valores más importantes, pues permite definir la calidad del aceite. Los aceites demuestran su acidez según el grado de hidrólisis de sus ácidos grasos. Este proceso de acidificación, que es muy reducido en los aceites finos, se ve incrementado en forma notable en los productos que han tenido origen en materia prima de mala calidad, frutos recogidos del suelo, estrujados o elaborados con equipos o máquinas inadecuadas, por aplicación de temperaturas elevadas, mala conservación, etc. El porcentaje de acidez es sumamente variable, pudiendo expresarse que trabajando en condiciones adecuadas los aceites no deben



Presentar valores superiores a 0.4 - 0.5 % en ácido oleico. En general se toma como límite la acidez de 1% en ácido oleico para calificar comercialmente aceites finos o calidad extra. Sin embargo, el producto puede considerarse comestible aún con valores mayores y según la reglamentación de cada país. La determinación del índice de acidez, consiste en determinar los ácidos grasos libres presentes en los aceites y grasas, que se forman por hidrólisis de los triglicéridos. Los ácidos grasos se pueden expresar como índice de acidez o porcentaje de acidez

Índice de acidez

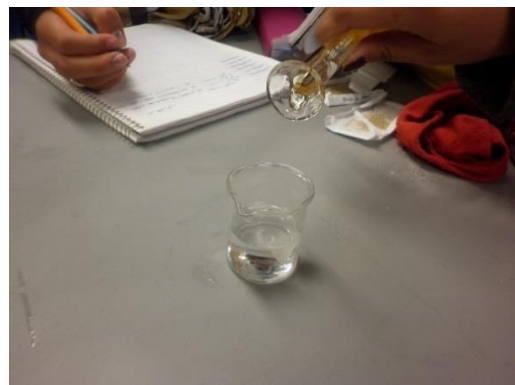
Es el número de miligramos de KOH necesarios que se requieren para neutralizar los ácidos grasos libres de un gramo de grasa.

Porcentaje de acidez

Es el número de gramos de ácidos grasos libres contenidos en 100 gramos de grasa. Generalmente se expresa en función al ácido libre predominante, que generalmente es el ácido oleico.

MATERIALES Y EQUIPOS

- ✓ Muestras de aceite y crudo y refinado balanza analítica
- ✓ Bureta de 25 o 50 ml graduado al 1/10
- ✓ Erlenmeyer de 250 ml.
- ✓ Potenciómetro con pH estandarizado
- ✓ Alcohol etílico o propílico a 95° C
- ✓ Solución indicadora de fenolftaleína al 1%
- ✓ Solución 0.1 N de NaOH en agua destilada.



PROCEDIMIENTO

Método del picnómetro

1. Pesar 5 g de muestra.



2. Calentar 100 ml. de alcohol previamente.



3. Neutralizado con 2 gotas de fenolftaleína.



4. Adicionar el alcohol a la muestra del problema



5. Estandarizar el pH del potenciómetro, colocando el electrodo en la muestra de aceite. Titular con hidróxido de sodio 0.1 N hasta que el potenciómetro marque 8.2.



6. Durante la titulación se debe agitar la muestra constantemente haciendo uso de un vibrador con magneto.



Anotar el gasto de NaOH y efectuar los cálculos.

Método de titulación directo

1. Pesar la muestra debidamente homogenizada en un Erlenmeyer de 250 ml. Aceite crudo; 4 - 5 g. Aceites refinados: 8 - 10 g. Aceites grasos: 2 - 3 g.
2. Añadir 50 ml. de alcohol neutralizado y agregar unas gotas de indicador de fenolftaleína.
3. Titular con NaOH 0.1 N hasta un ligero color rosa.
4. Anotar el gasto al álcali y calcular el índice de Acidez.

Cálculos

$$\text{índice de acidez} = \frac{G \times N \times 56.1}{w}$$

$$\% \text{ A. G. L} = \frac{G \times N \times 28.2}{W}$$

Dónde:

- A.G.L.: Ácidos Grasos Libres
- G: Gasto de Hidróxido de Sodio
- N: Normalidad
- W: Peso de la Muestra
-

2.2. Técnicas cualitativas del análisis fisicoquímico

2.2.1 Identificación del color

El color es una cuestión de percepción y de interpretación subjetiva. Incluso si varias personas observan un mismo objeto (en este caso, una manzana), obtendrán referencias y experiencias distintas y expresarán absolutamente el mismo color con palabras completamente diferentes. La gran variedad de formas para expresar un color hace que la descripción de un color concreto

a alguien resulte extraordinariamente difícil y vaga. Si describimos el color de una manzana a alguien como "rojo fuego", ¿podemos esperar que la persona en cuestión sea capaz de reproducir ese color de una forma exacta? La expresión verbal del color es muy complicada y difícil. Sin embargo, si hubiera un método estándar mediante el cual todos pudiéramos expresar y comprender los colores de un modo preciso, la comunicación

de los colores sería mucho más sencilla, fácil y exacta. Dicha comunicación precisa de los colores eliminaría los problemas relacionados con el color.



El espacio de color $L^*a^*b^*$ (también llamado CIELAB) es actualmente uno de los espacios más populares para medir el color de los objetos y se utiliza ampliamente en casi todos los campos. Es uno de los espacios de color uniformes definidos por la CIE en 1976 para reducir uno de los principales problemas del espacio Yxy original: que iguales distancias en el diagrama de cromaticidad x, y no se correspondían con iguales diferencias de color percibidas. En este espacio, L^* indica luminosidad y a^* y b^* son las coordenadas de cromaticidad.

En la Figura se muestra el diagrama de cromaticidad de a^*, b^* . En este diagrama, a^* y b^* indican direcciones de colores: $+a^*$ es la dirección del rojo, $-a^*$ es la dirección del verde, $+b^*$ es la dirección del amarillo y $-b^*$ es la dirección del azul. El centro es acromático; a medida que los valores de a^* y b^* aumentan y el punto se separa del centro, la saturación del color se incrementa. La Figura 6 es una representación del sólido de colores para el espacio $L^*a^*b^*$; la Figura 1 es una vista de este sólido de colores cortado horizontalmente en un valor constante de L^* .

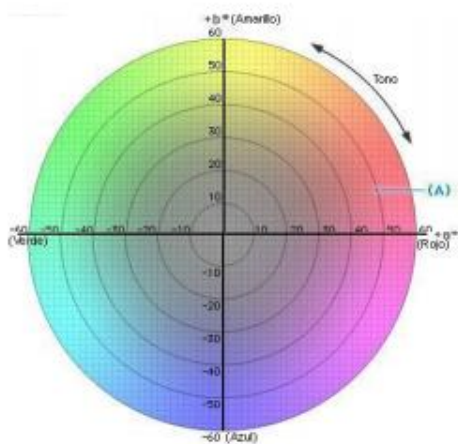


Figura 1: Diagrama de cromaticidad de a^* , b^*

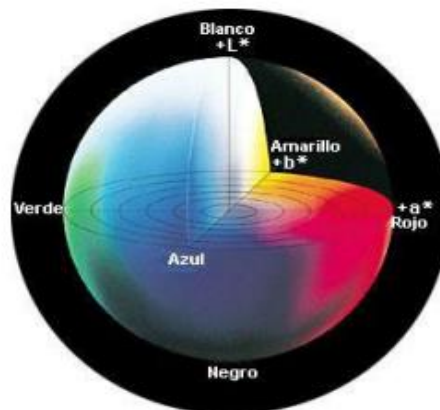


Figura 6: representación del sólido de colores para espacio $L^*a^*b^*$

MATERIALES

- ✓ Colorímetro Minolta



- ✓ Pipetas Volumétricas de 5, 10 ml



- ✓ Pizetas



- ✓ Vaso Precipitados de 50ml



- ✓ Aceite Vegetal, Aceite de Oliva, Manteca



PROCEDIMIENTO

1. Coger el colorímetro y borrar todos los datos de medida anteriores



2. Calibrar el instrumento. Para ello es necesario colocar el cabezal de medida sobre el plato de calibración y seleccionar la función “Calibrate” hasta que el aparato indique que está preparado. Poner al sistema en modo medida apretando el botón “measure”. Realizar la medida sobre la superficie de la muestra a medir.



3. Anotar los valores de los parámetros L^* , a^* , b^*

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se reportaran los resultados de la lectura de color de diferentes frutas e interpretar los mismos.

Determinar la luminosidad descrita por L^* . El color negro presenta una luminosidad de 0 mientras que el blanco presenta una luminosidad de 100.

Los parámetros a^* y b^* se utilizan para evaluar la saturación y el tono. La saturación nos da la pureza de un color y el tono es el color propiamente dicho. Para el cálculo se utilizara la siguiente expresión:

$$\text{Saturación} = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$$
$$\text{Tono en variedades rojas} = \arctg b^*/a^*$$
$$\text{Tono en variedades Verdes y Amarillas} = a^* + b^*$$

2.2.2. Determinación de viscosidad.

Es la resistencia de un líquido a fluir. La unidad de viscosidad es el poise (g /cm s); más comúnmente, se usa un submúltiplo de ella, el centipoise. Es importante considerar la relación definida que existe entre la viscosidad y la temperatura, razón por la cual ésta debe mantenerse constante al hacer las mediciones para obtener resultados comparables. Casi nunca se reporta en términos de viscosidad absoluta, sino como viscosidad relativa, o sea la viscosidad de la sustancia comparada con la viscosidad de un líquido en referencia, generalmente el agua. La viscosidad se mide por medio de viscosímetros los cuales están basados principalmente en principios tales como: flujo a través de un tubo capilar (viscosímetro de Ostwald); flujo a través de un orificio (viscosímetro de Saybolt); rotación de un cilindro o aguja en el material de prueba (viscosímetro de Stormer y Brookfield). En ocasiones, especialmente con líquidos plásticos, pseudo plásticos o dilatantes, deben hacerse lecturas cambiando la fuerza de corte, bien sea cambiando la aguja, o la velocidad de ambas. En este caso, deben trazarse curvas de

n en centipoises contra fuerza. El punto de cruce de estas curvas (o el más cercano) dará la n aparente del producto, y la forma de la curva indicará a que tipo reológico pertenece.

MATERIALES

- ✓ Viscosímetro Brockfield
- ✓ Splinder adecuado según la muestra a analizar.
- ✓ Aceite Vegetal, Aceite de Oliva, Aceite de Soya.

PROCEDIMIENTO

1. Todas las mediciones deben efectuarse con el viscosímetro Brockfield a $25 \pm 1.0^\circ\text{C}$.



2. Bajar lentamente la Splinder, la que debe estar bien sujeta al viscosímetro, hasta que quede muy cerca del centro de la superficie de la muestra y sumergir a la profundidad adecuada. Después, correr lentamente el recipiente en un plano horizontal hasta que la aguja esté localizada aproximadamente en el centro del recipiente, para que la prueba sea efectuada en una zona sin turbulencias.



3. Iniciar la prueba con el viscosímetro a 6 rpm y anotar la lectura de la escala después de 10 revoluciones. Incrementar la velocidad del viscosímetro a 12 rpm y anotar la lectura de la escala después de 10 revoluciones.



4. Hacer las observaciones de la misma manera a 30 y 60 rpm. Después de haber efectuado la observación a 60 rpm, reducir la velocidad a 30, 12 y 6 rpm, anotando las lecturas de la escala después de 10 revoluciones a cada una de las velocidades mencionadas. Una vez que ha sido tomada la última lectura a 6 rpm, desconectar el viscosímetro, dejando que tanto el viscosímetro como la muestra estén en reposo durante 2 minutos. Al término del período de reposo de 2 minutos, conectar de nuevo el viscosímetro y anotar la lectura de la escala después de 10 revoluciones.



3. Análisis fisicoquímico de productos cárnicos

La calidad de la carne se refiere sobre todo a sus cualidades organolépticas, sensoriales y de palatabilidad. Se aprecia por su buen color, aspecto y textura; y al comerla por su buen sabor, aroma, jugosidad y especialmente ternura.



Los atributos de calidad se aprecian subjetivamente tratando de asociar los resultados con lo que se pretende obtener y objetivamente con algún instrumento o método, cuyos resultados numéricos dejen menos dudas sobre el valor determinante de una mejor o peor calidad. Cuando hayas adquirido las habilidades y destrezas que requieres para poder seleccionar la carne que es apta para su uso en algún proceso, efectuarás análisis, realizarás la comparación con los estándares que te proporcionan las normas de calidad e interpretarás los resultados obtenidos.

3.1 Técnicas cuantitativas de análisis fisicoquímico

3.1.1. Determinación de proteínas

Este método se basa en la descomposición de los compuestos de nitrógeno orgánico por ebullición con ácido sulfúrico. El hidrógeno y el carbón de la materia orgánica se oxidan para formar agua y bióxido de carbono. El ácido sulfúrico se transforma en SO_2 , el cual reduce el material nitrogenado a sulfato de amonio.

El amoniaco se libera después de la adición de hidróxido de sodio y se destila recibiendo en una disolución al 2% de ácido bórico. Se titula el nitrógeno amoniacal con una disolución valorada de ácido, cuya normalidad depende de la cantidad de nitrógeno que contenga la muestra. En este método de Kjeldahl-Gunning se usa el sulfato de cobre como catalizador y el sulfato de sodio para aumentar la temperatura de la mezcla y acelerar la digestión.

MATERIALES Y REACTIVOS

- ✓ El equipo de vidrio empleado debe cumplir con los requisitos que establece la

- ✓ NMX-BB-014.
- ✓ Matraces Kjeldahl de 500 y/o 800 cm³
- ✓ Material común de laboratorio
- ✓ Ácido sulfúrico concentrado
- ✓ Sulfato de cobre pentahidratado
- ✓ Zinc granulado
- ✓ Hidróxido de sodio: Disolver con 500 cm³ de agua 500 g de hidróxido de sodio.
- ✓ Sulfato de sodio anhidro
- ✓ Ácido bórico al 2%
- ✓ Solución de ácido clorhídrico 0.1 N
- ✓ Indicador Shiro Tashiro: Disolver 0.2 g de rojo de metilo en 60 cm³ de alcohol y aforar a 100 cm³ con agua. Disolver 0.2 g de azul de metileno y aforarlos a 100 cm³ con agua. Mezclar 2 partes de rojo de metilo y una de azul de metileno.
- ✓ Digestor y destilador Kjeldahl
- ✓ Balanza analítica con ± 0.1 mg de sensibilidad

PROCEDIMIENTO

1. Determinar la masa, en la balanza analítica, de aproximadamente un gramo de muestra y pasarla cuantitativamente a un matraz Kjeldahl, añadirle 2 g de sulfato de cobre, 10 g de sulfato de sodio anhidro, 25 cm³ de ácido sulfúrico y unas perlas de vidrio.



2. Colocar el matraz en el digestor y calentar cuidadosamente a baja temperatura hasta que todo el material esté carbonizado, aumentar gradualmente la temperatura hasta que la disolución esté completamente clara y dejar por 30 minutos más a esa temperatura.



3. Enfriar y añadir de 400 a 450 cm³ de agua para disolver completamente la muestra, agregar 3 o 4 gránulos de zinc, un poco de parafina cuando sea necesario y 50 cm³ de hidróxido de sodio 1:1.



4. Inmediatamente conectar el matraz a un sistema de destilación, el cual previamente se le ha colocado en la salida del refrigerante un matraz Erlenmeyer de 500 cm³ que contenga 50 cm³ de ácido bórico y unas gotas del reactivo Shiro Tashiro como indicador. Destilar hasta que haya pasado todo el amoníaco, que unas gotas de destilado no den alcalinidad con el papel tornasol, aproximadamente 300 cm³.



Nota: Las primeras gotas de destilado deben hacer virar el color del indicador de violeta a verde.

Retirar el matraz receptor y titular el destilado con ácido clorhídrico 0.1 N.

El Nitrógeno presente en la muestra, expresado en por ciento se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de nitrógeno} = \frac{V \times N \times 0.014 \times 100}{M}$$

En donde:

V = Volumen de ácido clorhídrico empleado en la titulación, en cm³

N = Normalidad del ácido clorhídrico.

m = Masa de la muestra en g.

0.014 = Mili equivalente del nitrógeno.

El por ciento de proteínas se obtiene multiplicando el por ciento de nitrógeno obtenido por el factor correspondiente 6.25

El contenido de nitrógeno en diferentes proteínas es aproximadamente de 16% por lo que multiplicando el por ciento de nitrógeno obtenido por el factor 6.25 se obtiene la cantidad de proteínas presentes en cárnicos. Sin embargo, en algunos productos, la relación nitrógeno-proteínas varía en forma transcendente por lo que es necesario utilizar los factores que en ese caso se señalen:

- ✓ 5.7 Pan y trigo
- ✓ 5.95 Arroz
- ✓ 6.31 Germen de trigo
- ✓ 6.25 Maíz
- ✓ 6.71 Soya
- ✓ 5.70 Cereales y pastas
- ✓ 6.38 Leche

La mayoría de las proteínas muestran una absorción a 280 nm, la cual se atribuye al grupo fenólico de la tirosina y al grupo indólico del triptofano. La cuantificación de proteínas basada en la absorción en la región de UV, tiene la ventaja de que no es necesario utilizar reactivos y la muestra no se daña o destruye durante la determinación. Se toma en cuenta la absorción del disolvente, ya que este puede absorber en la misma región. Este método sufre interferencias de compuestos que contengan anillos de purina y perimido. Se realiza una comparación con una proteína estándar, de la que se debe conocer su composición.

3.1.1. 1.Norma.

Norma Oficial Mexicana NOM-F-68-S-1980 Alimentos Determinación de Proteínas, (esta Norma cancela la NOM-F-68-1977).

Esta Norma se complementa con la siguiente Norma Oficial Mexicana vigente:

NOM-BB-14 Utensilios de vidrio usados en laboratorio

- Clasificación y tamaños nominales.
- Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en el laboratorio

3.1.2. Determinación de humedad.



Los resultados se suelen expresar como humedad, agua y sólidos totales. Se habla de humedad cuando la cantidad de agua que hay en un alimento es relativamente baja (harinas, legumbres...). Se habla de agua en alimentos con mayor contenido acuoso (vegetales y carnes) y de sólidos totales en alimentos líquidos que se obtienen restando a 100 la cantidad de agua.

MEDIDAS DE PARÁMETROS FÍSICOS

- ✓ Índice de refracción (miel)
- ✓ Densidad (alimentos líquidos)
- ✓ Punto de solidificación (alimentos líquidos)
- ✓ Absorbancia en el NIR
- ✓ Parámetros eléctricos (alimentos en polvo)

Todas estas medidas van a dar unos valores aproximados. Es necesario realizar una calibración o una comparación de resultados con otros métodos de análisis de agua

MATERIALES

- ✓ Arena limpia con ácido. De un tamaño tal que esta pase a través de un tamiz de tamaño de abertura de 1,4mm y permanece en un tamiz de 250µm de abertura.
- ✓ Se seca la arena antes de usarla a una temperatura entre 150 y 160°C y se almacena en un recipiente cerrado y hermético

EQUIPOS

Equipo mecánico o eléctrico, capaz de homogenizar la muestra de laboratorio. Esto incluye un cortador alta velocidad rotacional o un picador ajustado.

- ✓ Capsula
- ✓ Varilla delgada de vidrio
- ✓ Homo de secado
- ✓ Desecador
- ✓ Balanza de presión

REACTIVOS

- ✓ Solución 1.1 ácido clorhídrico
- ✓ Agua destilada

MUESTRA

- ✓ 8 gramos de carne cruda

PROCEDIMIENTO

1. Preparación de la capsula y la arena

Se transfiere a la capsula una cantidad de arena igual o 3 veces más que la masa de la muestra y se saca la capsula, la arena y la varilla de vidrio durante 30 minutos en el horno ajustados a 130°C.



2. Separación de la muestra

Se permite que la capsula con su contenido y la varilla de vidrio entren en el desecador hasta temperatura ambiente y se pasa con una aproximación de 0,001 gr



Se transfiere de 5 a 8 gr de la muestra finamente picada se pesa la capsula de porcelana con su contenido y la varilla de vidrio con una aproximación de 0,001g

Se transfiere de 5 a 8 gr de la muestra finamente picada se pesa la capsula de porcelana con su contenido y la varilla de vidrio con una aproximación de 0,001g

3. Determinación

Se mezcla el contenido de la capsula usando la varilla de vidrio



En casos de dificultad del mezclado de la muestra con la arena se puede adicionar etanol cuando sea necesario. En este caso el etanol se debe evaporar generalmente antes del secado de la muestra del horno.

Por último, se calienta la capsula con su contenido y la varilla de vidrio durante 2 horas en el horno.

ANÁLISIS DE RESULTADO

Se realizaron correctamente los análisis al nuestro producto cárnico. Para otra los cambios de nuestra capsula tenía en cuanto a su peso, para llegar a tener un análisis correcto se debía dejar la capsula por 30 min en el horno, pesar y ver los cambios que esta presentaba esto se realizó 3 veces ya que cada vez tenía un cambio de 1, a 2g de diferencia.

3.1.2. 1.Norma.

NORMA NMX-F-544-1992. ALIMENTOS. MÉTODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN PRODUCTOS CÁRNICOS.

En la elaboración de la Norma participaron las siguientes Dependencias, Instituciones y Organismos. Secretaría de Salud Laboratorio Nacional de Salud Pública Cámara Nacional de la Industria de la Transformación Laboratorios Nacionales de Fomento Industrial Instituto Politécnico Nacional Escuela Nacional de Ciencias Biológicas Instituto Nacional del Consumidor SIGMA Alimentos, S.A. de C.V.

3.1.1 Técnicas cualitativas de análisis fisicoquímico

3.2.1.1 Identificación de almidón.



El almidón es un hidrato de carbono presente en muchos alimentos de origen vegetal, pero que nunca debería estar presente en los alimentos de origen animal. Para la determinación vamos a aprovechar la propiedad que tiene de reaccionar con el yodo tomando un color azul oscuro o violeta. Normalmente, para esta reacción se utiliza un reactivo de laboratorio que recibe el nombre de Lugol (disolución de yodo, al 5 %, y yoduro de potasio, al 10%, en agua).

Extracción de azúcares simples con etanol caliente 80%, permaneciendo el almidón. El residuo de almidón se solubiliza con ácido perclórico diluido, y medida a 630 nm de color desarrollado al calentarlo con el reactivo antrona-ácido sulfúrico

MATERIAL Y EQUIPO

- ✓ Balanza granataria.
- ✓ Frasco c/gotero en caso de preparar el lugol.
- ✓ Mortero.
- ✓ Matraz Erlenmeyer de 100 ml.
- ✓ Probeta
- ✓ Pipeta de 10 ml.
- ✓ Tubo de ensayo de 30 ml.
- ✓ Mechero.
- ✓ Tripié c/lámina de asbesto.
- ✓ Lugol
- ✓ Agua destilada
- ✓ Solución yodo-yodurada (mezclar 1 gramo de yodo resublimado puro y 2 gramos de yoduro de potasio en agua destilada hasta 200 ml. Guardar en frasco cuentagotas).

Muestra triturada de embutidos de diferentes calidades.

PROCEDIMIENTO

1. Triturar la muestra en un mortero



2. Introducir 10 g de muestra finamente triturada en un Erlenmeyer de 100 ml.

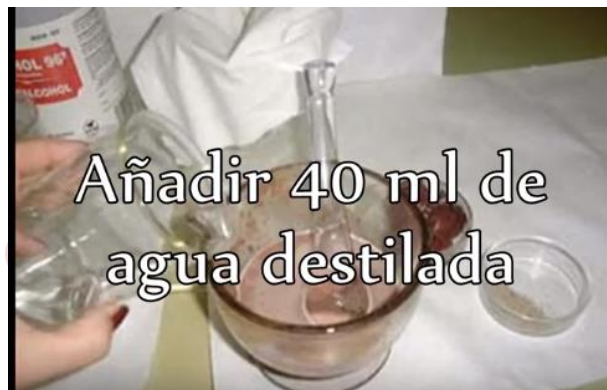
3. Añadir 40 ml de agua destilada

4. Llevar a ebullición; mantener la ebullición unos 5 minutos y después enfriar exteriormente el matraz al chorro de agua fría.



5. Tomar 10 ml del líquido inferior, con una pipeta a través de la capa grasa superior, y pasarlos a un tubo de ensayo.

6. Añadir 5 ml de disolución yodo-yodurada; coloración azul (o azul-negra) indica ensayo positivo



El Lugol es una disolución de yodo y yoduro potásico en agua. Es un detector específico del almidón con el que forma complejos coloreados de color azul oscuro.

3.2.1.2. Norma.

NTC1325 (Icontec, 2008)

Industrias alimentarias. Productos cárnicos procesados no enlatados.

3.2.1.3. Determinación del color



El color se define como la sensación resultante de estimular la retina por las ondas luminosas comprendidas en la región visible del espectro. Otros atributos relacionados con el color son el tono y la saturación de un color, y la luminosidad. El tono es la propiedad de color definida por el estado químico del pigmento. La saturación se refiere a la cantidad de mioglobina presente, y la luminosidad es función del estado físico de la superficie de la carne, y se define como el grado de luminosidad de un color con relación a un gris neutro en una escala que se extiende del negro absoluto al blanco absoluto.

MÉTODOS COLORIMÉTRICOS

Para que se pueda generar el color, deben de existir primero una fuente de luz, una superficie que se ilumine y un detector que perciba e interprete lo que la muestra refleja (la luz que no fue absorbida por la muestra). En la apreciación visual, el receptor es la retina que manda a analizar las señales al cerebro donde se produce una versión subjetiva sobre la percepción del color.

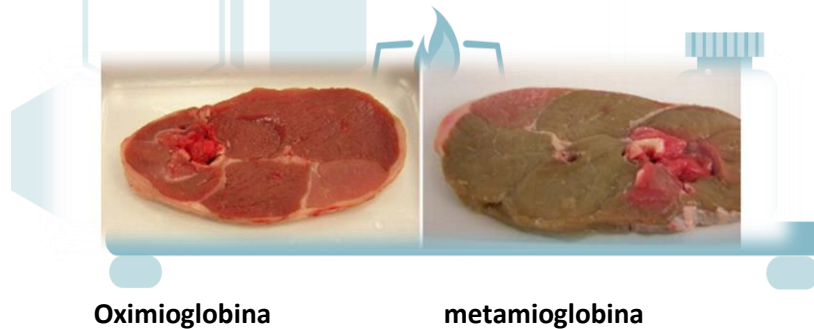
Las técnicas instrumentales para medir color, se definen básicamente en función del proceso con el que se evalúa la luz que se recibe de la muestra. Los colorímetros evalúan la luz mediante el uso de filtros de tres o cuatro colores (longitud de onda específica), mientras que los espectrofotómetros proyectan un haz de luz monocromática sobre la muestra y miden la cantidad de luz que es absorbida en diferentes longitudes de onda, permitiendo incluso generar curvas espectrales ya sea de absorbancia o de transmitancia (la luz absorbida o transmitida).

CONSIDERACIONES AL EVALUAR EL COLOR DE LA CARNE

Al realizar la determinación de color en el músculo, el parámetro de L se correlaciona con el estado físico de la carne, debido al pH final del músculo, a la estructura de las fibras musculares y a la cinética implicada para establecer el rigor mortis; mientras que el tono es

determinado por el estado químico del pigmento de mayor concentración en la carne, la mioglobina (Mb, de color rojo púrpura; oximioglobina, , de color rojo vivo; metamioglobina, , de color pardo). El tono en la carne fresca está relacionada con los factores post-mortem, mientras que el croma, se relaciona más con la concentración de mioglobina, que influye directamente en la saturación del color del músculo y se relaciona principalmente con los factores ante-mortem (tipo de músculo, edad, alimentación, genética, etc.).

De acuerdo con la guía, las mediciones de color en la carne cruda son afectadas por la nutrición del animal, la velocidad de enfriamiento de la canal, el tipo de músculo, la orientación de las fibras, el pH del músculo, el tiempo y la temperatura de almacenamiento post-mortem, el tiempo de exposición del músculo al oxígeno, el grado y la distribución del marmoleo, la humedad y brillo de la superficie y la concentración de mioglobina. Por ello, es de gran importancia estandarizar tanto como sea posible las variables en la medición de color de las muestras a ser comparadas, y considerar todos estos factores al momento de procesar las muestras. Siempre se deberá de asociar la medición de color, con la del pH de la carne



EQUIPO

- ✓ Colorímetro tricromático o espectrofotómetro colorímetro.

MATERIALES

- ✓ Patrones de calibración.
- ✓ Paño suave para limpiar la parte del instrumento que toca la muestra.
- ✓ Cuchillo.
- ✓ Tabla para picar.

PROCEDIMIENTO

1. Retirar toda la grasa exterior del músculo no infiltrada con la ayuda de un cuchillo.
2. Luego de cortar la muestra, esta se deberá de exponer al oxígeno del aire. Dejar reposar la muestra por al menos 30 min para que se oxigene la mioglobina (blooming). Algunos laboratorios recomiendan estandarizar el tiempo de blooming



3. En caso de que el equipo de medición tenga opción a diferentes aperturas, seleccionar la apertura que se adapte mejor al área de la muestra. Superficies de muestreo grandes serán valiosas para determinar el color promedio, sin embargo, áreas pequeñas serán de utilidad en determinar un color específico.
4. Registrar los valores L^* , a^* y b^* ; ó L , a y b y el pH en un formato (Cuadro 4), según sea el caso, y simultáneamente registrar los valores de pH de la muestra. También pueden registrarse valores de aroma, ya que existen equipos que tienen software integrado para obtener estos parámetros.



5. Tomar idealmente tres diferentes mediciones sobre la muestra



4. Análisis fisicoquímico de biocombustibles

4.1 Biodiesel por transesterificación

La transesterificación de los aceites vegetales fue desarrollada en 1853 por el científico Patrick Duffy, muchos años antes de que el primer motor diésel funcionase. Desde el origen de los motores de combustión interna, la utilización de combustibles de origen orgánico ha sido un tema de investigación que nunca se ha abandonado y que actualmente cobra especial interés por la capacidad de éstos de contribuir a reducir los problemas medio ambientales de contaminación, además del progresivo aumento en los precios del petróleo y el agotamiento de sus reservas ha motivado a la sociedad científica a pensar en combustibles alternativos y renovables como el biodiesel, obteniendo como subproducto la glicerina (que puede ser utilizada en cosmética, alimentación, farmacia, etc.).

La producción de biodiesel se lleva a cabo principalmente por transesterificación también llamada alcoholisis (esto es el proceso de intercambiar el grupo alcoxi de un alcohol. Estas reacciones son frecuentemente catalizadas mediante la adición de un ácido o una base). De triacilglicéridos (Todos los aceites y grasas son predominantemente triésteres del glicerol con ácidos grasos, comúnmente denominados triglicéridos. “aceites vegetales”) en este caso se usó el aceite de higuera, (también conocido como aceite de castor), con un alcohol. Esta reacción requiere de catalizadores (normalmente una base fuerte) y entre los más usados están el hidróxido de sodio o el hidróxido de potasio, obteniéndose una mezcla ésteres metílicos (si se emplea metanol). Los alcoholes empleados con mayor frecuencia son el metanol y el etanol, en este caso se usó el metanol.

HIGUERILLA (*Ricinus communis*)

Esta planta también es llamada palma Cristi, castor, higuera infernal, tártago, y ricino. Es un arbusto que crece silvestre en la mayor parte de las regiones tropicales, sus semillas son venenosas por lo cual no son consumidas directamente sino que son prensadas y sometidas a extracción por solventes para obtener aceite y torta.

PICNOMETRO

Los picnómetros son medidores hechos de vidrio o metal y que tienen un volumen fijo. El picnómetro se cierra por medio de un tapón o tapa en el que hay un pequeño agujero que permite eliminar el aire y el excedente de producto, de manera que la cantidad contenida en el picnómetro sea constante después de terminar la operación de llenado. La capacidad de los picnómetros varía, pero generalmente es de 50 o 100 ml. Se prefiere este último valor, o más, para lograr una mayor precisión.

VISCOSIMETRO

Los viscosímetros son instrumentos diseñados y especializados para realizar la medición del Nivel de viscosidad de fluidos. También permiten medir otros parámetros de flujo de los fluidos. Por lo general, los viscosímetros tienen la apariencia de tubos capilares calibrados.

DENSIDAD

La densidad se define como la relación de la masa de un producto (por ejemplo, como si fuera pesado en el vacío) con su volumen. La unidad coherente del SI para la densidad es kg/m^3 y se debería utilizar normalmente para informar los valores de densidad de productos. Dado que las mediciones de masa en este folleto se dan en gramos (g) y las mediciones de volumen en mililitros (ml), las fórmulas y cálculos excepcionalmente utilizan la unidad g/ml, la cual no debe confundirse con la unidad de concentración. $1 \text{ g/ml} = 1 \text{ g/cm}^3 = 1000 \text{ kg/m}^3$

Materiales y reactivos

- ✓ 500 ml aceite de higuera
- ✓ Metanol
- ✓ Hidróxido de sodio (NaOH)
- ✓ Erlenmeyer
- ✓ Termómetro
- ✓ Plancha de calentamiento
- ✓ Balanza analítica
- ✓ Vaso precipitado
- ✓ Agitador magnético
- ✓ Vidrio reloj
- ✓ espátula

OBTENCIÓN DEL BIODIESEL

PROCEDIMIENTO

1. Preparación metóxido

- se pesó 1,75 gr de hidróxido de sodio en la balanza analítica
- se midió 100ml de metanol
- se vierte en tubo de Erlenmeyer el metanol junto con el hidróxido de sodio
- se agita la botella unas pocas veces, de lado a lado. la botella se calienta durante la reacción.
- se agita bien durante un minuto, a intervalos de cinco o seis minutos, el hidróxido de sodio se disuelve en el metanol formando metóxido de sodio.



2. Reacción

- En un vaso precipitado vertemos el aceite
- Luego coloca en la plancha de calentamiento y dejamos Calentar el aceite a 55° C
- Se vierte el metóxido con mucho cuidado y dejamos por una hora



3. Trasvase

- Se Vierte la mezcla en un embudo de decantación



4. Separación

- Se deja reposar siete días aproximadamente.
- La glicerina formará una capa oscura en el fondo claramente separada de la capa de biodiesel que flota encima, de color claro.
- Decanta el biodiesel cuidadosamente en un frasco limpio o en una botella de plástico, evitando que entre glicerina en el nuevo recipiente.

4.1.1. Determinación de densidad.

Pesamos los picnómetros vacíos, después con agua, metanol y aceite



Formula

$$\text{Densidad muestra} = \frac{\text{masa pinometro lleno} - \text{masa pinometro vacio}}{\text{volumen}}$$

✓ Densidad del agua

$$D = \frac{48,870 - 24,109}{24,861} = 0,99$$

✓ Densidad del metanol

$$D = \frac{28,749 - 21,136}{10} = 0,7613$$

✓ Densidad del aceite

$$D = \frac{25,850 - 16,252}{10,024} = 0,95$$

4.1.2. Determinación de viscosidad.

PROCEDIMIENTO

Para determinar la viscosidad se utilizó un viscosímetro capilar del tipo Ubbelohde, del cual se obtiene la viscosidad cinemática.

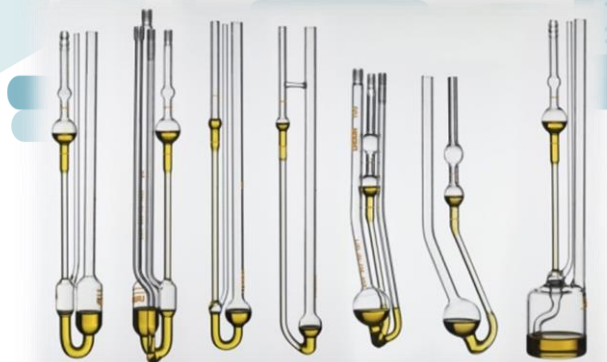
$$\eta = c \cdot t$$

Dónde:

η : viscosidad cinemática, (mm² /s)

C: constante aproximada.

t: tiempo, (s)



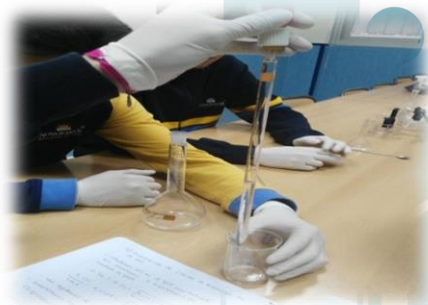
4.2. Análisis de biodiesel mediante cromatografía de gases y espectrometría de gases.

CROMATOGRAFIA DE GASES

La Cromatografía de Gases acoplada a Espectrometría de Masas (GC/MS, por sus siglas en inglés) es una técnica analítica dedicada a la separación, identificación y cuantificación de mezclas de sustancias volátiles y semivolátiles. La separación de dichas sustancias depende de la diferente distribución de las sustancias estudiadas entre las fases móvil y estacionaria que conforman el sistema. Una vez separadas las sustancias son fragmentadas y analizadas en función de su patrón de fragmentación, el cual puede ser comparado con información contenida en una base de datos de espectros de masas para su identificación preliminar. El biodiesel será analizado de forma cualitativa empleando GC/MS, que

permitirá por un lado separar los ésteres metílicos mediante cromatografía de gases y su posterior identificación mediante la técnica de espectrometría de masas.

MATERIALES, REACTIVOS, INSTRUMENTOS



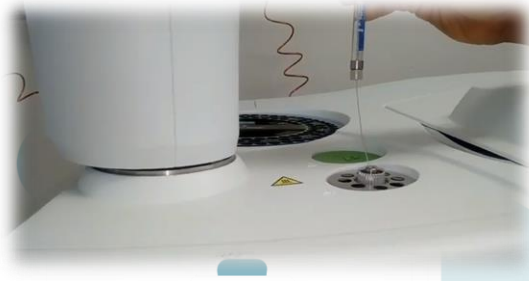
- ✓ Micro pipeta de 10 a 100 μL
- ✓ Micro pipeta de 100 a 1000 μL
- ✓ Puntas de micro pipeta.
- ✓ Viales de 2 mL.
- ✓ Jeringa de inyección.
- ✓ Reactivos
- ✓ Hexano
- ✓ Muestras de biodiesel
- ✓ Instrumentos
- ✓ Cromatografía de Gases y Espectrómetro de Masas

PROCEDIMIENTO

1. Se preparan diluciones de las muestras de biodiesel añadiendo 50 μL de la muestra de biodiesel a un vial que contiene 950 μL de hexano y se homogeniza.
2. Se prepara el equipo CG/MS cargando el método empleado para el análisis cuyas condiciones son las siguientes:

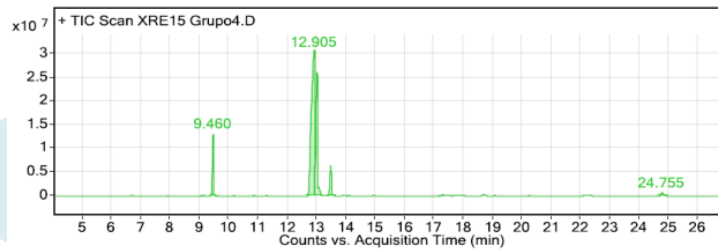
Condiciones del CG	Flujo de gas portador (helio)	0,8 mL/min
	Temperatura del inyector	225°C
	Modo de inyección	Split
	Relación split	50
	Rampa de temperatura	150°C durante 1 min Subir 10°C/min hasta 130°C y mantener 1 min Subir 2 °C/min hasta 250°C

3. Se lava la jeringa tres veces con hexano, a continuación se lava tres veces con la muestra diluida por último se toma 1 μL de muestra. Se realiza la inyección y se espera a que finalice el tiempo del análisis para obtener el cromatograma y los espectros de masas correspondientes.



Se analizan cualitativamente tres muestras de biodiesel obtenido en el laboratorio de química industrial: Muestra de biodiesel sintetizado mediante catálisis básica.

CROMATOGRAMA

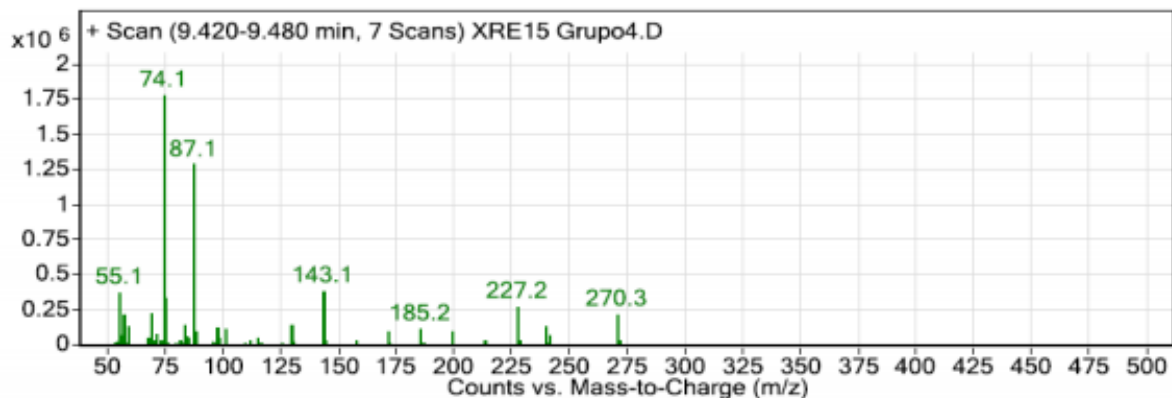


Integration Peak List

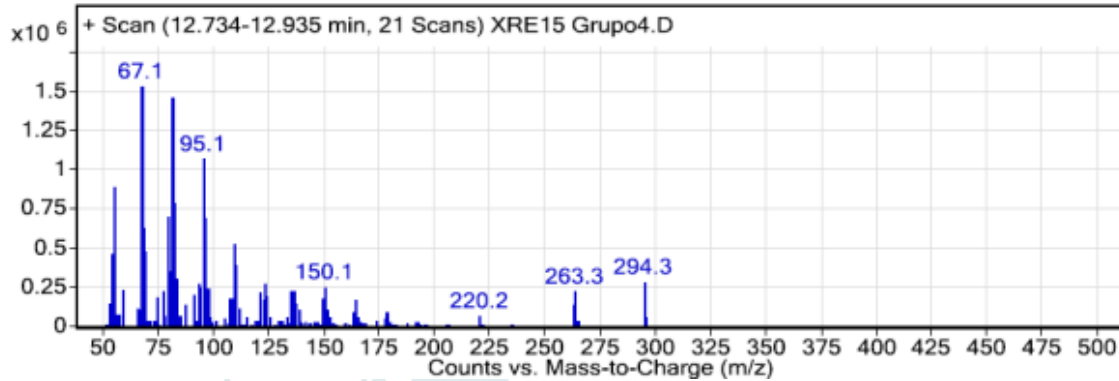
Peak	Start	RT	End	Height	Area	Area %
1	9.369	9.46	9.58	13113414.36	35027646.86	14.43
2	12.656	12.905	12.935	30834093.8	242785705.5	100
3	12.935	13.005	13.196	26037691.97	112263417.8	46.24
4	13.367	13.467	13.658	6341227.81	21496562.62	8.85
5	24.635	24.755	24.996	606140.95	2915367.82	1.2

ESPECTROS DE MASAS

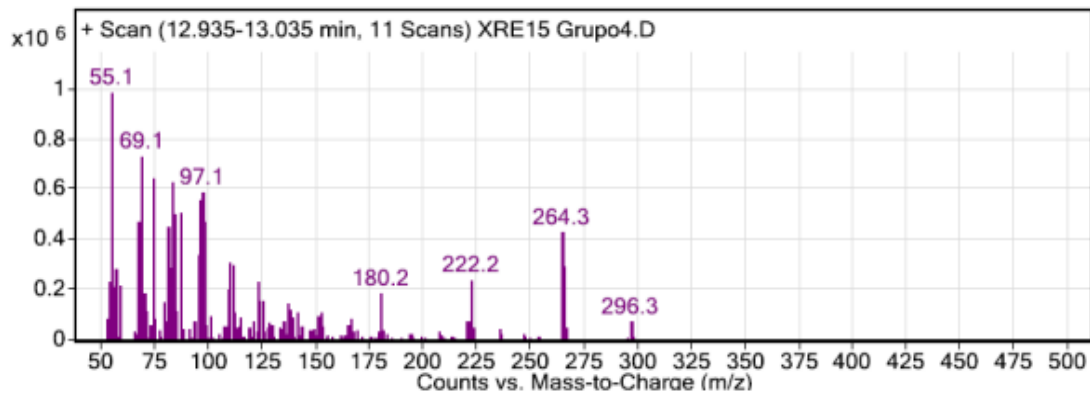
El pico 1 con un tiempo de retención de 9,46 minutos presenta el siguiente espectro de masas que se corresponde con el éster metílico del ácido palmítico.



El pico 2 con un tiempo de retención de 12,905 minutos presenta el siguiente espectro de masas que se corresponde con el éster metílico del ácido linoleico.



El pico 3 con un tiempo de retención de 13,005 minutos presenta el siguiente espectro de masas que se corresponde con el éster metílico del ácido oleico



4. 3. Caracterización de un biocombustible obtenido a partir de aceite vegetal de desecho.

Transesterificación

La reacción química que mejores resultados ha demostrado tener para obtener biocombustible es la transesterificación. Esta consiste en la reacción entre un triglicérido (compuesto por una molécula de glicerol esterificada por tres moléculas de ácidos grasos), contenido en el aceite vegetal o grasa animal y un alcohol ligero (metanol o etanol) utilizando un catalizador, obteniéndose como productos glicerina y ésteres derivados de los tres ácidos grasos de partida, es decir, biocombustible. Comúnmente se suele usar metanol como alcohol de sustitución, en cuyo caso el biocombustible estará compuesto por ésteres metílicos.

Lavado de los ésteres o biocombustible

Después de la reacción y de la decantación inicial, algunas impurezas solubles en agua quedan en la fase ésteres. Estos residuos siempre van a aparecer, independientemente de la calidad de la reacción y del aceite. Lavar el combustible con agua remueve ciertas impurezas, pero no remueve mono y diglicéridos, contaminantes que resultan de una reacción incompleta y que afectan la calidad del biocombustible

El lavado también tiene otras dos ventajas: detiene el curso de la reacción lenta que algunas veces ocurre, lo cual puede lograrse removiendo el metanol y el catalizador y además brinda información para el control de calidad.

Cuatro son los modos principales de lavar los ésteres: lavado con burbujas, mediante atomización, con agitación y el lavado estático.

Secado del biocombustible

Por último, el biocombustible debe someterse a un proceso de secado antes de ser enviado al almacenamiento. Existen tres modos principales de secar los ésteres: secado por rocío y calentamiento, secado simple por calentamiento y secado al sol. En algunos sistemas industriales, se procede a la destilación del biocombustible con vista a la obtención de un producto de mayor pureza.

Para llevar a cabo el estudio se utilizaron muestras de aceite vegetal residual proveniente de un establecimiento industrial de productos cárnicos conformados y pre fritos.

MATERIALES, REACTIVOS, EQUIPOS

REACTIVOS

- ✓ Metanol 99,0%,
- ✓ NaOH 95,0%
- ✓ Combustible Diésel.

MATERIALES

- ✓ probeta de 100 mL,
- ✓ embudos decantadores de 500 mL,
- ✓ bureta de llave de vidrio de 25 o 50 mL,
- ✓ pipetas de 1 mL, 5mL, 10 mL y de 50 mL,
- ✓ matraz o Erlenmeyer de 250 o 500 mL con cuello 29/32 de vidrio esmerilado,
- ✓ condensador o refrigerante Liebig de 300 mm de boca esmerilada 29/32.

EQUIPOS:

- ✓ desecador,
- ✓ pH metro,
- ✓ reactor de 1 L,
- ✓ estufa eléctrica,
- ✓ balanza analítica,
- ✓ densímetro de vidrio,
- ✓ agitador mecánico,
- ✓ baño termostataado.
- ✓ Otros: mallas filtrantes y lámina de cobre con 99,9% de pureza.

PROCEDIMIENTO

1. La muestra de aceite se filtró a través de una malla filtrante, con el fin de eliminar posibles restos de alimentos provenientes del proceso de fritura.
2. Se calienta la muestra a 100°C durante 30 minutos; de esta manera puede asegurarse la obtención de un rendimiento adecuado en la reacción de transesterificación.



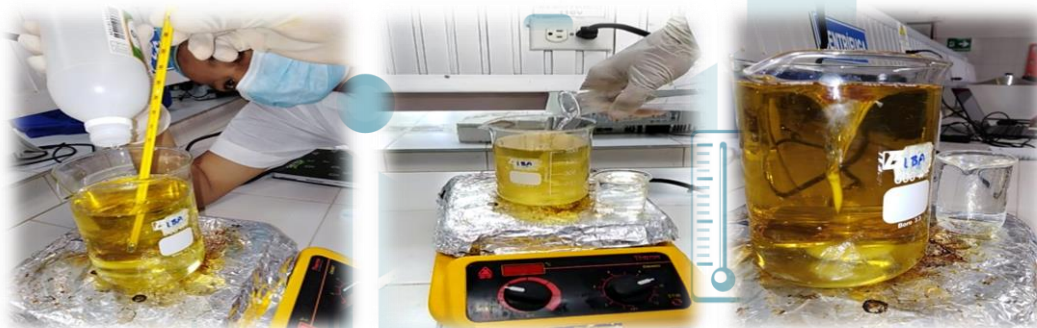
Titulación

1. Se disuelve 1 g de aceite en 10 mL de alcohol etílico (también puede usarse alcohol isopropílico), se adicionaron 3 gotas de fenolftaleína al 1% y se tituló con disolución de NaOH 0,1 N hasta alcanzar una coloración débilmente rosa, persistente unos 30 segundos



Reacción

2. En un vaso precipitado vertemos el aceite. Luego coloca en la plancha de calentamiento y dejamos Calentar el aceite a 55° C. Se vierte el metoxido con mucho cuidado y dejamos por una hora



Proceso de lavado

3. Se realiza el lavado de las muestras de forma estática, utilizando agua corriente en una proporción de 1:1 en volumen con los ésteres.

Proceso de secado


4. Una vez concluida la etapa de lavado, los ésteres metílicos (biocombustible) se secan mediante calentamiento en una estufa eléctrica a una temperatura de 100°C. Como la turbidez de la muestra es un indicador de la presencia de humedad, este proceso se extendió hasta que los ésteres metílicos se tornaron transparentes.

4.3.1. Propiedades fisicoquímicas de los esteres obtenidos

Propiedad	Norma
Presencia de jabón	ASTM D 2986
Presencia de catalizador	ASTM D 6751
Humedad	ISO 662.2001
Viscosidad cinemática	ASTM D 445.2011
Densidad	ASTM D 1298.2009
Corrosión a la lámina de cobre	ASTM D 130
Índice de acidez	AOCS Cd 3 - 63

Bibliografía

- ✓ Ramón piloto-Rodríguez, Alfonso marlen, sicrens roger-sebastian verhelst.(2014) . : CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE BIOCOMBUSTIBLES. ANÁLISIS TÉRMICO .idict. recuperado de:https://www.researchgate.net/publication/273660715_CARACTERIZACION_FISICOQUIMICA_DE_BIOCOMBUSTIBLES_ANALISIS_TERMICO?enrichId=rgreqa37cc90a8457f2b44c081ea5a566f308XXX&enrichSource=Y292ZXJQYWdlOzI3MzY2MDcxNTtBUzo1MzUyODQ2NzIxNTE2MTZAMTUwNDYzMzlyMDAwMg%3D%3D&el=1_x_2&_esc=publicationCoverPdf.
- ✓ MEHLENBACHER. 1979. Análisis de Grasas y aceites. Ed. Científico Médico Barcelona España.
- ✓ Hernández Gandon,;Jose,Baratute Torres Yanelis. (2017). CARACTERIZACIÓN DE UN BIOCOMBUSTIBLE OBTENIDO A PARTIR DE ACEITE VEGETAL DE DESECHO. vol.37 no2.
- ✓ ALTON. E.B. 1961. Aceites y Grasas Industriales. Ed. RevertéBernardini. 1981. Tecnología de Aceites y Grasas.
- ✓ JACOBE, M.B. 1958. Chemical Analysis of Food. 3ra. Ed. New York.
- ✓ Kirk Othmer. 1962. Enciclopedia de tecnología Química. Ed. UTEHA. España.
- ✓ Ministerio de Educación, Cultura y Deporte.(2014.) ANÁLISIS DE BIODIESEL MEDIANTE CROMATOGRAFÍA DE GASES Y ESPECTROMETRÍA DE MASAS. España.
- ✓ PEARSON, D. Técnicas de laboratorio para el análisis de alimentos. 1º edición. Editorial Acribia. España. 1976.
- ✓ SKOOG, D.; HOLLER, J.; NIEMAN, T. Principios de Análisis Instrumental. 5ª Edición. Editorial McGraw-Hill. EE.UU. 2000.
- ✓ RUBINSON, J.; RUBINSON, N. Análisis Instrumental. 3ª edición. Editorial Prentice Hall. EE. UU. 2000.
- ✓ Official methods of analysis of AOAC international. 16 Edición. Volumen 1, 2. AOAC International. Virginia. 1995
- ✓ KIRK R.; SAWYER R.; HAROLD, E. Composición y Análisis de Pearson. 2º edición.

- 
- ✓ Edit. Compañía editorial Continental, S.A. de C.V. México. 1996.
 - ✓ JAMES, C. Analytical chemistry of foods. First Edition. Edit. Chapman & Hall. EE.UU.1995.
 - ✓ Barbosa – Cánovas, G.; Ibaró, A.; Pele, M. 1993. Propiedades reológicas de alimentos Fluids. ATA Madrid España.
 - ✓ Brookfield S.A. More solutions to sticky problems. A guide to getting more from your
 - ✓ Brookfield Viscositer. Brookfield Engineering Laboratories Inc USA.
 - ✓ Muller, H. 1973. Introducción a la reología de los alimentos. Editorial Acribia, Zaragoza España.
 - ✓ Scienza.S.a.2001.redalyc.org/pdf/903/90350204.; Departamento de Alimentos, Grupo de investigaciones en Operaciones Unitarias para la Industria de Alimentos, GOUIA. Universidad de Pamplona, Colombia.
 - ✓ ZUMBADO H. (2005). Análisis químicos de los alimentos, métodos clásicos. Instituto de farmacias y alimentos. Universidad de la habana. 434P.