

REPORTE DE LABORATORIO

DE

BROMATOLOGIA

DETERMINACION DEL SAL EN EL QUESILLO

OBJETIVOS:

- Determinar el % de sal con el uso de métodos volumétricos (Volhard).
- Determinar el % en base seca de una muestra de queso.

INTRODUCCION

Los métodos analíticos mas usados son los volumétricos, que implican primero la extracción de sal del alimento ya sea por calcinación a 500–550°, seguida de una disolución de las cenizas o por ebullición del alimento con HNO₃. En ausencia de ácidos, los iones Cl pueden valorarse por el método de Mohr que es una titulación directa con AgNO₃ 0.1 N; y en presencia de ácidos, por el método de Volhard que consiste en adicionar un exceso de AgNO₃ y retrotitarlo con tiocianato de potasio. Este último método tiene mayor exactitud y precisión.

NaCl (sal común)

Es, con mucho, la sustancia más utilizada de entre todos los aditivos alimentarios; sin embargo, su gran tradición en el procesamiento de los alimentos, incluyendo el realizado a nivel doméstico, hace que no se le considere legalmente como aditivo y que, salvo casos excepcionales, no se limite su uso. No obstante, además de condimento es un conservante eficaz en la mantequilla, margarina, quesos y derivados del pescado. A pesar de lo extendido de su uso, la sal común no es un producto carente de toxicidad y una dosis de 100 g puede causar la muerte de una persona. De hecho, se conocen algunos casos de intoxicaciones accidentales graves de niños muy pequeños por confusión de la sal con el azúcar al preparar sus papillas.

El cloruro sódico se encuentra presente en todos los fluidos biológicos, y entre otras funciones, interviene en la formación del jugo gástrico. Es, por tanto, un componente esencial en la dieta. Desde principios de este siglo se discute la posible relación existente entre la ingestión de sal y la hipertensión. En la inmensa mayoría de los casos no se conoce la causa real de esta enfermedad, uno de los factores de riesgo más importantes de los accidentes cardiovasculares, y no está claro en absoluto que una dieta con alto contenido en sal pueda producirla. Sin embargo, una restricción drástica (menos de 1 g/día, frente a los cerca de 10 de ingestión habitual de los países occidentales) puede colaborar en su mejora. El nivel de ingestión más adecuado se sitúa, por los conocimientos actuales, en torno a los 3 g/día para la población normal, es decir, menos de la mitad de lo que se utiliza habitualmente.

La sal marina, tan querida de los fanáticos de los alimentos naturales, no es más que sal común menos refinada, que debe su color a la presencia de restos de algas y de animales marinos. No tiene ninguna ventaja real sobre la sal refinada. En zonas con deficiencias de yodo en el suelo, es recomendable el empleo de sal yodada, que no es mas que sal común a la que se le ha añadido yodo en forma de yoduro potásico.

CALCULOS:

$$\% \text{ DE SAL} = \frac{(\text{ml de Bco} - \text{ml de M}) \text{ KSCN}}{\text{ml de muestra}} \times 100$$

Peso de la M húmeda

$$\% \text{ DE SAL} = \frac{(3.3 \text{ ml} - 30 \text{ ml})}{19.3} = 23.0232 \%$$

4.3 gr

$$\% \text{ DE SAL} = 23.0232 \%$$

$$\% \text{ Y B.S} = \frac{\% \text{YB.H} \times 100}{100} = \frac{4.3 \times 100}{100} = 5.6 \%$$

$$(100 - \%H) (100 - 23)$$

OBSERVACIONES:

- Se observo que la filtración era demasiada lenta.
- El punto equivalente de la titulación en el momento de que el sistema se torno de color café ladrillo.
- El método de volhard utilizado es para determinar cloruros en forma de cloruro de plata con nitrato de plata.

CONCLUSIONES:

- Determinamos el porcentaje de sal con el método volumétricos por retrotitulación (Volhard).
- La cantidad de sal presente en el quesillo está dentro de los rangos optimos para actuar como saborisante y o conservador.
- Conocimos la diferencia fundamental entre el método volumétrico de Morh y el método de Volhard.

CUESTIONARIO

- – Escriba la serie de reacciones que se dan durante la determinación de sal en queso en los siguientes pasos:

a) Al agregar la solución de AgNO_3



b) Al adicionar el ácido nítrico y durante el calentamiento



c) Al titular con KSCN



2. – Investigar el valor de cenizas de la muestra utilizada y dos mas muestras similares, ya sea natural, procesada y otra similar, discuta la deferencia.

Cenizas es igual a 2.30 %

Queso tofu igual 1.2%

Queso crema igual a 4,2%

El porcentaje de cenizas es diferente debido a que presentan diferencia en cuanto a su composición

orgánica e inorgánica.

- –Cual es el rango de % de sal que se puede encontrar en un alimento procesado, aceptable por el gusto.

Es entre 1.3 a 2,1 %

BIBLIOGRAFIA:

Egan, H., R.S. Kira y R. Sawyer, 1987, Analisis químico de alimentos de Pearson, C.E.C.S.A. México.

PRACTICA 4

DETERMINACION DE SAL EN MANTEQUILLA

OBJETIVO:

- El alumno determinará el porcentaje de sal (cloruro de sodio) que se encuentra en una cantidad constante de mantequilla

INTRODUCCION

Determinación de Sal (Cloruros Totales).

Método Mercurimétrico

El contenido de sal en mantequilla se puede determinar mediante el método Mercurimétrico, empleado para la determinación de cloruros en leche y queso, el cual se fundamenta en la titulación de una muestra de leche tratada con ácido nítrico, con nitrato mercurico ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$) 0,1 N, en presencia de difenilcarbazona como indicador. El ión mercurio se une con el ión cloro (HgCl), hasta agotarse, luego el exceso de Hg reacciona con el indicador dando el viraje a un color violeta que indica el final de la titulación.

CALCULOS:

10 ml gastados de AgNO_3

Tomando como referencia que cada ml de AgNO_3 gastado es igual a 1% de sal, podemos decir que la mantequilla analizada que empleamos contiene 10% de sal.

OBSERVACIONES:

- La mantequilla contiene una concentración no excesiva de sales debido que solo se presenta como simples trazas.
- La sal que se determina en la mantequilla natural es debida a la concentración de minerales que tiene la leche.

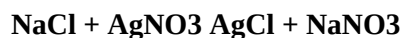
CONCLUSIONES:

Mediante la experimentación se logro determinar el % de sal que se encuentra en una cantidad constante de mantequilla (10 g)

CUESTIONARIO:

- – Escribe la reacción de la titulación con la solución de AgNO_3 .

indicador



2. – Que otros métodos además de el utilizado se pueden emplearse para determinar cloruros en una muestra.

Para la determinación de cloruros como el que se hizo en esta practica se utilizan los siguientes métodos:

- ♦ **Método de Volhard**
- ♦ **Método de Mohr**

BIBLIOGRAFIA:

- **Química Analítica Cuantitativa de SCOOK**
- Egan, H., R.S. Kira y R. Sawyer, 1987, **Análisis químico de alimentos de Pearson, C.E.C.S.A. México.**

PRACTICA No. 5

DETERMINACION DE ACIDEZ

OBJETIVO:

- Determinar la acidez de una muestra dada en parámetros de porcentual.
- Determinar la acidez de una muestra utilizando un método de titulación con álcali.
- Determinar el carácter ácido de algunas sustancias

INTRODUCCION:

La acidez total se define como la suma de los ácidos en estado libre que existen en el PRODUCTO y que sean valorables, cuando se realiza la neutralización hasta $\text{pH}=7,0$, por adición de una disolución alcalina. Generalmente es del orden de 5 g/l expresada en ácido tartárico, o 3,25 g/l expresada en ácido sulfúrico.

Los ácidos que se valoran son de naturaleza orgánica, siendo los principales:

- | | | |
|--------------------|--------------------|------------------|
| – Ácido tartárico. | – Ácido málico. | – Ácido láctico. |
| – Ácido cítrico. | – Ácido succínico. | |

La determinación de la acidez total se realiza en la práctica en base a una valoración ácido–base, utilizando como reactivo valorante una base fuerte como es el hidróxido sódico (NaOH), y tomando como punto de equivalencia $\text{pH}= 7,0$. Para detectar dicho punto utilizaremos el indicador "azul de bromotimol", cuyo intervalo de viraje se encuentra comprendido entre los valores de pH (6,0–7,5) y la variación es de color amarillo a azul–verdoso.

CALCULOS:

$$\% \text{ ACIDEZ} = \frac{(\text{ml titulo})(N \text{ titulo})(p \text{ meq. Acido})}{\text{Peso de muestra}} \times 100$$

Peso de muestra

OBSERVACION:

No se obtuvieron resultados por que la titulación no se pudo realizar porque el indicador fenoftaleina no servía, por tal motivo no se pudo determinar el porcentaje de acidez de la muestra.

OBSERVACIONES:

No se cumplieron con los objetivos de la práctica ya que el indicador en la titulación no servía, ya que no cambiaba de color.

CUESTIONARIO:

- – Identifica las posibles fuentes de error durante la determinación de acidez total.

color de la muestra, la pureza de la muestra, y la normalidad del titulante.

2. – Al determinar acidez de un producto que es lo que se cuantifica y al determinar pH del mismo producto que es lo que se identifica.

se cuantifica los acidos totales y la cantidad de iones OH que reacciona con los iones H.

3–Investiga tres ejemplos de situaciones en que la acidez es utilizado como un análisis para control o seguimiento del proceso.

Elaboración de vinos, Yogurt y queso.

PRACTICA 6

DETERMINACION DE VITAMINA C

OBJETIVOS:

- Determinar la cantidad de vitamina C o acido cítrico contenida en una muestra dada.
- Determinar si los conservadores o aditivos químicos de productos procesados afectan la vitamina C.

INTRODUCCION:

La vitamina C se oxida rápidamente y por tanto requiere de cuidados al momento de exponerla al aire, calor y agua. Por tanto cuanto menos calor se aplique, menor será la pérdida de contenido. Las frutas envasadas por haber sido expuestas al calor, ya han perdido gran contenido vitamínico, lo mismo ocurre con los productos deshidratados. En los jugos, la oxidación afecta por exposición prolongada con el aire y por no conservarlos en recipientes oscuros.

REPORTE

CALCULOS:

Sol. Patrón corresponde a mL de indofenol que reacciona con 1 mg de vitamina C

Cuantos mg de vitaminas C reaccionan con 1 mL de indofenol = I

11.33 mL de indofenol = 1 mg de vitamina C

1 mL de indofenol

CUESTIONARIO:

1.- Identifica las posibles fuentes de error durante la determinación de vitamina C en tu trabajo de laboratorio:

el color de la muestra, la pureza de la muestra, y la normalidad del titulante.

2.- Que otros métodos existen para determinar C en alimentos. Menciona nombre y fundamentos de estos métodos.

Determinación de vitamina C (ácido ascórbico) por HPLC-UV y determinación de vitamina C en alimentos frescos.

3. -Escribe cuales son las condiciones químicas y físicas que destruyen la vitamina C.

La oxidación y la temperatura afectan directamente a la estabilidad de la vitamina C.

4.- Como se recomienda ingerir los alimentos que son fuentes de vitamina C

En forma natural como jugo de naranja, limón etc.

OBSERVACIONES

- Durante el proceso hubieron interferencias que pudieron haber sido contaminación u algún otro factor.
- Realizamos titulaciones para determinar la concentración de ácido existente.

CONCLUSIONES:

- Determinamos la cantidad de vitamina C o ácido cítrico
- Observamos si los conservadores o el proceso de elaboración no afectan a la vitamina C

Practica No. 7

Determinación de lípidos de la Yema de Huevo

OBJETIVOS:

- Extraer los lípidos utilizando solventes apolares orgánicos.
- Conocer un método adecuado para la determinación de lípidos contenidos en una muestra dada.
- Poder recuperar el solvente utilizado después del procedimiento.

INTRODUCCION:

Numerosos productos naturales son ricos en lípidos. El aceite empleado normalmente en la alimentación en la alimentación, sea de oliva, girasol, soja, etc., es una mezcla hidrofóbica de triacilglicéridos y de ácidos grasos libres, entre los que destaca el ácido oleico. Los lípidos presentes en la yema son de naturaleza variada, destacando los triacilglicéridos, el colesterol y los fosfolípidos. Mediante una extracción fraccionada se pueden separar los menos polares, solubles en acetona (triacilglicéridos y colesterol) de los más polares (fosfolípidos), que serían solubles en disolventes como la mezcla cloroformo/metanol.

La práctica tiene como objetivo el aislamiento del colesterol de la yema del huevo, utilizando acetona como disolvente, y la determinación cualitativa del mismo mediante una reacción específica con el mismo reactivo que se emplea en los laboratorios de los centros asistenciales para determinar niveles séricos de colesterol.

Los métodos analíticos para la determinación del colesterol se dividen en colorimétricos y enzimáticos. De los primeros, el más popular es el de Liebermann–Burchard, en el que la reacción tiene lugar en un medio ácido fuerte (ácido sulfúrico). La etapa inicial del proceso consiste en la protonación del grupo hidroxilo del colesterol, seguido de su deshidratación para formar un ión carbonio 3,5-colestadieno. La oxidación secuencial de este ión carbonio alílico por el sulfúrico produce un compuesto cromóforo, el colestahexano-ác. Sulfónico, que absorbe energía en la zona de la luz visible, a 410 nm.

Sin embargo, los métodos enzimáticos compiten actualmente con las diferentes variables de la reacción de Liebermann–Burchard y son los más empleados. En esta práctica emplearemos el que utiliza una mezcla de enzimas acopladas constituida por *colesterol esterasa*, *colesterol oxidasa* y una *peroxidasa*. El *colesterol esterasa* hidroliza los ésteres de colesterol en colesterol libre, que es oxidado, junto a las moléculas de colesterol que ya estaban libres en la muestra biológica, a colesteno y peróxido de hidrógeno por *colesterol oxidasa*. Finalmente, un cromógeno (mezcla de 4-aminofenazona + fenol), por acción del peróxido de hidrógeno, en presencia de *peroxidasa*, se transforma en 4-(p-benzoquinona monoimino)-fenazona, un cromógeno activado, que tiene color y, por tanto, absorbe en la zona visible del espectro (máximo a 546 nm). Con este método, se evita el problema de las variaciones típicas del de Liebermann–Burchard, consecuencia de la diferencia de color producidos por los ésteres de colesterol y el colesterol libre.

CALCULOS:

% Lípidos = $\frac{\text{g de grasa extraída}}{\text{g muestra}} \times 100$

g muestra

NOTA: La práctica fue de carácter demostrativo.

OBSERVACIONES:

- En este método se utilizó un solvente orgánico (hexano), para extraer los lípidos contenidos en la muestra.
- Se percibió el aroma del lípido extraído.
- Durante el procedimiento el lípido era extraído por el solvente en un sistema de reflujo.

CONCLUSIONES:

Mediante la experimentación se logró:

- La extracción de lípidos mediante un solvente orgánico.
- Conocer un método adecuado para la determinación de lípidos contenidos en una muestra dada.
- Poder recuperar el solvente utilizado después del procedimiento.

CUESTIONARIO:

1.- ESCRIBE EN QUE SE BASA LOS METODOS PARA EXTRACCION DE GRASAS POR SOLUBILIZACIÓN DE LA MUESTRA:

Los lípidos asociados pueden ser liberados si la muestra del alimento se disuelve completamente antes de hacer la extracción con disolventes polares. La disolución del alimento se puede lograr por hidrólisis ácida o

alcalina. En el método ácido (proceso de Werner–Schmidt) el material es calentado en baño de agua hirviendo con ácido clorhídrico para romper las proteínas y separar la grasa como una capa que flota sobre el líquido ácido. La concentración del ácido durante la extracción debe ser aproximadamente 6M, por ejemplo, 10 gr de leche se tratan con 10 ml. de ácido concentrado ó 1 a 2 gr de alimento sólido se mezcla con 8 a 9 ml de agua y 10 ml de ácido. Las proteínas se disuelven en el ácido y la grasa que se separa puede ser extraída por agitación, cuando menos tres veces, con éter dietílico o con una mezcla de éter dietílico y petróleo ligero. En alimentos como la leche deshidratada y queso procesado es aconsejable el tratamiento del tratamiento original con amoníaco antes de adicionar el ácido. Si el material que se analiza contiene una elevada proporción de azúcares, el método de extracción ácida es menos aconsejable que el método alcalino. El éter dietílico tiende a coextraer algún material no-lípido, por lo que los lípidos extraídos y pesados en el extracto seco necesitan ser eliminados cuidadosamente con éter de petróleo y el residuo no-lípido se vuelve a secar y pesarse para dar por diferencia, el contenido de grasa total en la muestra. La hidrólisis ácida tiende a descomponer los fosfolípidos, por lo cual la correlación con la extracción con cloroformo/metanol puede ser pobre en algunos alimentos.

En la disolución usando álcali (método de Rose–Gottlieb), el material se trata con amoníaco y alcohol en frío y la grasa se extrae con una mezcla de éter y petróleo ligero. El alcohol precipita las proteínas que se disuelven en el amoníaco; entonces las grasas pueden ser extraídas con éter. El petróleo ligero es entonces adicionado ya que reduce la proporción de agua y consecuentemente también las sustancias no grasas solubles, tales como la lactosa en el extracto. La extracción alcalina da resultados muy exactos, lo que hace que la técnica sea muy recomendable.

2.- ESCRIBE EN QUE SE BASA LOS METODOS VOLUMETRICOS:

consisten en disolver la muestra en ácido sulfúrico y separar la grasa por centrifugación en tubos de vidrio calibrados especialmente. En los EUA se usa el método de Badcock (véase libro de métodos de la AOAC) y en los países europeos el método de Gerber es el usado comúnmente en las determinaciones de rutina de grasa en leche y en productos lácteos. Para ciertos alimentos, en particular los no lácteos, se obtiene una separación más limpia si se usa una mezcla de los ácidos acético y perclórico en lugar del ácido sulfúrico.

3.- COMUNMENTE SUELEN REPORTARSE EL CONTENIDO DE LIPIDOS DE UNA MUESTRA COMO GRASA CRUDA, EXTRACTO ETERIO, LIPIDOS, O GRASA SIMPLEMENTE. ESCRIBA QUE COMPUESTOS QUIMICOS SON DETERMINADOS EN ESTOS METODOS.

Cacahuete, queso productos lácteos, Leche, coco, semillas etc.

4.- QUE COMPUESTOS QUIMICOS FORMAN LA GRASA NEUTRA DE UNA MUESTRA, ACIDO GRASOS VOLATILES INSAPONIFICABLES Y ACEITES ESENCIALES.

Una grasa neutra. Está formada por glicerol (también conocido como glicerina) unido a tres ácidos grasos. La diferencia entre estos aceites y las mantecas está dada por los tipos de ácidos grasos que intervienen en su composición.

Ácidos Grasos Volátiles:

A.- Definición: Los Ácidos Grasos Volátiles constituyen los principales productos de la fermentación animal, principalmente de los hidratos de carbono. Los Ácidos Grasos Volátiles primarios son el ácido acético, propiónico, y butírico. Con frecuencia los Ácidos Grasos Volátiles son denominados como sus iones disociados. Acetato, propionato y butirato. Otros Ácidos Grasos Volátiles cuantitativamente menores pero metabólicamente importantes son: el valérico, isovalérico, isobutírico y el 2 metil butírico.

Es necesario recordar que esta es una relación simbiótica en la que los productos de desecho derivados del metabolismo microbiano, en un sistema de fermentación anaeróbica, constituyen los principales productos energéticos para los rumiantes y otros hervívoros.

B.- Fórmulas: Van Soest ha adoptado los conceptos que informó Wolin y describió los tipos de ecuaciones que existen en la fermentación de glucosa para generar los principales ácidos grasos volátiles.

1.- Acetato = $C_2H_4O_2 + 2H_2O \rightarrow 2C_2H_4O_2 + 8H$

2.- Propionato = $C_3H_6O_2 \rightarrow 2C_3H_6O_2 + 2 [O]$ (ruta del acrilato)

3.- Butirato = $C_4H_8O_2 \rightarrow 2C_4H_8O_2 + 4H$
 CH_3-COOH CH_3-CH_2-COOH $CH_3-CH_2-CH_2-COOH$

Acético propiónico butírico

CH_3-CH_2-COOH CH_3-CH_2-COOH

CH_3-CH_2-COOH

Isobutírico Isovalérico Los insaponificables en grasas y aceites están constituidos principalmente por esteroides, tocoferoles, carotenoides, hidrocarburos alifáticos de cadena larga y pigmentos.

Los aceites esenciales son una compleja mezcla de sustancias químicas. La proporción de estas sustancias varía de un aceite a otro.

Los principales componentes son:

Carburos terpénicos, Cetonas, Alcoholes, Fenoles, Aldehídos, Esteres, Carburos saturados y ácidos, compuestos sulfurados.

PRACTICA 9

DETERMINACION DE AZUCARES REDUCTORES

METODO DE LANE EYNON

OBJETIVOS

- El alumno determinará el porcentaje de azúcares reductores en una muestra directa e indirectamente.

INTRODUCCION

Los azúcares reductores (así denominados porque son oxidados fácilmente por otras sustancias) son aquellos que poseen un grupo químico llamado carbonilo (ver figura 1) que tiene una alta reactividad. La unión de estos azúcares (glucosilación) a proteínas tiene lugar a través de una reacción tradicionalmente denominada reacción de Maillard y, más recientemente, glicación.

Este proceso ha sido estudiado sistemáticamente desde hace unos cien años debido a que se lo ha aplicado en la industria alimentaria para mejorar el aspecto y el sabor de algunos alimentos (por ejemplo en la elaboración del dulce de leche) y porque constituye un factor importante de la pérdida de valor nutritivo durante los tratamientos térmicos prolongados.

En la glicación participan el grupo carbonilo de los azúcares reductores (figura 1) y los grupos amino primarios de los residuos de aminoácidos que forman las proteínas (figura 2) y no intervienen enzimas (ver recuadro Las especies que reaccionan durante la glucosilación). En la reacción se pueden distinguir tres etapas sucesivas

REPORTE

CALCULOS:

Gr. de azúcar = título del reactivo ml X 0.005 g de azúcar

1 mL de solución patrón

Gr. de azúcar = $16 \times 0.005 \text{ g de azúcar} = 0.08 \text{ gr.}$

1 mL de solución patrón

% azúcares reductores directos: g de azúcar X 100 X dilución

Título A

% azúcares reductores directos: $0.08 \times 100 \times 10 = 1.33$

6

% azúcares reductores totales: g de azúcar X 100 X dilución

Título B

% azúcares reductores totales: $0.08 \times 100 \times 31.25 = 17.85$

14

% almidón: (g de azúcar X 100 X dilución – % azúcares reductores totales) 0.94

Título C

% de sacarosa = (% de azúcares reductores – % azúcares reductores directos) X 0.95

CONCLUSIONES:

- determinamos el porcentaje de azúcares reductores en una muestra directa e indirectamente
- Comprobamos la presencia de azúcares reductores en una muestra dada.

CUESTIONARIO

- **Escribe el nombre de otros dos métodos, además del que empleaste para determinar azúcares en alimentos y escribe el fundamento de ellos.**

Deshidratación: Consiste en la eliminación del agua e un alimento en forma de vapor mientras este está siendo calentado. Se define como aquella operación unitaria mediante la cual se elimina la mayor parte del agua de los alimentos, por evaporación, aplicando calor.

Centrifugación o Purga; Reebullicion de las Mieles:

La masa cocida proveniente del mezclador o del cristizador se lleva a maquinas giratorias llamadas centrifugador. El tambor cilíndrico suspendido de un eje tiene paredes laterales perforadas, forradas en el interior con tela metálica, entre éstas y las paredes hay láminas metálicas que contienen de 400 a 600 perforaciones por pulgada cuadrada. El tambor gira a velocidades que oscilan entre 1000 1800 rpm. El revestimiento perforado retiene los cristales de azúcar que puede lavar con agua si se desea. El licor madre, la miel, pasa a través del revestimiento debido a la fuerza centrífuga ejercida (de 500 hasta 1800 veces la fuerza de la gravedad), y después que el azúcar es purgado se corta, dejando la centrífuga lista para recibir otra carga de masa cosida. Las máquinas modernas son exclusivamente del tipo de alta velocidad (o de una alta fuerza de

gravedad) provistas de control automático para todo ciclo. Los azúcares de un grado pueden purgarse utilizando centrifugas continuas

- **Escribe el nombre de tres compuestos químicos que se utilizan para clasificar muestras que presentan color.**

- Colorantes Edulcorantes, acidulantes

- **Por que debe mantenerse la solución mezcla de reacción en ebullición constante.**

- ◇ Para facilitar la hidrólisis de las diferentes moléculas presentes en la mezcla.