

E.T.O.A.

DOCENTE: LAURA ARCE

CURSO: 7° AÑO 2° DIVISIÓN - CICLO ORIENTADO QUÍMICOS

TURNO: TARDE

AREA CURRICULAR: BROMATOLOGÍA

TEMA: **ANÁLISIS DE MATERIAS PRIMAS Y PRODUCTOS ALIMENTICIOS**

(PARTE III)

GUIA PEDAGOGICA N° 11- NIVEL SECUNDARIO

DETERMINACIONES BROMATOLÓGICAS GENERALES.

Determinación de CENIZAS

Definición de cenizas: Las cenizas de un alimento son un término analítico equivalente al residuo inorgánico que queda después de calcinar la materia orgánica. Las cenizas normalmente, no son las mismas sustancias inorgánicas presentes en el alimento original, debido a las pérdidas por volatilización o a las interacciones químicas entre los constituyentes.

El valor principal de la determinación de cenizas (y también de las cenizas solubles en agua, la alcalinidad de las cenizas y las cenizas insolubles en ácido) es que supone un método sencillo para determinar la calidad de ciertos alimentos, por ejemplo en las especias y en la gelatina es un inconveniente un alto contenido en cenizas. Las cenizas de los alimentos deberán estar comprendidas entre ciertos valores, lo cual facilitará en parte su identificación. (Pearson, 1993)

En los vegetales predominan los derivados de potasio y en las cenizas animales los del sodio. El carbonato potásico se volatiliza apreciablemente a 700°C y se pierde casi por completo a 900°C. El carbonato sódico permanece inalterado a 700°C, pero sufre pérdidas considerables a 900°C. Los fosfatos y carbonatos reaccionan además entre sí. (Hart, 1991)

Notas:

- a) Los productos que contienen mucha agua se secan primero sobre un plato eléctrico caliente o al baño María.
- b) La consideración principal es que el producto no desprenda humos.
- c) En general, la temperatura adecuada de la mufla son 500°C. Sin embargo, los cloruros, pueden volatilizarse a esta temperatura.
- d) Las cenizas se utilizan muchas veces para la determinación de constituyentes individuales, por ejemplo cloruros, fosfatos, calcio y hierro. (Pearson, 1993).

Método de cenizas totales

En este método toda la materia orgánica se oxida en ausencia de flama a una temperatura que fluctúa entre los 550 -600°C; el material inorgánico que no se volatiliza a esta temperatura se conoce como ceniza. (Nollet, 1996)

Determinación de cenizas en seco y húmedo.

Para la determinación de cenizas se siguen métodos para determinación en seco y en húmedo; en cuanto a la determinación de cenizas en seco hay varias ventajas y desventajas.

La determinación en seco es el método mas común para determinar la cantidad total de minerales en alimentos y este método se basa en la descomposición de la materia orgánica quedando solamente materia inorgánica en la muestra, este método es eficiente ya que determina tanto cenizas solubles en agua, insolubles y solubles en medio ácido.

Por otro lado la determinación húmeda se basa en la descomposición de la materia orgánica en medio ácido por lo que la materia inorgánica puede ser determinada por gravimetría de las sales que precipiten, y también por algún otro método analítico para las sales que permanezcan en disolución acuosa o ácida. Para la determinación húmeda se dan cenizas alcalinas, ácidas y neutras y esto se basa en el tipo de anión o catión ya sea metálico o complejo de tal suerte que hay cenizas como tartratos, citratos que producirán cenizas con un carácter alcalino, esto es demostrable para otros compuestos minerales. Es necesario tomar en cuenta que también un índice de alcalinidad de cenizas es muestra del contenido de carbonatos en disolución acuosa.

Las ventajas y desventajas de estos métodos se muestran en la tabla a continuación.

METODO	VENTAJA	DESVENTAJA
SECO	1. Simple 2. El equipo no es caro 3. Hay pérdidas por volatilización 4. Hay interacciones entre minerales y recipientes. 5. Hay absorción de elementos traza por recipientes de porcelana o sílice	1. Se requiere alta temperatura
	2. No se requiere atención durante la generación de cenizas	2. El equipo es de alto valor económico
	3. No se requieren reactivos	3. Hay pérdidas por volatilización
	4. Se pueden manejar muchas muestras	4. Hay interacciones entre minerales y recipientes.
	5. Es un método estándar para la determinación de cenizas	5. Hay absorción de elementos traza por recipientes de porcelana o sílice
	6. Se puede determinar cualquier tipo de materia inorgánica	6. Poca utilidad para análisis de Hg, As, P y Se
		7. Calentamiento excesivo puede hacer ciertos componentes insolubles.
		8. Hay una dificultad de manejo de cenizas por ser higroscópicas, sensibles a la luz, etc.
	1. Relativamente no se requiere alta	1. Se requieren altas cantidades

HUMEDO	temperatura	de materiales corrosivos.
	2. El dispositivo es simple	2. El dispositivo es simple
	3. La oxidación es rápida	3. Se requiere estandarizar los reactivos
	4. Se mantiene la disolución acuosa lo cual es bueno para análisis mineral.	4. Las reacciones son fumantes
	5. El equipo no es caro	5. Manejar sistemáticamente varias muestras no es sencillo
	6. No hay volatilización de minerales	6. El procedimiento es tedioso y gasta mucho tiempo.

Cálculos**P:** peso cápsula más ceniza**P':** peso cápsula**M:** gramos muestra

$$\text{gr.\% cenizas} = \frac{P - P'}{M}$$

Por medio de esta técnica se determinan cenizas totales.

Nota: si se trata de productos que contienen mucha agua se deben someter primero a baño María y luego se incinera sobre tela de amianto hasta carbonización, cuidando que el producto no desprenda humos. Cuidar de evitar pérdidas de cenizas ligeras, manteniendo la cápsula cubierta con un vidrio de reloj dentro del desecador.

Determinación de HUMEDAD

Definición de humedad: Todos los alimentos, cualquiera que sea el método de industrialización a que hayan sido sometidos, contienen agua en mayor o menor proporción. Las cifras de contenido en agua varían entre un 60 y un 95% en los alimentos naturales. 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 de sacáridos y absorbida sobre la superficie de las partículas coloidales. (Hart, 1991)

Existen varias razones por las cuales, la mayoría de las industrias de alimentos determinan la humedad, las principales son las siguientes:

- a) El comprador de materias primas no desea adquirir agua en exceso.
- b) El agua, si está presente por encima de ciertos niveles, facilita el desarrollo de los microorganismos.
- c) Para la mantequilla, margarina, leche desecada y queso está señalado el máximo legal.
- d) Los materiales pulverulentos se aglomeran en presencia de agua, por ejemplo azúcar y sal.
- e) La humedad de trigo debe ajustarse adecuadamente para facilitar la molienda.
- f) La cantidad de agua presente puede afectar la textura.

g) La determinación del contenido en agua representa una vía sencilla para el control de la concentración en las distintas etapas de la fabricación de alimentos.

h) Si a un producto se le ha agregado agua en forma fraudulenta.

Dependiendo del tipo de alimento es la preparación de muestra que se va a realizar. Para el caso de alimentos con un porcentaje elevado de humedad como:

- ✓ **Leche y jugos**, se someten a evaporación previa a Baño María, reduciéndose así el tiempo de secado en estufa.
- ✓ **Sólidos: carnes, vegetales**: se trituran para aumentar la superficie de evaporación.
- ✓ **Viscosos**: leche condensada, dulce de leche: se mezclan con arena que aumenta la superficie de secado.

Métodos de secado

Los métodos de secado son los más comunes para valorar el contenido de humedad en los alimentos; se calcula el porcentaje en agua por la pérdida en peso debida a su eliminación por calentamiento bajo condiciones normalizadas. Aunque estos métodos dan buenos resultados que pueden interpretarse sobre bases de comparación, es preciso tener presente que a) algunas veces es difícil eliminar por secado toda la humedad presente; b) a cierta temperatura el alimento es susceptible de descomponerse, con lo que se volatilizan otras sustancias además de agua, y c) también pueden perderse otras materias volátiles aparte de agua. (Pearson, 1993)

Método por secado de estufa

La determinación de secado en estufa se basa en la pérdida de peso de la muestra por evaporación del agua.

Para esto se requiere que la muestra sea térmicamente estable y que no contenga una cantidad significativa de compuestos volátiles.

El principio operacional del método de determinación de humedad utilizando estufa y balanza analítica, incluye la preparación de la muestra, pesado, secado, enfriado y pesado nuevamente de la muestra. (Nollet, 1996)

Notas sobre las determinaciones de humedad en estufa.

1. Los productos con un elevado contenido en azúcares y las carnes con un contenido alto de grasa deben deshidratarse en estufa de vacío a temperaturas que no excedan de 70°C.
2. Los métodos de deshidratación en estufa son inadecuados para productos, como las especias, ricas en sustancias volátiles distintas del agua.
3. La eliminación del agua de una muestra requiere que la presión parcial de agua en la fase de vapor sea inferior a la que alcanza en la muestra; de ahí que sea necesario cierto movimiento del aire; en una estufa de aire se logra abriendo parcialmente la ventilación y en las estufas de vacío dando entrada a una lenta corriente de aire seco.

4. La temperatura no es igual en los distintos puntos de la estufa, de ahí la conveniencia de colocar el bulbo del termómetro en las proximidades de la muestra. Las variaciones pueden alcanzar hasta más de tres grados en los tipos antiguos, en los que el aire se mueve por convección. Las estufas más modernas de este tipo están equipadas con eficaces sistemas, que la temperatura no varía un grado en las distintas zonas.

Muchos productos son, tras su deshidratación, bastante higroscópicos; es preciso por ello colocar la tapa de manera que ajuste tanto como sea posible inmediatamente después de abrir la estufa y es necesario también pesar la cápsula tan pronto como alcance la temperatura ambiente; para esto puede precisarse hasta una hora si se utiliza un desecador de vidrio.

6. La reacción de pardeamiento que se produce por interacción entre los aminoácidos y los azúcares reductores libera agua durante la deshidratación y se acelera a temperaturas elevadas. Los alimentos ricos en proteínas y azúcares reductores deben, por ello, desecarse con precaución, de preferencia en una estufa de vacío a 60°C. (Hart, 1991)

Método por secado en estufa de vacío

Se basa en el principio fisicoquímico que relaciona la presión de vapor con la presión del sistema a una temperatura dada. Si se abate la presión del sistema, se abate la presión de vapor y necesariamente se reduce su punto de ebullición. Si se sustrae aire de una estufa por medio de vacío se incrementa la velocidad del secado.

Es necesario que la estufa tenga una salida de aire constante y que la presión no exceda los 100 mm Hg. y 70°C, de manera que la muestra no se descomponga y que no se evaporen los compuestos volátiles de la muestra, cuya presión de vapor también ha sido modificada. (Nollet, 1996)

Método de secado en termobalanza

Este método se basa en evaporar de manera continua la humedad de la muestra y el registro continuo de la pérdida de peso, hasta que la muestra se sitúa a peso constante. El error de pesada en este método se minimiza cuando la muestra no se expone constantemente al ambiente. (Nollet, 1996).

Determinación de EXTRACTO SECO TOTAL: Sólidos totales y Sólidos solubles

En los alimentos se encuentran sólidos y sustancias disueltas en agua. Las sustancias disueltas valoradas en conjunto constituyen el Extracto seco o residuo de evaporación.

Cuando el agua es un componente predominante se valoran sólidos totales (solubles e insolubles), mediante evaporación de agua por acción del calor. Esta evaporación puede producir pérdidas de componentes volátiles: esencias descomposición parcial como el caso de la levulosa o bien puede producirse fijación de oxígeno como en el caso de ácidos grasos insaturados; entre otras muchas reacciones que darán resultados por exceso o por defecto.

Cuando el agua se evapora se obtiene el extracto seco, que luego puede ser fraccionado por la determinación independiente de alguno de los componentes y se expresa como “Extracto seco libre de...”; por Ej. en el caso de leche que se obtiene por un lado el extracto seco y por otro el porcentaje de grasa, se realiza la diferencia de extracto seco menos grasa y se obtiene el “Extracto seco no graso” que es un dato más constante ya que las grasas son componentes que presentan mayor variación en su proporción, en estos productos.

Si se desean obtener los datos de sólidos insolubles y solubles presentes en un producto: sobre una alícuota se hace extracto seco total o sólidos totales por evaporación de agua hasta peso constante, la alícuota se centrifuga o filtra y al líquido sobrenadante se le determina el extracto seco por evaporación que corresponde a “sólidos solubles”, la diferencia con el extracto seco total corresponde a “sólidos insolubles”.

Cálculos

P: peso cristalizador más muestra húmeda

P': peso cristalizador más muestra seca

M: gramos muestra

$$\text{Gr. \% humedad} = \frac{P - P'}{M}$$

Nota: cuando el porcentaje de humedad es alto como el caso de leche los resultados se expresan en extracto seco. **E. S. = 100 – H**

En algunos casos, puede añadirse arena lavada y calcinada al cristalizador para conseguir mayor superficie de secado.

EJERCICIOS

1- Arma una tabla comparativa entre los métodos para determinar humedad presentados en el material de lectura.

2- Estas determinando el contenido total de cenizas de un producto, utilizando el método convencional de calcinación por vía seca. Tu jefe te pide que cambies a un método convencional de calcinación por vía húmeda porque ha leído que consume menos tiempo que la calcinación por vía seca. ¿Estás de acuerdo o en desacuerdo con tu jefe en lo que se refiere a la cuestión del tiempo, y por qué?

3- La determinación de cenizas en los alimentos permite...

A- Conocer al residuo inorgánico que queda después de calcinar la materia orgánica.

B- Conocer la estabilidad microbiológica de los alimentos.

C- Conocer el residuo orgánico que queda después de calcinar la muestra.

E- Todas son correctas

F- Ninguna es correcta.

Mail de contacto: laurarce437@gmail.com

Director a cargo: Téc. Jorge Grosso