

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA



**TECNICAS DE ANALISIS PARA EL CONTROL
QUIMICO DE LA PRODUCCION DE ALIMENTOS
BALANCEADOS PARA GANADO**

T R S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A

LUIS FELIPE DE JESUS GARCIA VAZQUEZ

1 9 8 0



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



A MIS PADRES

HERMANOS

MAESTROS Y AMIGOS

INTRODUCCION:

A través del tiempo una de las necesidades básicas del ser humano ha sido la de su alimentación, la cual ha presentado para él una problemática determinada, la cuál con el transcurso de los años y aunada a la explosión demográfica se ha agudizado de una forma notable, por lo que es una de las necesidades más urgentes la de satisfacer su problema alimenticio.

Esto ha llevado a la humanidad a elaborar métodos esencialmente científicos para lograr así un mayor rendimiento tanto en sus cosechas como en sus ganados y poder de esta manera encontrar la solución más rápida a sus carencias alimentarias. Por lo que se ha experimentado en diversos campos que comprenden estudios que en esencia son diferentes pero que están interrelacionados en el estudio de los alimentos, ramas de la ciencia como la Bioquímica, Genética, Química, etc. se han desarrollado a través del tiempo para lograr los máximos rendimientos en el campo alimenticio.

Pero también a través del tiempo se le ha dado realce a la producción de alimentos para ganado porque de esta forma se podría incrementar el rendimiento de los animales de tal forma que también se podría satisfacer las exigencias alimenticias del individuo y de su comunidad.

Desde épocas antiguas la gente se dió cuenta de que la alimentación del ganado no tenía una forma meramente simplista que en un principio era con los materiales que se tenían a la mano, lo cual no revestiría mayor problema si se tuvieran a disposición todos los elementos necesarios para equilibrar una dieta que permitiera un óptimo rendimiento en sus ganaderías. Lograr esta dieta de la que se ha hablado no es tan sencillo en un país como el nuestro en donde se encuentra un 64% de tierras semidesérticas, dedicadas al monocultivo del maíz por mucho tiempo, por lo que es necesario, el uso de una cantidad cada vez mayor de fertilizantes disminuyendo así la ganancia de sus productos y por ende la cantidad de los mismos, viéndose obligado así a descuidar la nutrición ganadera.

Posteriormente y gracias a la introducción de técnicas científicas para elaborar alimentos balanceados la situación mejora poco a poco lograndose así un mejor aprovechamiento de los recursos, por lo que el empleo de dietas científicamente preparadas es hoy en día una necesidad reconocida ampliamente para lograr una mejoría en la cría y desarrollo de los animales.

Pero se observa que en el desarrollo de estas técnicas científicas de alimentación la química ha jugado un papel preponderante, llegando a crear una estructura que cimienta la producción de los --

alimentos balanceados. Desde Paracelso que fué el primero en ensayar una teoría de la digestión y la nutrición la que admitía la existencia de un principio vital llamado Archeus, el cual se localizaba en todas las partes del cuerpo y era capaz de extraer a los alimentos su esencia vital deshechándose las partes no utilizadas. Otro científico que contribuye al desarrollo de estos alimentos es Lavoisier, quien junto con Laplace crearon el primer calorímetro para animales demostrando que la formación de calor y la respiración son un fenómeno de combustión en vivo.

Pero a través de la historia desfilan muchos nombres los cuales aportan un sinnúmero de ideas técnicas etc. para el mejoramiento de la alimentación del ganado.

Pero hay que hacer una mención especial a J.B. Boussangault - quien en 1836 valoró los alimentos ó materiales empleados en su elaboración tomando como base su contenido de nitrógeno, lo cuál ha sido una de las piedras angulares en el desarrollo del análisis de los alimentos. Y ahora en la actualidad ya se cuentan con las técnicas más variadas y especializadas para el análisis y control químico de los alimentos balanceados para el ganado.

Siendo la finalidad de este trabajo el de contribuir al desarrollo de la alimentación mediante la utilización de técnicas analíticas reforzando así la elaboración de dietas alimentarias para el ganado.

Por que si no se lleva a cabo un estricto control químico de todos los elementos constitutivos de los alimentos no se podrá obtener la finalidad deseada perdiendose así tiempo y dinero.

Este control químico será llevado tanto al recibir las -- muestras como al final del proceso. Al recibir las muestras para así poder controlar los posibles contaminantes que afecten al gannado que se va a alimentar con nuestro alimento y además será -- aquí cuando obtengamos la información del total de nutrientes contenidos dentro del material mismo que nos servirá para balancear la formulación alimenticia.

Y al final para llevar a cabo un estricto control de calidad en la uniformidad del alimento elaborado.

II.- GENERALIDADES:

Para poder hablar de alimentos balanceados es necesario - conocer primeramente que es un alimento balanceado el cual: Es - aquél que suministra a los animales los materiales requeridos para su alimentación especializada y de conformidad a la finalidad a - que se dedica dicho ganado. Al igual se puede definir a los nutientes como los constituyentes de los alimentos de igual composición química general, que ayuda a mantener la vida en el animal. Ahora podemos considerar que los requerimientos alimenticios no son los mismos para las diversas especies de animales ó de animales de la misma especie que se dediquen a proporcionar diversos subproductos. Por lo tanto, considerando que un alimento balanceado deberá tener no solamente un material sino la totalidad de los mismos deberá constituir una mezcla a la cual contendrá:

	Carbohidratos
	Lípidos
ORGANICA	Proteínas
	Vitaminas
	Compuestos Hormonales
	Antibióticos
MATERIA SECA	
	Minerales
INORGANICA	Agua

Esta mezcla de materiales tendrá la finalidad de cubrir los requerimientos totales de los animales.

Los hidratos de carbono.- Son importantes en la formulación de dietas alimenticias debido a que constituyen las tres cuartas partes de la materia seca de las plantas y son considerados como una de las principales fuentes de energía y calor para los animales.

Los lípidos.- Como lo son las grasas y los aceites también tienen una gran influencia en la alimentación del ganado, debido a que también actúan como fuente de energía para el animal, siendo está

entre otras cosas de gran ayuda para la formación de tejidos grasos, lo que se traduce en ganancia de peso del animal.

Como fuente energética la grasa es una fuente mucho más concentrada que los hidratos de carbono, ya que en igualdad de volumen proporciona 2.25 veces mayor energía. Además son esenciales para la absorción de vitaminas del tipo liposolubles como lo son las vitaminas A y D.

Las proteínas.- Son elementos que constituyen un punto de excepcional importancia en la alimentación animal debido a que son esenciales para la vida misma por estar constituyendo la mayor parte de las fibras musculares, órganos internos, pelo piel, etc. Debido a que en estas proteínas tenemos localizados a los llamados aminoácidos esenciales los cuales son los constituyentes de las paredes celulares, las cuales darán origen a los elementos de constitución anteriormente mencionados.

Vitaminas.- Son los principios nutritivos esenciales, los cuales ejercen funciones definidas en el organismo, siendo su acción independiente y diferente según la vitamina que se trate. Su acción sirve para el correcto desarrollo de los animales.

Minerales.- Los minerales son nutrientes necesarios para mantener la salud en los animales y conservar su vida misma, ya que son parte constitutiva de un sinnúmero de partes del organismo por ejemplo, el calcio forma parte esencial del esqueleto, el fierro de la sangre, además constituyen parte esencial en la química corporal animal, siendo su carencia motivo de alteraciones en el desarrollo y vida del animal, por lo que siempre tendrán que ser tomados en cuenta para la elaboración de alimentos.

Agua.- El agua es el constituyente más abundante en todo organismo viviente, sus funciones son muy variadas dentro de la estructura animal, van desde la solubilización de vitaminas para su correcta absorción hasta la constitución de las fibras musculares y de órganos internos, además como vehículo en las reacciones internas del individuo.

En la composición alimenticia también entran en juego otros componentes como son los compuestos hormonales y los antibióticos los primeros están presentes en el correcto desarrollo físico de los animales, pero aún cuando pueden ser desarrollados por el individuo mismo deberán ser suministrados en caso de carencia en la ración alimenticia, en el segundo caso, estos elementos llamados antibióticos, actuarán como preventivo de infecciones en el individuo que aunque también posee sus mecanismos de defensa propios, su reforza-

miento con estos constituyentes redundará en un mayor beneficio del ganadero. Estos dos últimos constituyentes juegan un papel un tanto secundario si se comparan con los anteriores, ya que como se dijo estos dos últimos podrán ser suplidos por el animal mismo, mientras que los otros solo podrán ser proporcionados por la correcta formulación y suministro de todos ellos en la dieta, lo cual será beneficioso tanto para el animal como para su poseedor, que es al fin y al cabo a lo que se destina el conocimiento de las raciones alimenticias.

Hasta ahora se han visto de manera muy somera los grupos elementales de constitución de un alimento cualquiera, pero se conoce como es obvio que estos grupos se subdividen en especies definidas los cuales son conocidos como nutrientes, los cuales siempre deberán ser considerados en la formulación de raciones.

En la posterior exposición solo se detallan los doce aminoácidos esenciales, pero no se hace ninguna indicación sobre la amplia variedad de ácidos grasos ó diferentes azúcares y otros carbohidratos que se pueden aislar en los alimentos, ni la lista de vitaminas es tan completa como se debiera. Solo se pretende anotar aquellos nutrientes que serán de mayor importancia para el ganadero en la formulación de raciones satisfactorias para el correcto desarrollo de sus ganaderías.

<u>GRUPOS PRINCIPALES</u>	<u>SUBGRUPOS</u>	<u>GRUPOS DE NUTRIENTES</u>	<u>NUTRIENTES ESPECIFICOS</u>
NITROGENADOS	Proteicos	Aminoácidos	Lisina, triptófano, histidina, leucina, fenilalanina, isoleucina, treonina, metionina, valina, arginina, glicina,
	No Proteicos	Aminoácidos	Acido glutámico.
NO NITROGENADOS		Grasas Neutras	Fuentes no específicas de energía.
		Acidos Grasos	Linoléico, linolénico, araquidónico.
		Esteroles	Provitamina D.
	Hidratos de Carbono	Azúcares y Almidones	Fuentes no específicas de energía.
		Celulosa	Alimento esencial para parte de la microflora.
		Hemicelulosa	Como la celulosa.
	Otro	Lignina	No nutriente, impide la acción de las bacterias sobre la celulosa

<u>GRUPOS PRINCIPALES</u>	<u>SUBGRUPOS</u>	<u>GRUPOS DE NUTRIENTES</u>	<u>NUTRIENTES ESPECIFICOS</u>
VITAMINAS	Lipòsolu- bles	Vit.A Vit.D ₂ (org. vegetal) Vit.D ₃ (org. animal) Vit.E Vit.K	Caroteno Calciferol 7-dehidrocolesterol
	Hidrosolu- bles	Vit.Complejo B	Tiamina, riboflavina, niacina, piridoxina, á- cido pantoténico, Vita mina B ₁₂
ELEMENTOS INORGANICOS.		Frecuentemente requeridos co- mo suplementos	Calcio, fósforo, sodio, cloro, hierro
	Esenciales	Necesitados co mo suplementos en áreas geo-- graficas especí ficas.	Iodo, Cobalto
		Corrientemente abundantes en las dietas nor males.	Potasio, magnesio, man- ganeso, zinc, azufre, co bre.
	No Esencia- les	Tóxicos	Flúor, arsénico, selenio molibdeno.

MATERIAS PRIMAS:

Para la elaboración de los alimentos concentrados, es necesario tomar en consideración diversos aspectos esenciales para la correcta producción, entre ellos están:

- a) Que las materias primas esten disponibles todo el año
- b) El costo de las mismas
- c) Su calidad
- d) Su contenido en nutrientes

Ahora existen diversas perspectivas en el empleo de diversas materias primas para la elaboración de formulaciones para -- cada tipo de animales., a continuación se darán las más usuales en México.

Granos y Cereales:

- 1. Maíz amarillo
- 2. Sorgo grano
- 3. Avena grano
- 4. Acemite (mezcla de salvados de trigo)
- 5. Salvado de trigo
- 6. Granaza de trigo
- 7. Cebada grano
- 8. Cebada harina

Oleaginosas:

1. Harina de Soya
2. Tortas de soya (del molino de aceite)
3. Pasta de ajonjolí
4. Harinolina de algodón
5. Pasta de Cártamo
6. Pasta de Coco
7. Pasta de cacahuete
8. Pasta de tortas de semilla de lino

Varios:

1. Alfalfa
2. Urea
3. Melazas
4. Pasta de pescado
5. Desechos de carne
6. Suero de leche en polvo
7. Productos de desperdicios de destilerías
8. Levadura de cerveza

Proveedores de Calcio:

1. Carbonato de calcio en polvo
2. Caliza molida
3. Concha de ostion (harina)
4. Polvo de huesos

Otros Proveedores Minerales:

1. Roca fosfórica
2. Sal yodatada
3. Sulfato de manganeso

Otros Complementos:

1. Complemento de riboflavina
2. Esterol d-activado
3. Aceite alimenticio con vitamina A
4. Concentrado de vitaminas A y D

A. Granos y Cereales.

Maíz amarillo.- Es uno de los granos más apetecibles por su alto contenido de principios digestibles y energéticos, lo cual hace que su empleo en las raciones alimenticias sea de un 40%.

Por sus aportaciones en grasa y vitamina A, además de su bajo contenido de fibra, lo hace uno de los más apreciados para la elaboración de concentrados. Además que está disponible durante todo el año y su cultivo está extendido a toda la república.

Sorgo.- Cuando escasea el maíz amarillo, el contenido total de granos de una ración puede completarse con sorgo.

Avena.- La avena y sus subproductos siguen en importancia al maíz, pero su uso está restringido debido a su alto contenido

de fibra. Debiendose escoger para su uso la avena de cáscara delgada, ó los residuos de la fabricación de harinas.

Trigo y Subproductos.- Aventaja al maíz en su contenido proteínico, pero su uso está restringido por ser utilizado para la alimentación humana en grandes cantidades, teniendo así una gran demanda.

Los subproductos del trigo como lo son el salvado, acemite, el gérmen, harinillas y granaza, también son muy utilizados en la industria alimenticia, pero también son frecuentemente utilizados en la industria alimenticia pecuaria. El salvado de trigo se limita a un 25% de las raciones, ó menos de la ración total.

Cebada y Subproductos.- En ocasiones puede sustituir la cebada al maíz y al trigo, pero su valor alimenticio es menor, pero cuando se le incluye en la ración debe de ser finamente molida y complementarse con granos. La pulpa seca de desecho de la fabricación de cerveza es la más utilizada.

B. Oleaginosas.

Soya.- Su uso es el más frecuente en la formulación de raciones, debido a la riqueza de sus principios nutritivos, ya que tiene el mayor contenido proteico apreciable, es rico en grasas y pobre en fibra haciendola así óptima para la alimentación.

Como industrialmente se obtiene también el aceite, lo que se usa en la fabricación de alimentos es la llamada torta de soya y moliendola se obtiene la harina de soya.

Como en nuestro país la soya no es muy abundante, se sustituye con harinas de algodón y pasta de ajonjolí.

Harinolina de algodón.- Tiene un porcentaje menor de proteína que la soya, y es el producto residual en la fabricación de aceite de algodón.

Pasta de Ajonjolí.- Es el principal sustituto de la soya dentro de los alimentos proteínicos de origen vegetal. Su obtención es como residuo en la extracción de aceite de ajonjolí.

Otros.- Además de los productos anteriores, se pueden usar los listados, pero su uso está restringido a regiones específicas ó al aumento en costos por el transporte como el coco, el cacahuate, el lino, etc.

C. Varios.

Alfalfa.- Es el forraje más apreciado por su riqueza en los nutrientes, especialmente por su contenido en vitaminas A y K. Cuando se ha desecado y molido, su empleo es óptimo para la elaboración de raciones, se puede deshidratar tanto exponiéndola al sol y aire, como industrialmente con el empleo de deshidratadoras, y se consigue en casi todos los estados y durante casi todo el año.

Urea.- Es un compuesto de nitrógeno usado como fuente de proteína al transformar el nitrógeno en proteína los microorganismos del rumen animal.

Melaza.- Producto del procesamiento de la caña de azúcar, excelente fuente de proteína y de carbohidratos, disponible durante casi todo el año y tiene un valor del 80% en peso igual al del maíz.

Otros productos.- Como lo son la pasta de pescado, desechos de carne, los desechos de queserías, como lo es el suero de la leche y los productos de deshecho de destilerías, no son utilizados con tanta frecuencia debido a que no se les encuentra en todos los lugares, tienen un alto valor nutritivo sobre todo en la elaboración de alimentos para aves de corral, pero su uso quedará restringido a su facilidad de obtención.

D. Proveedores Minerales.

Entre los proveedores minerales, tenemos dos de gran importancia: los proveedores de fósforo y los de calcio. Entre los de calcio podemos encontrar el carbonato de calcio en polvo, la caliza molida entre los más comunes, entre otros podemos utilizar la concha de ostión molida y el polvo de huesos.

Entre los proveedores de fósforo que deben de ser compuestos de bajo contenido de fluor, elemento que en concentraciones altas constituye un veneno acumulativo en el organismo, encontramos más comúnmente a la roca fosfórica.

Otros Proveedores Minerales.- Tenemos a la sal yodada y al sulfato de manganeso, elementos necesarios en menor escala pero que su adición en las raciones es necesaria para el correcto desarrollo animal.

A continuación podremos dar algunas formulaciones recomendadas para el correcto desarrollo y producción de los animales.

RACIONES PARA GANADO MAYOR (Bovinos)

Formulación 1 para terneras de 2 a 4 meses de edad.

Harinolina de algodón 31 kg.

Salvado de Trigo 22 kg.

Sorgo en grano 47 kg.

Dosificación - 1 a 1 1/2 kg. al día.

Formulación 2 para edades de 4 a 12 meses.

Grano de sorgo 50 kg.

Harina de alfalfa 5 kg.

Harinolina de algodón 28 kg.

Melaza 5 kg.

Salvado de trigo 10 kg.

Sal y vitaminas 2 kg.

Dosificación - 1 1/2 a 2 kg. al día.

Formulación 3 para animales de 12 a 18 meses.

Harina de alfalfa	13 kg.
Grano de Sorgo	25 kg.
Grano de Cebada	23 kg.
Salvado de Trigo	10 kg.
Harinolina de Algodón	7 kg.
Pasta de Coco	10 kg.
Melaza	10 kg.
Sal y Vitaminas	2 kg.

Dosificación - 2 a 3 kg. al día.

Formulación 4 para animales en estado de gestación.

Harina de alfalfa	8 kg.
Grano de Sorgo	40 kg.
Grano de cebada	20 kg.
Harinolina de algodón	10 kg.
Salvado de Trigo	5 kg.
Pasta de coco	5 kg.
Pasta de cacahuete	5 kg.
Melaza	5 kg.
Sal, minerales y vitaminas	2 kg.

Dosificación - 3 a 4 kg. al día

Formulación 5 para animales en plena producción.

Melaza	10 kg.
Harinolina de algodón	12 kg.
Harina de alfalfa	8 kg.
Grano de sorgo	58 kg.
Salvado de trigo	10 kg.
Sal, minerales y vit.	2 kg.
Dosificación - de 4 a 5 kg. al día.	

Las anteriores formulaciones deberán ser complementadas con forrajes verdes y alfalfas secas para el correcto alimento de las ganaderías.

Existen otras formulaciones las cuales involucran otros materiales de no tan fácil obtención pero que para la elaboración industrial conviene aplicarlas por sus altos rendimientos y además por que pueden ser suministrados a casi la totalidad de ganaderías mayores, esta son:

Formulación 6 para ganado mayor.

Maíz amarillo molido	182 kg.
Salvado de trigo	136 kg.
Avena triturada	182 kg.
Aceite de linaza	64 kg.
Pasta de Soya (del molino de aceite)	132 kg.

Alfalfa deshidratada	64 kg.
Melaza	45 kg.
Suero de leche en polvo	45 kg.
Productos de desperdicios de destilerías secos y en grano	45 kg.
Levadura	1 kg.
Polvo de huesos	5 kg.
Caliza molida	5 kg.
Sal yodada	5 kg.
Roca fosfórica	5 kg.

Dosificación - de 4 a 5 kg. al día.

Formulación 7 para aves de corral.

Maíz amarillo molido	420 kg.
Mezcla de salvado de trigo	136 kg.
Avena triturada	45 kg.
Alfalfa deshidratada	45 kg.
Pasta de soya	136 kg.
Pasta de pescado	23 kg.
Desechos de carne	45 kg.
Suero de leche en polvo	27 kg.
Complemento de riboflavina	14.8 kg.
Caliza molida	14 kg.
Polvo de huesos	36.0 kg.

Sal yodatada	2.5 kg.
Esterol animal D-activado	0.5 kg.
Sulfato de manganeso	0.2 kg.

Existen un sinnúmero de formulaciones balanceadas de acuerdo con las necesidades y facilidades regionales de cada individuo, las cuales se podrán elaborar con mayor ó menor dificultad, ejemplificando aquí solo algunas de ellas.

Proceso y Maquinaria:

Es el procesamiento de los alimentos balanceados para ganado, existen diversos diseños de plantas, los cuales van de lo más sencillo a lo más complicado, ya que en algunos casos la mano de obra es el factor primario de producción, mientras que en otras todas las operaciones se llevan a cabo de manera automatizada, lo que da como resultado un volumen mayor de producto, pero todo lo anterior varía de acuerdo con las necesidades de cada persona ó compañía. Aquí daremos ejemplos de producción semiautomatizada que a juzgar es de mayor efectividad y economía.

Para lograr una formulación adecuada a los requerimientos de cada alimento es necesario conocer primeramente los valores nutritivos de cada materia prima, se tomarán en cuenta los costos de está, así como lo de la mano de obra y la localización deberá ser seleccionada de acuerdo a diversos factores como lo son los abas-

tecimientos de materia prima, luz, agua, energéticos y además de la facilidad de acceso y distribución de los productos elaborados.

En el caso de que la fabricación no sea uniforme ó sea que no se produzca unicamente un solo tipo de producto, la maquinaria deberá estar localizada de tal forma que la mayor parte del tiempo, lleve a cabo una sola operación con un solo producto.

Las especificaciones del alimento en cuanto a forma, varían de acuerdo al empleo que se les vaya a dar, pero sus ventajas los comprimidos son los más usados, debido a que: El desperdicio es mínimo, ya que no existen derramamientos ni se pierden tan fácilmente como los alimentos secos ó sueltos, no queriendo decir con esto que las harinas ó polvos, no se puedan producir, sino que sí se pueden producir si los requerimientos lo obligan a dotar de esa forma al producto, pero se consideran los comprimidos, una forma optima de producción. Además el alimento en cada uno de los comprimidos, contiene todos los elementos nutritivos necesarios, lograndose así un alimento bastante equilibrado en cada una de sus partes.

El proceso para la elaboración de los comprimidos alimenticios, es básicamente el de pesar y mezclar. O sea que se divide en pesar las materias primas que de acuerdo a la formu-

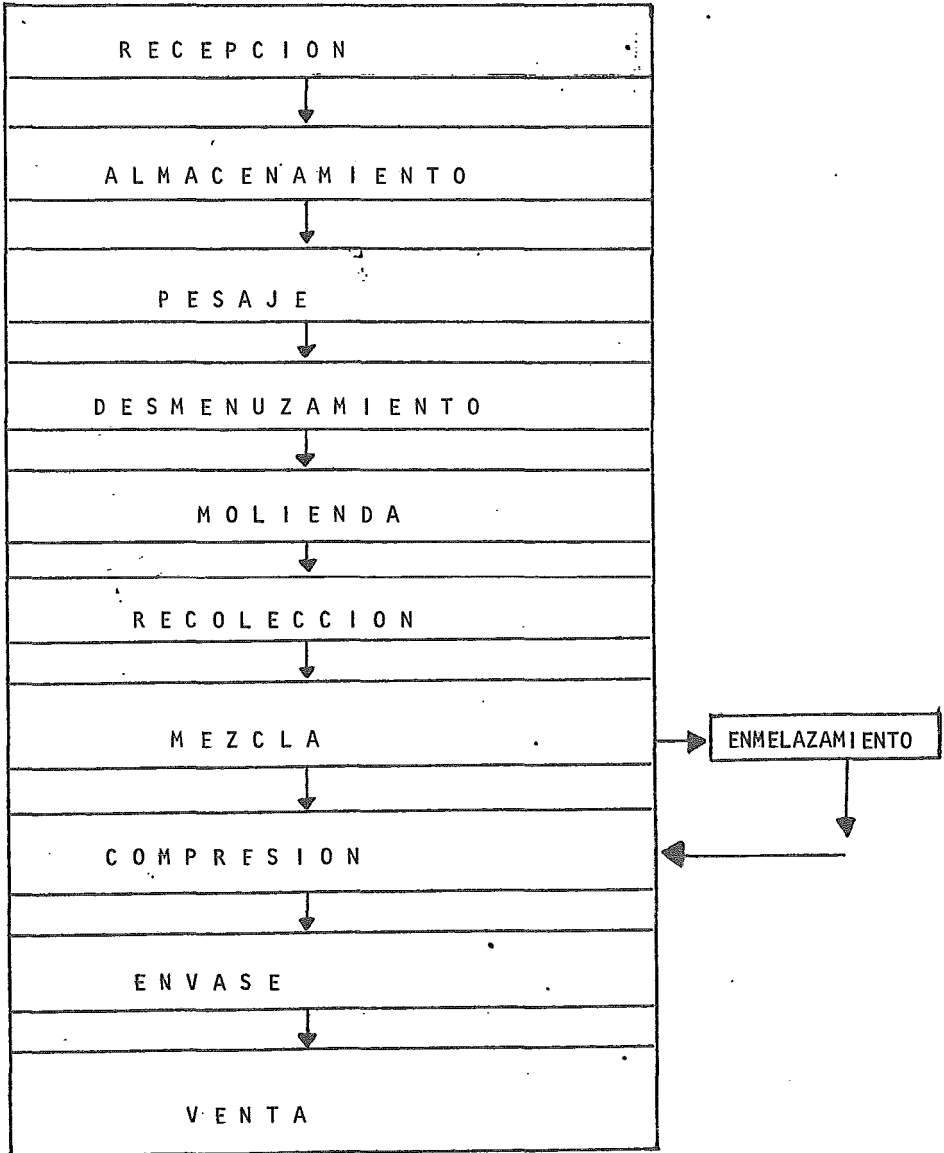
lación debe de llevar cada carga de alimento y posteriormente mezclarlos. Esta última operación, debe de llevarse a cabo con el mayor de los cuidados, debido a que como todos los componentes del alimento tienen diferentes valores nutricionales de acuerdo con el control analítico previo a la selección de la formulación y materia prima, y si por alguna causa el mezclado no fuese uniforme, una porción de los animales alimentados con la formulación estaría recibiendo una cantidad mayor de nutrientes que la mayoría creandose así un desbalance nutricional, lo que ocasionaría pérdidas al cliente.

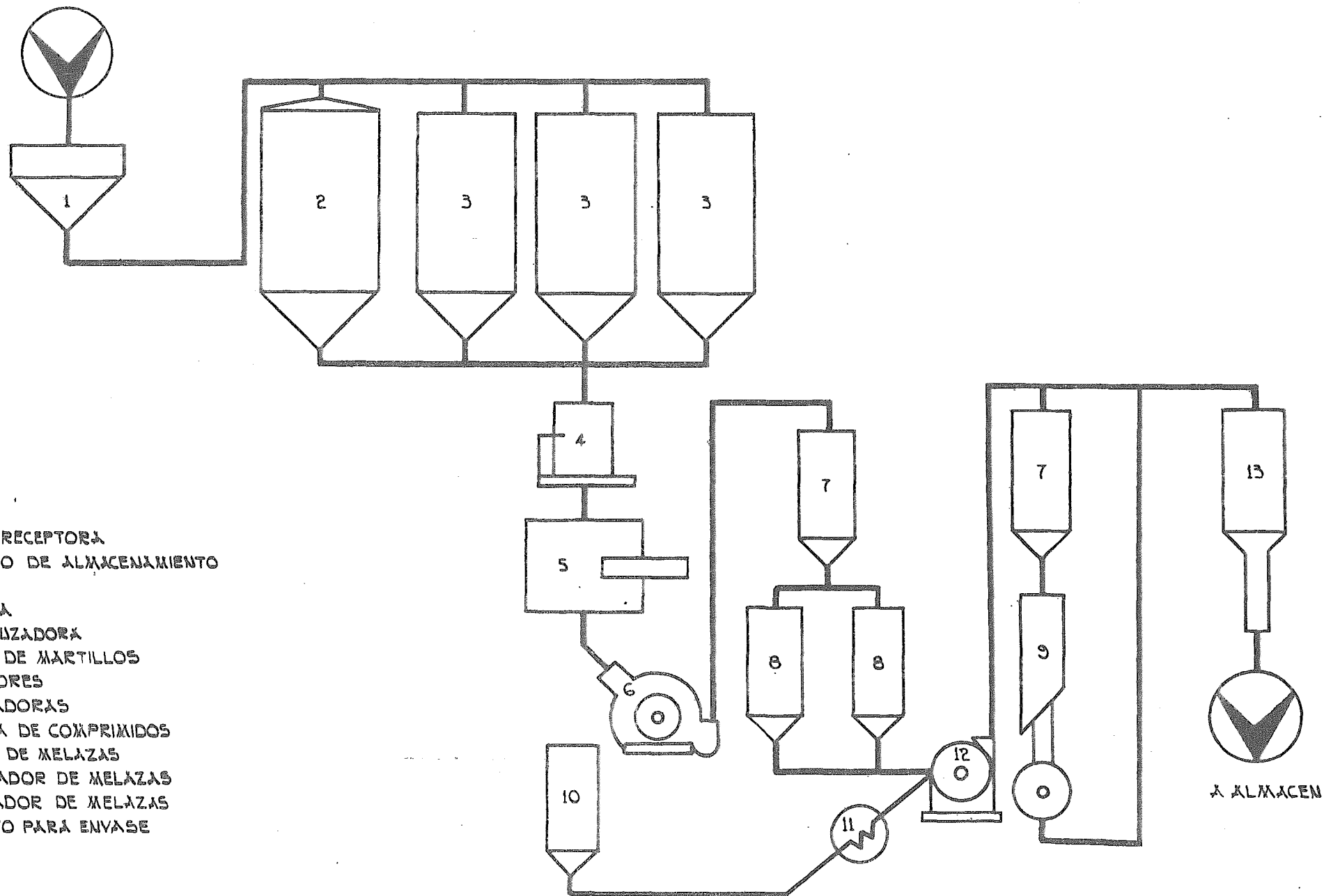
Es necesario recalcar un adecuado control químico previo al proceso, debido a que si no se logra conocer el contenido aliméntico de cada materia prima no nos podríamos apegar con realidad a la formulación. Asimismo un adecuado control a la salida del proceso nos dará la información del producto terminado, pudiendose así evitar las anteriormente expuestas anomalías en crecimiento y producción de los animales.

La circulación de los materiales por la fabrica, viene - descrita en la figura 1. Los materiales de gran volumen son recibidos en una tolva receptora y transportados mediante un transportador a un depósito de almacenamiento, mientras que los materiales poco voluminosos son guardados en silos especiales colocados directamente arriba de la báscula.

Todos los anteriores se vuelcan directamente a la báscula de donde pasan a una desmenuzadora ó a un molino de martillos ó a ambos. El material ya desmenuzado y molido es almacenado en un colector para darle continuidad al proceso, de aquí se pasa a las mezcladoras donde se mezclará lo más uniformemente posible. Una vez salida la mezcla, se le puede encostar en forma de harina ó bien colocarla en la máquina de confección de comprimidos para continuar el proceso, ó bien si la formulación lo requiere, se añade melaza precalentada llevando se a cabo la operación en una mezcladora de melazas. Posteriormente se recolecta la mezcla en un tanque colector, el cual alimenta a la máquina confeccionadora de comprimidos, de donde sale el alimento listo para el envase y venta.

Lo anterior se puede ejemplificar mediante el siguiente diagrama de bloques.

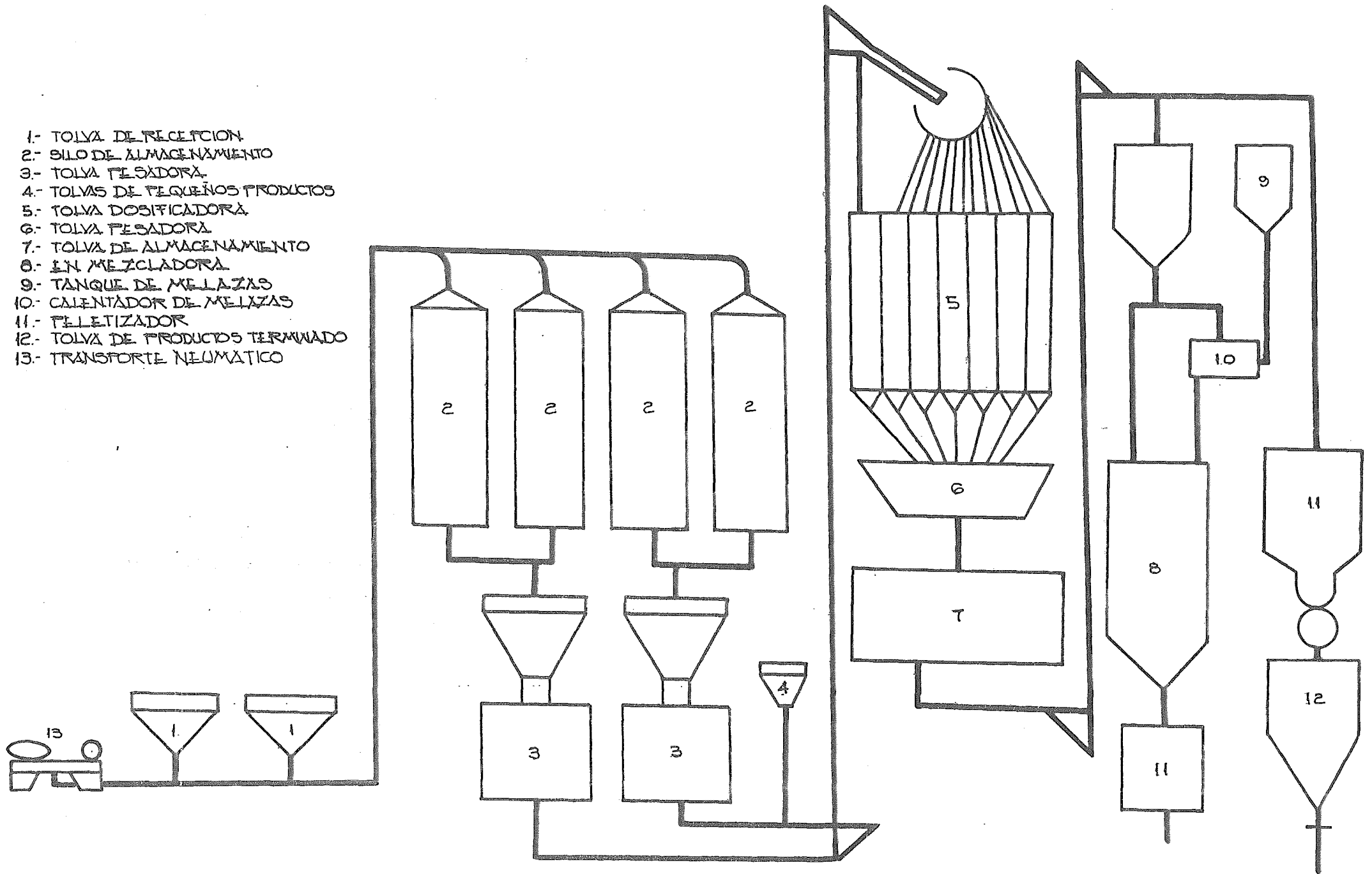




- 1-TOLVA RECEPTORA
- 2-DEPOSITO DE ALMACENAMIENTO
- 3-SILOS
- 4-BASCULA
- 5-DESMENIZADORA
- 6-MOLINO DE MARTILLOS
- 7-COLECTORES
- 8-MEZCLADORAS
- 9-MAQUNA DE COMPRIMIDOS
- 10-TANQUE DE MELAZAS
- 11-CALENTADOR DE MELAZAS
- 12-MEZCLADOR DE MELAZAS
- 13-DEPOSITO PARA ENVASE

A ALMACEN

- 1- TOLVA DE RECEPCION
- 2- SILO DE ALMACENAMIENTO
- 3- TOLVA PESADORA
- 4- TOLVAS DE PEQUEÑOS PRODUCTOS
- 5- TOLVA DOSIFICADORA
- 6- TOLVA PESADORA
- 7- TOLVA DE ALMACENAMIENTO
- 8- EN MEZCLADORA
- 9- TANQUE DE MELAZAS
- 10- CALENTADOR DE MELAZAS
- 11- PELETIZADOR
- 12- TOLVA DE PRODUCTOS TERMINADO
- 13- TRANSPORTE NEUMATICO



TECNICAS DE ANALISIS Y CONTROL QUIMICO PARA LA PRODUCCION
DE ALIMENTOS BALANCEADOS PARA GANADO
DETERMINACION DE HUMEDAD

La gran mayoría de los productos agrícolas y sus derivados están constituidos por compuestos que pueden sufrir transformaciones durante la determinación de humedad como la pérdida de agua de cristalización de algunos azúcares, la formación de compuestos derivados de los grupos amínicos - de las proteínas y los grupos aldehídicos de los monosacáridos con pérdida de una molécula de agua por unión, la formación de compuestos de oxidación sobre todo en materias grasas y sus derivados, la formación de complejos fisicoquímicos en los cuales el agua queda retenida con una fuerza tal que no es posible eliminarla sin destruir la materia a la que se encuentra adherida, la eliminación de compuestos volátiles como ácidos grasos de bajo peso molecular y otros más; y esto hace que la aplicación de cualquier técnica tendiente a determinar el contenido de humedad, debe ir precedida de un estudio previo.

Son frecuentes los trabajos reportados por las revistas científicas en los cuales se realiza una evaluación de las diferencias existentes entre las diversas técnicas y otros más para evaluar la exactitud de los aparatos utilizados.

Este último es un aspecto de suma importancia ya que independientemente de la exactitud del método, un aparato

mal calibrado o mal construído, puede conducir a errores --
cuantificación muy grandes.

En nuestro país, el problema de utilización de técni
cas específicas para los diferentes materiales, es más crí-
tico que en otras naciones científicamente más evolucionaa--
das y esta deficiencia es parcialmente suplida con la utili-
zación de métodos que oficialmente son aceptados por socie-
dades de químicos-analistas o laboratorios gubernamentales
de otros países.

Aunque casi siempre las técnicas descritas por estas
asociaciones pueden utilizarse para determinaciones de labo-
ratorio, la mayoría no pueden utilizarse en procesos indus-
triales en los cuales el manejo de grandes volúmenes de pro-
ductos las hacen inoperantes.

El tiempo y costo para realizar una determinación de
humedad, es un factor considerado como muy importante den-
tro de la industria y el comercio ya que almacenamiento y -
falta de fluidez de los productos queda representado con un
aumento en el costo de operación. La necesidad de acortar -
el tiempo por determinación de humedad, dió origen a una se-
rie de aparatos de funcionamiento diverso, en los que se ob-
tienen resultados que pueden ser comparados con los obteni-
dos por los métodos utilizados en el laboratorio; entre los

que mayor difusión han alcanzado se encuentran las balanzas de humedad y los medidores eléctricos de humedad. Para obtener resultados comparables a los obtenidos con las técnicas de laboratorio, es necesario estarlos calibrando periódicamente; y la falta de este requisito conduce a errores - tan grandes que la determinación de humedad no tiene ninguna validez.

En forma condensada podemos clasificar las técnicas existentes para determinar humedad desde dos puntos de vista :

- 1.- Técnicas analíticas cuya principal finalidad es en forma cuantitativa la cantidad de agua existente.

- 2.- Técnicas comparativas cuya principal finalidad es saber de una manera aproximada la cantidad de agua.

Las técnicas analíticas pueden clasificarse como:

- a). Gravimétricas.

- b). Volumétricas.

En los métodos gravimétricos la muestra se somete -

a calentamiento, midiendo la pérdida de peso experimentado por la muestra, considerando que ésta pérdida de peso es debida a la evaporación del agua.

Esta consideración es relativa, debido a que casi siempre se evaporan algunos compuestos volátiles que no son agua.

Estos métodos se pueden agrupar:

- c). Horno con vacío y calentamiento a base de resistencias eléctricas. Ejemplo: Horno de Bruyn y otras marcas.

- b). Horno con corriente de aire y calentamiento a base de resistencias eléctricas. Ejemplo: Horno Thelco y otras marca.

- c). Horno sin corriente de aire y calentamiento a base de resistencias eléctricas o por medio de agua destilada a ebullición con cámara de agua. Ejemplo: Horno descrito por Carter-Simon y otras marcas.

En los métodos volumétricos el agua contenida en la muestra problema, se valora directamente, ya sea por medi-

ción volumétrica de ella en un recipiente graduado o por la utilización de reactivos.

Estos métodos se pueden agrupar:

- a). Destilación directa con aceites minerales (pesados) no destilables, como el método de Brown-Duvel para granos.
- b). Destilación con disolventes orgánicos no miscibles con el agua, como el tolueno y el xileno, como la técnica descrita por Bidwell y Sterling.
- c). Valoración directa con reactivos como la técnica descrita por Karl Fischer.

Las técnicas comparativas pueden agruparse de la manera siguiente:

- a). Balanzas de humedad operadas sin corriente de aire en las que el calentamiento es a base de rayos infrarrojos, como la balanza "Cenco" y en las que el calentamiento es a base de resistencias eléctricas como las de Fischer.
- b). Balanzas de humedad operadas con resistencias pa

ra el calendario y con corriente de aire como la de "Brabender".

- c) Utilización de medidores eléctricos, cuyo fundamento está en la variación de las características eléctricas de los materiales (sobre todo granos) a diversos contenidos de humedad.

' PARTE PRACTICA

Previo estudio de su material, determine el porcentaje de humedad, utilizando la técnica apropiada descrita por el A.O.A.C. (Association of Official Agricultural Chemist) ó A.A.C.C. (American Association of Cereal Chemist).

Algunas de las técnicas más comunes para determinar humedad son descritas a continuación:

METODO 22.003. A.O.A.C. Horno-vacío 95=100°C (para granos y alimentos diversos).

Secar cuantitativamente una muestra representativa de aproximadamente 2 gramos de material (molido para pesar una malla de orificios redondos de 1mm. de diámetro) hasta peso constante a una temperatura de --- 95-100°C y a una presión no mayor de 100mm. de Hg. - (aproximadamente 5 horas). Usense cajas de aluminio - con sus respectivas tapas con un diámetro no menor de 50mm. y una profundidad no mayor de 40mm.

Reportar la pérdida de peso experimentado por el material como humedad.

METODO 44-50 A.A.C.C. volumétrico de Bidwell y - Sterlig por destilación con tolueno.

Tal como fuera ideado por el laboratorio de la Administración de Alimentos de los Estados Unidos, este método fué aplicado a una gran variedad de productos, entre ellos melazas, miel, jarabe karo, mermelada, fruta desecada, harina mantequilla, y leche en polvo; pero tal como se usa - en la actualidad se le incluye en la parte destinada a los granos y a los alimentos concentrados.

APARATO. Equipo de destilación (fig. 1) constituido por matraz de destilación (D) en forma de Erlenmeyer; - una trampa de agua o tubo colector de destilación (T) provisto de un tubo estrecho, graduado de manera que permite hacer lecturas de 0.01 ml; y condensador a reflujo (R) acoplado al tubo descrito anteriormente.

Limpíese el tubo y el condensador con mezcla oxidante, ejuáguese bien con agua y etanol, y deséquese perfectamente con ayuda del calor.

PROCEDIMIENTO. Destilación.- Cúbrase con arena seca el fondo del matrás de destilación, y añádanse 75 cc. de tolueno, o la cantidad suficiente para cubrir la muestra incorpórese luego una cantidad de muestra que produzca de 2a 5 ml. de agua, y conéctense las partes que constituyen el aparato.

Lléñese la trampa con tolueno vertido por el tubo del condensador, caliéntese hasta ebullición, y destílese a la velocidad de 2 gotas por segundo, hasta que haya pasado la mayor parte del agua; luego aumentese la velocidad a 4 gotas por segundo.

Cuando parezca que la destilación es completa, lleve se el tubo del condensador, vertiendo tolueno por su parte superior, y continúese calentando durante un tiempo breve.

Si destilaramás agua, repítase el lavado.

Las gotas de humedad que pudieran parecer en el tubo del condensador se desprenden con un tubo pincel delicado, saturado con tolueno; enjuágese enseguida con tolueno.

LECTURA. Déjese enfriar hasta la temperatura a la cual haya sido calibrado el aparato, háganse bajar las gotas adheridas a las paredes con una varilla larga de metal o de vidrio, en cuya extremidad se haya fijado un trocito de tubo de goma, y léase el volúmen.

CALCULO. Para calcular el porcentaje de agua, multiplíquese por 100 el volumen del agua y divídase por el peso de la muestra.

METODO 44-15 A.A.C.C. Horno-corriente de aire (para harina y semolina).

APARATOS. 1.- Cajas de aluminio de aproximadamente - 55 mm. de diámetro y 15 mm. de profundidad, provistas de - sus respectivas tapas.

2.- Desecador de vidrio conteniendo CaO como deshidratante.

3.- Horno con ventilación abierta y capaz mantener una temperatura aproximada de 130°C ($\pm 3^{\circ}$).

PROCEDIMIENTO.

1.- Pesar con exactitud aproximadamente 2 gramos de la muestra bien mezclada en una caja de aluminio que previamente ha sido desecada a 130°C ($\pm 3^{\circ}$) enfriada en un desecador y pesada a temperatura ambiente.

2.- Colocar la tapa y la caja destapada en un horno a 130°C ($\pm 3^{\circ}$) durante una hora. Tapar la caja dentro del horno y transferirla al desecador. Pesar cuando la caja se encuentra a temperatura ambiente.

3.- Reportar el residuo harinoso como sólidos tótales y la pérdida de peso como humedad.

METODO 44-17 A.A.C.C. Horno-corriente de aire. Dos-etapas. (para trigo y otros granos).

PROCEDIMIENTO.

Una etapa.

Para muestras que contengan menos del 13% de humedad, determinar la humedad directamente por el método 44-15 o el método 44-40 del A.A.C.C.

Dos etapas.

Para muestras que contienen más del 13% de humedad - la pérdida de humedad debida a la molienda puede ser excesiva por lo que deberá seguirse el procedimiento de dos etapas.

1.- Llenar las cajas de aluminio para determinar humedad, que previamente han sido tapadas (con sus respectivas tapas) con granos húmedos o las semillas a las que se les va a determinar su contenido de humedad y pesarlas para conocer el peso de la muestra. Anotar el peso exacto del material -

húmedo.

- 2.- Poner las cajas metálicas (destapadas) con su contenido en un lugar caliente y bien ventilado (de preferencia sobre la parte superior del horno caliente) y protegerlas del polvo; de ésta manera el grano se secará razonablemente rápido y alcanzará las condiciones de secado al aire en un tiempo de 14 a 16 horas. En todos los casos, el contenido de humedad de la muestra deberá ser reducido al 13% o menos, en ésta primera etapa.
- 3.- Pesar las cajas y su contenido y calcular el porcentaje de humedad pérdida por secado al aire.
- 4.- Moler la muestra utilizando una malla de orificios redondos de 1 mm. de diámetro y determinar su contenido de humedad siguiendo los pasos descritos en el método 44-15.

CALCULOS.

Calcular el porcentaje total de humedad (T.M.) de la muestra original como sigue:

$$\text{T.M.} = \frac{A + (100-A) B}{100}$$

en donde:

T.M. = Porcentaje total de humedad.

A. = Porcentaje de humedad pérdida por secado al
aire.

B. = Porcentaje de humedad en la muestra secada al
aire y determinada por secado en el horno.

MATERIAL UTILIZADO:

- a). Horno-vacío
- b). Bomba de vacío capaz de producir menos de 100mm.
Hg. de presión.
- c). Horno-corriente de aire.
- d). Cajas de aluminio de 55 mm. de diámetro y 15mm.
de profundidad.
- e). Balanza analítica con precisión de 0.0001 g.
- f). Desecado provisto de CaO anhidro.
- g). Aparato descrito por Bidwuell y Sterling.
- h). Mechero bunsen.
- i). Rejilla metálica.
- j). Anillo metálico.
- k). Soporte universal.
- l). Refrigerante de Liebig de 40 cm. de largo.
- m). Balanza granataria con sensibilidad de 0.01 g.

REACTIVOS:

- a). Tolueno.
- b). Xileno.
- c). Benceno.

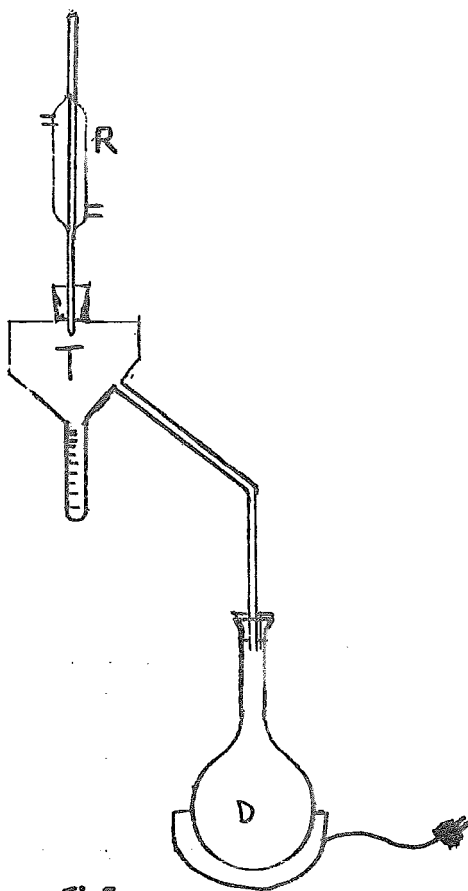


Fig I

INTRODUCCION.

DETERMINACION DE CENIZAS

Es de importancia la determinación de las cenizas en una muestra, debido a que representan las sustancias minerales que se encuentran en ella.

El porcentaje de cenizas existente en un alimento, puede ser un indicio de una posible adulteración o falsificación del mismo.

Así tenemos por ejemplo, que el porcentaje de cenizas existente en una harina, es un índice del grado de la molienda, es decir, de la perfección con que se ha eliminado el germen del endospermo y el salvado.

NOMBRE DE LA TECNICA:

METODO POR INCINERACION UNICA.

SINTESIS DE LA TECNICA.

El método está basado en la pérdida de peso que sufre la muestra, al ser sometida a una calcinación con altas temperaturas (600 a 700° C).

La materia orgánica es destruída y eliminada en forma de CO_2 , H_2O y algunas otras sustancias volátiles; quedando como residuo, los elementos Ca. etc., principalmente elementos minerales que constituyen las cenizas, tales como Na, K, Ca en forma de óxidos

PROCEDIMIENTO.

Quémense 2g. de muestra desecada al aire, o una cantidad de muestra húmeda que contenga aproximadamente 2g. de substancia seca, en un crisol o cápsula, que se encuentre a peso constante.

Para la incineración se empleará una cápsula plana - de platino, de cuarzo o de porcelana (se dará preferencia - material que sea apropiado), que se calentará por debajo del rojo por medio de un mechero Bunsen.

Cuando la muestra ha quedado reducida a cenizas casi blancas, se introduce la cápsula en una mufla a una temperatura de 600 a 700°C (dependiendo del tipo de muestra), hasta que la substancia se transformado completamente en cenizas blancas o gris.

Se calcula la pérdida de peso y se refiere a porcentaje.

Las substancias que contengan azúcares o almidón, -- que prácticamente no producen cenizas, pueden emplearse en cantidades mayores que la indicada para hacer la determinación.

Material utilizado.

- a). Soporte Universal.
- b). Anillo metálico
- c). Triángulo de porcelana.
- d). Mechero Bunsen.
- e). Cápsula de porcelana.
- f). Pinzas para crisol.
- g). Mufla.

NOMBRE DE LA TECNICA.

ALCALINIDAD DE LAS CENIZAS SOLUBRES EN AGUA.

SINTESIS DE LA TECNICA.

La determinación de la alcalinidad de las cenizas solubles en agua, nos dará un indicio del contenido de la muestra en metales alcalinos tales como Na, y K, solubles en el agua y cuyo requerimiento del organismo animal tan importante.

PROCEDIMIENTO.

A las cenizas totales, se les añade agua destilada (10 a 20 cc.) y se calienta hasta ebullición; se filtran recibiendo el filtrado en un matrás Erlenmeyer de 125 cc.

El filtrado se titula con una solución valorada de HCl. 0. IN utilizando anaranjado de metilo al 1% como indi

cador.

El resultado se reporta como el número de Mililitros de HCl 0.1N necesarios para neutralizar un gramo de cenizas.

La alcalinidad excesiva de las cenizas, puede ser - una prueba que indique la adulteración de un producto.

MATERIAL UTILIZADO.

- a). Embudo de filtración cuantitativa.
- b). Papel filtro.
- c). Matríz Erlenmeyer de 125 cc.
- d). Bureta.
- e). Agitador de vidrio.

ALCALINIDAD DE LAS CENIZAS INSOLUBLES EN AGUA.

SINTESIS DE LA TECNICA.

La importancia de esta determinación, estriba en la idea que nos proporciona, de la cantidad de elementos alcalinos solubles en ácido clorhídrico, tales como Ca y el Ba.

La cantidad existente de Calcio en una muestra, es importante, pues es uno de los elementos requeridos por el organismo animal, para su estructuración y regulación del tono muscular.

Una alcalinidad excesiva de las cenizas insolubles en agua, puede ser un indicio de la adulteración de algún alimento, como un medio de aumentar su peso, y por lo tanto defraudar el comprador.

PROCEDIMIENTO.

Al residuo que quedó después de la determinación de alcalinidad de las cenizas solubles en agua, se le añade -- 15cc. de HCl 0.1N en una cápsula de porcelana, se tapa la cápsula con un vidrio de reloj y se le somete a calentamiento hasta ebullición.

Se deja enfriar y se titula con una solución de NaOH 0.1 N utilizando anaranjado de metilo como indicador.

Los ml. necesarios para neutralizar la alcalinidad de las cenizas insolubles en agua, se sacan por diferencia entre los cc. de HCl 0. IN necesarios para neutralizar un gramo de cenizas.

MATERIAL UTILIZADO.

- a). Cápsula de porcelana.
- b). Mechero Bunsen.
- c). Vidrio de reloj.
- d). Bureta.

REACTIVOS.

- a). HCl 0. IN
- b). NaOH 0. IN.
- c). Anaranjado de metilo, 1%.

CENIZAS INSOLUBLES EN ACIDOS.

NOMBRE DE LA TECNICA.

La técnica se basa en la eliminación de todos los óxidos solubles en ácidos, como los de Fe, Ca, Na, K, P, etc, para dejar solamente como residuo la parte que no lo es.

La principal substancia que forma el residuo la -- de las cenizas insolubles en ácido, es el SiO_2 , el cual - es pesado y determinando.

PROCEDIMIENTO.

Calcular en un crisol ó cápsula de porcelana a peso constante, de 2 a 3g. de muestra seca, hasta la obtención de cenizas totales.

Agregar 25cc. de HCl 20% cuidadosamente, para evitar la proyección de las cenizas.

Tapar la cápsula con un vidrio de reloj y calentar ---- hasta ebullición por unos cinco minutos.

Filtrar el residuo en un papel de cenizas conocidas -- lavar perfectamente el precipitado con agua caliente, has

ta que desaparezca la reacción ácida.

Calcinar el papel conteniendo el residuo.

Enfriar en desecador y pesar.

El peso nos dará la cantidad de cenizas insolubles -
en ácido.

Referirlo a por ciento, para lo cual es necesario saber de qué cantidad de cenizas se partió.

MATERIAL UTILIZADO.

- a). Cápsula de porcelana.
- b). Mechero Bunsen.
- c). Papel filtro de cenizas conocidas.
- b). Vidrio de reloj.
- e). Mufla.

REACTIVOS.

HCl 20%

EXTRACCION CUANTITATIVA CON DISOLVENTES.

INTRODUCCION.

La extracción es un procedimiento que nos permite la obtención de ciertos principios o sustancias por medio de una separación por arrastre con disolventes, o una mezcla de disolventes.

La extracción puede ser a partir de sustancias sólidas o a partir de sustancias líquidas por lo que, dependiendo del caso, es menester utilizar cierto tipo de aparatos diseñados para tal objeto.

Dentro de los extractores para sustancias sólidas, uno muy conocido y que será el que nosotros empleemos para nuestras determinaciones, es el extractor de Sexhlet, reconocido por la fineza de su trabajo, con el único inconveniente de que necesita grandes cantidades del disolvente.

Otro extractor de importancia es el de Johnson, que tiene la ventaja de utilizar pequeñas cantidades de disolvente; pero también tiene el inconveniente de que sólo extrae pequeñas cantidades de muestra.

Cuando se quiere hacer extracciones al vacío, es de-

cir cuando se requiere que la muestra no sufra ningún calentamiento, se usa el aparato de Mann.

Cuando las muestras son líquidas, se emplea para la extracción, los aparatos de Palkins, utilizando el modelo adecuado, dependiendo de que la muestra sea más densa.

NOMBRE DE LA TECNICA.

EXTRACTO ETereo.

SINTESIS DE LA TECNICA.

La técnica está basada en el poder disolvente que tiene el éter etílico, para las sustancias grasas, como aceites, ceras, algunos alcoholes superiores, aceites esenciales, fosfolípidos, etc.

La muestra completamente seca, es sometida a una continua extracción con éter etílico, quedando completamente libre de sustancias solubles en este disolvente.

APARATO.

El aparato consta: lo. de un matrás en el cual se deposita el disolvente y el cual sufre un calentamiento que es el causante de la evaporación del disolvente.

2o. El extractor, que se encuentra provisto de un -

sifón que regresa el disolvente condensado, al matrás, para su nueva evaporación y por último.

3o. Un refrigerante a base de agua, que permite la condensación de los vapores del disolvente.

PROCEDIMIENTO.

Para la determinación del Extracto etéreo o grasa, también se le llama, de una muestra que se esta analizando se procede de la siguiente manera:

Poner en un cartucho de papel filtro, una cantidad pesada exactamente de la muestra completamente seca (de 3a 10 g.).

Agregar el disolvente adecuado a la extracción necesaria, de tal manera, que sea suficiente cantidad para la extracción completa y el sifoneo.

El solvente generalmente utilizado es el éter etílico, sin embargo, también se puede utilizar el éter de petróleo, que tiene la ventaja de ser más barato que el anterior, acetona, disulfuro de carbono, alcohol etílico, etc., teniendo que reportar el tipo de disolvente utilizado cuando no se hace un éter etílico.

Calentar el matrás por medio de un foco de 40 watts hasta completar la extracción.

Nunca deberá usarse llama directa para el calentamiento, pues los solventes orgánicos son altamente inflamables.

El tiempo de extracción es muy variable y puede ir desde 3 horas en los materiales pobres en grasas, hasta 24 o más en los alimentos ricos en grasas.

Una vez terminada la extracción, se desconecta el matrás y se evapora el solvente orgánico en baño maría, para evitar su inflamación.

Cuando ya no existe olor del solvente, se introduce en una estufa (a 80 - 100°C) y se termina de secar completamente haciendo las pesadas necesarias hasta que se encuentre a peso constante.

Por diferencia se saca el peso de la grasa extraída referirlo a por ciento.

El residuo de la muestra que ha quedado en el cartucho, se guarda para determinarlo posteriormente, la cantidad de fibra cruda existente en ella.

MATERIAL UTILIZADO.

a). Extractor Sexhlet.

b). Cartuchos de papel filtro.

REACTIVOS.

a). Eter etílico.

DETERMINACION CUANTITATIVA DE FIBRA CRUDA.

INTRODUCCION.

La fibra cruda está constituida por una mezcla de - substancias tales como la celulosa, lignina y pentosas, con juntamente con arena, sílice y otras substancias minerales encerradas en los tejidos y también por un poco de material nitrogenada.

La importancia de la determinación de la fibra cruda, estriba en el conocimiento que nos imparte de la cantidad de material no digerible por la mayoría de los organismos animales, sólo unas cuantas especies, principalmente - los rumiantes, son capaces de digerir la celulosa.

La fibra cruda es un factor principal en la formación de los desechos alimenticios; y un buen alimento, debe contener cierta cantidad de fibra cruda.

Un elevado porcentaje de fibra cruda, puede determinar un bajo valor alimenticio.

Como la fibra es el material que constituye las paredes celulares, no hay parte de un vegetal que se encuentre exenta de ella.

Las cantidades presentes oscilan desde menos del 1% en algunos frutos jugosos y verduras, hasta más del 30% en la canela.

El contenido de fibra en los granos de cereales descortados raramente sobrepasa del 3%. mientras que en el salvado de trigo llega al 11%.

En la harina blanca la cantidad presente puede ser tan baja como el 0.06%.

Las fibras de la carne y otras sustancias orgánicas fibrosas, son de naturaleza protéica, y no pueden considerarse fibras en el sentido que aquí se aplica.

NOMBRE DE LA TECNICA.

DETERMINACION DE FIBRA CRUDA.

SINTESIS DE LA TECNICA.

La técnica para la determinación, se basa en la eliminación de los demás componentes digeribles, por medio de una digestión, ácida, en la cual se eliminan los carbohidratos digeribles, grasas y sus derivados, quedando solamente como residuo la parte que no es digerible; es decir los com

ponentes que forman la fibra cruda.

La fibra así obtenida se pesa y se refiere a porciento to.

PROCEDIMIENTO.

Extraíganse 2 g. de material seco con éter etílico - (ó usese el residuo procedente de la determinación de extrato etéreo y pásese el residuo a un vaso de precipitados de 600 ml, especial para este tipo de determinación.

Añádanse 200 ml. de solución de H_2SO_4 1.25% a ebullición, conéctese inmediatamente el vaso de precipitados, al condensador que posee el aparato para la determinación de fibra cruda y regular el calentamiento de las planchas, de tal manera que la solución que contiene el vaso, empieza a hervir en el primer minuto siguiente.

Continúese la ebullición vigorosamente por 30 minutos exáctamente.

Hagase girar el vaso cada 5 minutos aproximadamente a fin de que le contenido se mezcle totalmente.

~~Téngase cuidado de que no quede material adherido~~

en las paredes del vaso y fuera del contacto de la solución (Si es necesario, pásese una corriente de aire por la parte superior del vaso para evitar la formación excesiva de espuma).

A los 30 minutos exactamente desconectese el vaso, - filtrese inmediatamente a través de tela de lino en un embudo estriado y lavese con agua a ebullición hasta que los lavados no tengan reacción ácida.

Hiérvase una cantidad de NaOH 1.25% y consérvese a esta temperatura a reflujo hasta que sea usada.

El residuo lavado pásese a un vaso de precipitados de 600 ml, con 200 ml. de NaOH 1.25% a ebullición usando un frasco lavador marcado a 200 ml (La solución de NaOH a ebullición puede pasarse convenientemente al frasco lavador - por medio de un tubo curvo a través del cual es forzado el líquido a pasar soplando por un tubo conectado en el extremo superior del refrigerante de reflujo conectado al matrás de la solución de NaOH.

Conéctese el vaso al condensador y déjese hervir 30 minutos exactamente.

Al final de los 30 minutos desconéctese el vaso y -

fíltrese inmediatamente su contenido a través de un papel filtro de cenizas conocidas.

Lavar perfectamente el residuo hasta la desaparición completa de la reacción alcalina en las aguas del lavado.

Efectuar las mismas operaciones del lavado en otro papel filtro para que sufra el mismo procedimiento y nos dé un dato más exacto, la determinación de fibra cruda.

Finalmente lávese el residuo con 15 ml. de alcohol, tratando de igual manera al papel filtro vacío.

Pásense los dos papeles a un vidrio de reloj y séque se en la estufa hasta que se encuentren completamente secos y a peso constante.

Cuidar que la temperatura no sea excesiva y dore al papel, pues los resultados se falsearán.

Por diferencia de pesada, sacar el valor de el residuo obtenido.

En dos crisoles a peso constante, pasar cuidadosamente el residuo y calcinarlo en una mufla a 600°C, haciendo lo mismo con el otro papel filtro.

Enfriar en desecador y pesar.

Restar el peso obtenido, al peso de la fibra contenida en el papel filtro.

Referirlo a por ciento.

MATERIAL USADO.

a). Aparato Eléctrico para la Determinación de fibra cruda. b). Vaso de precipitados de 600 ml. c). Embudo de filtración cuantitativa. d). Tela de lino de 45 hilos por pulgada. e). Agitadores de vidrio. f) Papel filtro de cenizas conocidas. g). Crisoles gooch. h). Asbesto O.P.

REACTIVOS.

a). H_2SO_4 1.25% b). NaOH 1.25%

DETERMINACION CUANTITATIVA DE PROTEINAS.

INTRODUCCION.

La determinación de los prótidos en una muestra, es un indicio de su contenido alimenticio, ya que junto con los carbohidratos y las grasas, constituyen los elementos de estructuración y energía.

Cada fruta, semilla, raíz alimento derivado de hojas y productos de origen animal, contiene varias proteínas en proporciones diferentes y de distinto contenido de nitrógeno que depende del tipo de aminoácidos que las forman.

Todos los alimentos naturales contienen proteínas en mayor ó menor cantidad, dependiendo del alimento y otros factores más; por ejemplo la miel y el azúcar escasamente contienen vestigios, los cereales contienen del 8 al 15%, las semillas oleaginosas tanto como el 50%, la carene negra y las almejas alrededor del 20% base húmeda, la leche como término medio un 3.3%, etc.

En general podemos decir que el contenido de proteínas de un material puede constituir una guía ó índice para el contenido de otros grupos, así por ejemplo, en porcentaje elevado de proteínas se encuentra generalmente asociado

en las semillas oleaginosas, con un contenido elevado de a ceite ; los cereales y algunas semillas cuyo porcentaje de proteínas es mediano, contienen una cantidad bastante gran de de almidón.

Un porcentaje pequeño de proteínas en la remolacha azucarera y ciertas frutas, significa un contenido relativamente alto de azúcar.

En la actualidad cuando se quiere estimar el valor alimenticio de un producto, no basta la cuantificación de su contenido proteico, es necesario tomar en cuenta factores tales como la digestibilidad y contenido de aminoácidos esenciales (valor biológico).

La digestibilidad de las proteínas, depende nó sola ; mente de la naturaleza química de sus componentes, sino - que también depende de otros factores como reareglos moleculares y presencia ó ausencia de compuestos capaces de -- enhibir los sistemas enzimáticos digestivos, substancias - que por interposición forman barreras indigeribles entre - las proteasas y el sustrato, ó simplemente por alteración de la relación propia entre las actividades secretoras y - motoras del tracto gastro-intestinal ó por otros medios más

El porcentaje de utilización de los productos fina-

les de la digestión de las proteínas en el metabolismo, es otro aspecto muy importante en la valoración nutricional de las proteínas, como lo es también la proporción existente - entre los aminoácidos que son indispensables para el organismo humano y los otros tipos de aminoácidos.

Estos factores obligan a profundizar los estudios - relacionados con el valor alimenticio de muchos productos, ya que para niveles semejantes de proteínas este valor puede ser diferente.

Dentro de un mismo material, se puede aumentar considerablemente su contenido de proteínas, sin que por ello aumente el valor biológico del alimento.

Controlando las condiciones de cultivo, fertilización y prácticas culturales es posible obtener niveles de proteínas diferentes en el maíz, sin embargo un aumento en el porcentaje total del contenido protéico no tiene relación directa con el valor biológico del grano.

La preparación de un alimento para consumo animal ó humano durante el procesado industrial o por prácticas culinarias, ha mostrado que puede modificar completamente la utilización de las proteínas durante la digestión o el metabolismo, o ambos aspectos.

El efecto puede ser favorable, pero generalmente es desfavorable.

La cuantificación de proteínas por valoración del nitrógeno protéico es pues un dato que nos dé solamente una idea muy general de la composición del alimento, cuando se requiere mayor información, es necesario utilizar técnicas más específicas mediante las cuales es posible conocer en forma más aproximada el tipo de proteínas, su composición en aminoácidos, su digestibilidad la presencia de los llamados aminoácidos esenciales y las propiedades industriales ó técnicas debidas a la estructura y composición de los diferentes tipos de proteínas.

PRIMERA PARTE.

METODO DE KJELDAHL PARA NITROGENO.

Las proteínas no son los unicos constituyentes de nitrógeno que se determinan por este método; quedan incluidas las amidas (se encuentran en cantidad abundante en los brotes tiernos), las sales de amonio, los nitratos, las lecitinas (fosfátidos), las nucleínas, el ácido nucleico y las purinas.

El té, el café, el cacao y los extractos de carne, contienen proporciones de nitrógeno muy diferentes a la del nitrógeno proteico.

A pesar de todos estos defectos, de los cuales la mayoría resultan pequeños si se considera la gran preponderancia de las proteínas verdaderas, la cantidad de proteína, calculada multiplicando el % de nitrógeno encontrado, se calcula en base al nitrógeno total.

Para calcular el porcentaje de proteína se multiplica el porcentaje de nitrógeno por el factor 6.25 ó por un factor especial que es de 6.38 para la leche y sus derivados y 5.70 para la harina blanca y sus derivados.

Estos factores son, en el mejor de los casos, simples aproximaciones y están basados en la composición media.

SINTESIS DE LA TECNICA.

La técnica se basa en una digestión con H_2SO_4 concentrado de la muestra.

Durante el proceso de digestión el H_2SO_4 caliente, destruye por oxidación toda la materia orgánica transformándola en CO_2 , agua y SO_2 principalmente, los cuales son eliminados en forma de gases blancos fuertemente irritantes.

Al ser destruidas las proteínas el nitrógeno de los aminoácidos y demás derivados proteícos, quedan fijos en forma de sulfato de amonio.

Si se agrega NaOH concentrado hasta que el medio que de fuertemente alcalino, el amonio existente en el matrás se desprende siendo recibido en una solución ácida con la cual forma el compuesto de amonio correspondiente.

De esta manera, se puede calcular la cantidad de amonio desprendido por la muestra ya sea por titulación directa ó por diferencia en las titulaciones de la solución -

receptora.

PROCEDIMIENTO.

Colocar 0.7 a 3.5 g. de acuerdo con el contenido de nitrógeno de la muestra que va a analizarse en un matrás de digestión de Kjeldahl de 800 c.c.

Agregar aproximadamente 0.7 gr. de óxido de mercurio (HgO) o su equivalencia en mercurio metálico y 20 a 30 ml. de ácido sulfúrico q.p. (pueden ser usados 0.1 a 0.3 g. de sulfato de cobre cristalizado, junto con el mercurio y en muchos casos en su lugar de él)

Colocar el matrás de digestión en posición inclinada y calentar al principio por debajo del punto de ebullición del ácido hasta que cese la espuma.

(Puede adicionarse un pequeño trozo de parafina para prevenir una excesiva formación de espuma).

Aumentar el calentamiento hasta que el ácido hierva activamente y digerir por un tiempo después de que la muestra se ha decolorado, ó hasta que la oxidación es completa (aproximadamente dos horas, dependiendo del tipo muestra).

Después de enfriado, diluir la mezcla con unos 200 ml. de agua y añadir una o dos granallas de Zinc o de piedra pomez, para evitar rebotes violentos del líquido al destilar, y 25 ml. de sulfuro de potasio o sodio al 4% o de tiosulfato de sodio al 8% con agitación (Si se usa tiosulfato podría mezclarse primero con la sosa concentrada que se agrega a continuación y adicionarse juntamente.

Si no se usa mercurio u óxido mercúrico es innecesaria la adición de esta solución).

Agregar suficiente solución de NaOH conc. (al 40 - 50%) hasta reacción fuertemente alcalina (generalmente son suficientes 100 ml.). vaciándola por la pared del matríz para que no se mezcle inmediatamente con la solución ácida.

Conectar con el refrigerante cuyo extremo inferior ha quedado sumergido en una cantidad medida de solución 0.1 N valorada de ácido sulfúrico, en exceso.

Mezclar el contenido del matríz de destilación por agitación y destilar hasta que todo el amoniaco sea recibido en el ácido valorado (los primeros 150 ml. del destilado generalmente llevan todo el amoniaco.

Titular con solución 0.1N valorada de sosa usando rojo de metilo (solución alcohólica al 0.5%) como indicador - después de haber lavado con agua el interior y el extremo - del refrigerante.

Determinado así el nitrógeno amoniacal y orgánico, - se multiplica el resultado por el factor adecuado.

MATERIAL UTILIZADO.

- a). Matríz de digestión Kjeldhal de 800 c.c.
- b). Soporte Universal
- c). Anillo metálico
- d). Rejilla metálica
- e). Mechero Bunsen
- f). Refrigerante recto de 60 cms.
- g). Pinzas de refrigerante.
- h). Matríz erlenmeyer de 500 cc.
- i). Bureta de 50 ml.
- j). Probetas de 100ml.
- k). Bulbos de destilación Kjeldahl

REACTIVOS.

- a). H_2SO_4 concentrado y diluido
- b). H_2O .

- c). CuSO_4 cristales.
- d). NaOH conc. y diluída.
- e). Granalla de Zinc
- f). Rojo de metilo 0.5 %
- g). O SK_2 al 4%
- h). Tiosulfato de sodio al 8%

NOMBRE DE LA TECNICA.

DETERMINACION DE NITROGENO POR EL METODO MICROKJELDAHL.

SINTESIS DE LA TECNICA.

El método al igual que el anterior, está basado en una fuerte oxidación de la materia orgánica con H_2SO_4 para su descomposición en CO_2 , H_2O , SO_2 , etc.

La ventaja de éste método sobre el anterior, es la cantidad tan pequeña de muestra que se usa para el análisis así como también, el ahorro de tiempo que significa la más rápida digestión de pequeñas cantidades de muestra.

El inconveniente del método, está en la dificultad de la completa homogenización de la muestra que se va a analizar en tan pequeñas cantidades.

Sin embargo, la exactitud del método puede considerarse como buena con respecto al macrométodo.

PROCEDIMIENTO.

En balanza analítica pesar 10 a 30 mg. de la muestra completamente homogenizada para que en verdad sea una parte representativa del total.

Transferir la muestra a un matr az de digesti n Kjeldahl de 30 ml.

La pesada debe hacerse en papel celof n o tubos de carga especiales para el caso.

Para pesadas menores de 10 mg. estas deben hacerse - en micro-balanzas.

Agregar en el matr az de digesti n, 1.30 m s o menos 0.05 g. de K_2SO_4 , 40 m s o menos 5 mg. de HgO y 2.0 ml. de H_2SO_4 concentrado.

Digerir la mezcla por 4 horas cuando no se conocen - las sustancias que contienen nitr geno y 1 hora cuando se sabe que la muestra s lo contiene a inas, amidas   otros - materiales f cilmente digeribles.

Una vez terminada la digesti n, enfriar y agregar la cantidad de agua necesaria para que disuelvan los cristales (generalmente se agrega 5 ml. de agua destilada).

Agregar 8 ml. de reactivo $NaOH-Na_2S_2O_3$ y conectar -

el matr az al aparato de destilaci n en el cual en su parte inferior se ha colocado un matr az erlenmeyer de 100 ml. para recibir el deslidado.

En el matr az erlenmeyer, colocar 5ml. de H_3BO_3 en soluci n al 4% y 4 gotas del indicador (mezcla de 2 partes de rojo de metilo al 0.2%, ambos en alcohol).

Recibir 15 ml. de destilado y diluir con 50 ml. de agua destilada y titular el amoniaco con HCl 0.01N.

Correr una prueba en blanco para evitar errores en la determinaci n, siguiendo exactamente los pasos que en caso anterior.

Calcular el % de nitr geno en la muestra por medio de la siguiente ecuaci n:

$$\% \text{ de N} = \frac{\text{ml. de HCl en el problema.} - \text{ml. en blanco}}{\text{Peso de la muestra (mg)}}$$

Peso de la muestra (mg)

Norm. exacta X equivalente del N X 100

MATERIAL UTILIZADO.

a). Matr az microkjeldahl de 30 ml.

- b). Pianola de digestión para microkjeldahl
- c). Aparato de destilación microkjeldahl
- d). Matríz erlenmeyer de 100 ml.
- e). Bureta.

REACTIVOS.

- a). H_2SO_4 concentrado.
- b). H_3BO_3 4 %
- c). NaOH concentrado.
- d). Indicador: mezcla de rojo metilo y azul de metileno al 0.2% en solución alcohólica.
- e). HCl 0.01 N.

DETERMINACION CUANTITATIVA DE AZUCARES.

INTRODUCCION.

La determinación de azúcares diversos es problema que se presenta frecuentemente en los laboratorios agrícolas, - por ser muchos los cuerpos en que interesa aquella.

Los problemas que se presentan, no son únicamente los relacionados con azucarería, sino también con vinos, leches mieles, etc., e incluso los forrajes, piensos y otros tipos de alimentos y frutas, cuando se requiere afinar más y no basta con expresar el porcentaje de hidratos de carbono por simple diferencia aritmética, teniéndose que determinar el almidón y ello requiere su previa, sacarificación y subsiguiente determinación del azúcar resultante.

NOMBRE DE LA TECNICA.

DETERMINACION DE AZUCAR INVERTIDO POR EL METODO
VOLUMETRI: DE LANE-EYNON.

SINTESIS DE LA TECNICA.

Consiste en adicionar a un volúmen dado de líquido -
de Fehling el estrictamente necesario de la disolución que -

contiene el problema, hasta que se ha reducido el Cu a (Cu)₂, empleando como indicador el azul de metileno, que al reducirse pierde su color.

Se efectúa una determinación sobre disolución de azúcar invertido cuya concentración es perfectamente conocida de antemano, anotándose el volumen de ella requerido para reducir otro dado de Fehling, como conocemos la concentración de la disolución azucarada, podemos calcular la masa de azúcar invertido existente en el volumen consumido para reducir el Fehling.

PROCEDIMIENTO.

Preparación del líquido de Fehling (modificación de Sexhlet).

Se encuentra constituido por dos soluciones que se designarán con el nombre de A y B, que se preparan por separado y sólomente se mezclan volúmenes iguales de ambas en el momento de efectuar el análisis.

SO ₄ Cu. 5H ₂ O	34.639 gr.
Agua destilada hasta	500,00 cc.
COONa-(CHOH) ₂ -COOK	173.00 gr.
NaOH.	50.00 gr.
Agua hasta	500,00 cc.

Para la (B) se disuelve el tartrato en agua, se añade el NaOH disuelto en agua y se diluye hasta 500,00 cc.--- se deja quieto un par de días y se filtra.

Disolución patrón de azúcar invertido.

Se parte de 9.5 gr. de $C_{12}H_{22}O_{11}$ pura y se invierte mediante 5 c.c. de HCL, que se añaden sobre la disolución-- acuosa de aquella, diluyendo el conjunto hasta 100 c.c., se deja a la temperatura ambiente (una semana a 12 ó 15°C. 3 - días a 20 ó 25°C) y se completa hasta 1000.00 c.c. con agua destilada.

Preparada así, es muy estable por espacio de varios meses.

La solución final queda a una concentración de 1%.

Comprobación del líquido Fehling.

Partimos de 25 c.c. de éste.

Preparar la disolución patrón de azúcar de tal modo que para su valoración consumamos entre 15 y 50 c.c.

~~Como de acuerdo con lo expuesto renglones arriba,~~

la disolución es al 1%, 25 c.c. de ella contienen 0.25 gr.-de azúcar invertido o sean 250 gr.

Según las tablas de Lane Eynon, para 25 cc. corresponden 124 mgr., lo que nos indica que la muestra de la disolución patrón que tenemos, habrá de diluírse al 50%, cuidando de neutralizar con NaOH; verer el conjunto en un matráz aforado de 50 c.c. y aforar hasta la marca, homogenizar perfectamente la solución y utilizarla para la valoración, vaciándola en una bureta de pinza (nunca de llave).

En un matráz erlenmeyer de 300 a 400 cc. verter 12.5 c.c. de las soluciones A y B respectivamente.

Sobre esta mezcla, y desde la bureta, se deja caer un volúmen que sea casi la totalidad del requerido para la total reducción del Cu, de tal modo que para lograr ésta no haga falta más de 0.5 a 1 c.c. de la disolución contenida en la bureta.

Se mezcla bien el contenido del matráz, se coloca éste sobre una tela metálica encima de un mechero y se calienta hasta ebullición moderada, que se mantiene un par de minutos, regulando la llama para evitar sobresaltos del líquido, en seguida se agregan de 3 a 5 gotas de indicador de azul de metileno (preferiblemente sin tocar las paredes del

matr az) y sin que deje de hervir el contenido se v  agregando l quido de la bureta de 2 a 3 gotas cada vez con intervalos de 10 segundos, hasta que desaparezca el color del indicador y el l quido del matr az tome el anaranjado brillante que ten a antes de a adirse el azul de metileno.

Procediendo as , la valoraci n completa se realizar  en tres minutos desde el comienzo de la ebullici n.

El matr az permanecer  todo el tiempo sobre la tela met lica.

Si la lectura de la bureta fuera por ejemplo 24.8 -- c.c. como corresponde por virtud de la diluci n con un volumen igual de agua, a la mitad de la concentraci n primitiva (que ya vimos que es del 1%), o sea el 0.5%, en los 24.8 c.c., habra una masa de az car invertido igual a:

$$24.8 \times \frac{0.5}{100} = \frac{24.4}{100} = 0.124 \text{ gr.} = 124 \text{ mgr.}$$

y como en la columna segunda de las tablas de Lane-Eynen, 124 mgr. corresponden a 24 y a 25 c.c. de disoluci n azucarada, el reactivo de Fehling est  bien preparado.

PROCEDIMIENTO.

Preparar la muestra problema de manera similar a la

disolución patrón de azúcar invertido y proceder a su valoración, teniendo cuidado que los gastos de la disolución - problema, estén comprendidos dentro de los límites que marcan las tablas de Lane-Eynon.

El tiempo total de ebullición debe ser de tres minutos.

Aunque se reduzca a dos o se prolongue a cuatro o cinco, los resultados son buenos en ausencia de sacarosa, pero si ésta se halla en gran exceso y además existe lactosa, hay que atenerse a un tiempo de 3 minutos para el total de la ebullición.

Por medio de las tablas de Lane-Eynon dedúzcase el número de miligramos de azúcar contenido en 100 ml. de la muestra, correspondientes los mililitros de la solución de azúcar empleados en la titulación.

Referir el resultado a por ciento.

, APARATOS.

- a). Soporte Universal.
- b). Anillo metálico.
- c). Rejilla metálica.

PROCEDIMIENTO.

Se emplea el reactivo de Fehling, modificación de - Soxhlet, tal como se detalló anteriormente.

En un vaso de precipitados de 400 c.c. vertir 25 ml. de la solución A y 25 ml. de la solución B, añadir un volúmen bien medido de la solución problema, que pueden ser 50 ml. (si éste volúmen es menor de 50 c.c. añádase agua hasta alcanzar los 100 c.c. de volúmen total en el vaso).

Cúbrase el vaso de precipitados con un vidrio de reloj y caliéntese sobre una tela metálica provista de amianto, regulando la llama del mechero de tal manera que la ebullición comience a los 4 minutos, manteniéndola durante 2 minutos exactamente.

Es importante seguir fielmente estas instrucciones-

Para regular convenientemente el mechero conviene - efectuar pruebas previas antes de proceder a una determinación, ensayando sobre 50 c.c. del reactivo y otros 50 c.c. de agua destilada.

Puede utilizarse una placa eléctrica en lugar del - mechero de gas, si fuera necesario.

La solución caliente se filtra sobre un Gooch, que previamente se ha calentado, enfriado y pesado , ayudando la operación mediante una trompa de agua.

El precipitado se lava con agua destilada caliente a 60°C hasta desaparición completa del color azul, lavar con 10 ml. de alcohol etílico y finalmente con 10 ml. de éter etílico.

Deséquese el crisol con su contenido durante 30 minutos en un horno que controle perfectamente la temperatura (100 - 110°C).

Déjese enfriar en un desecador y pésese como Oxido cuproso.

Consultar en las tablas, el contenido de azúcar que corresponde a la cantidad de Cu_2O encontrado en la muestra.

Referir el dato a por ciento.

MATERIAL UTILIZADO.

- a). Crisol Gooch
- b). Trompa de agua.
- c). Vaso de precipitados de 40 c.c.

- d). Agitador de vidrio
- e). Pipeta volumétrica de 25 y 50 ml.

REACTIVOS.

- A). Reactivo de Fehling.
- B). Alcohol etílico
- C). Eter etílico.

METODOS CUANTITATIVOS COLORIMETRICOS.

INTRODUCCION.

Todos los aparatos de colorimetría están basados en la ley de Beer's.

La intensidad del color de una solución es directamente proporcional a la concentración del soluto y a la profundidad de la solución entre la fuente luminosa y el observador.

Se puede expresar de la siguiente forma:

$$\text{Log } I = K L_1 c_1$$

$$\text{Log } I = K L_2 c_2$$

$$\text{Cuando } I = I_2$$

$$\frac{c_1}{I_1} = \frac{I_2}{I_1}$$

En donde:

I = Intensidad del color observado.

L_1 = Profundidad de la solución colorida

c_1 = Concentración de la solución colorida.

C_2

i

Dentro de los colorímetros tenemos aparatos de muy diversas clases y con funcionamiento diferente, pero todos ellos están basados en la medida de la intensidad del color de la solución que se quiere desarrollar, por lo que es absolutamente necesario que se desarrolle el color en la muestra que quiere analizar.

Los diferentes tipos de aparatos que existen son:

- a). Colorímetros simples (Simple comparación de colores).
- b). Fotómetros (Ópticos y Fotoeléctricos).
- c). Fluorómetros (Miden y Fluorescencia).
- d). Espectrofotómetros (utilizan prismas en lugar de filtros sencillos).
- e). Espectrógrafos (Utilizan prismas de cuarzo o rejillas).

COLORIMETROS SIMPLES.

Pueden considerarse bajo el siguiente orden:

- a). Comparación por iluminación de una porción líquida.

Por lo general se usan los tubos de Nessler

En uno de ellos se pone una solución standard con determinado color y con una concentración conocida; en el otro se pone la muestra que se vá a analizar y a la cual se le ha agregado el mismo color.

Quitando un poco de muestra y añadiendo agua para mantener un volúmen constante, se iguala su color con el de la solución standard.

Se hacen cálculos de acuerdo con los ml. quitados y se reporta la cantidad de muestra encontrada, en porcentaje.

Existe una modificación de los tubos de Nessler, -- que son los tubos de Hehner, que están provistos de unas llavecitas en su parte inferior que permite la salida del líquido en una forma más sencilla.

b). Comparación subiendo o bajando un émbolo.

Dentro de éste tipo, tenemos el colorímetro de Duboscq, que está pro isto de 2 recipientes de forma cilíndrica, dentro de los cuales vá la solución, en uno de ellos, la solución standard de concentración conocida y en el otro la solución problema.

Dentro de los tubos se introducen dos émbolos que son prismas que poseen un mecanismo que permite subirlos o bajarlos dentro de la solución, hasta que los colores se igualan.

La lectura se hace a una escala, la cual es visible en el ocular.

c). Comparación cambiando el espesor del haz de luz.

Dentro de este tipo están comprendidos algunos colorímetros Europeos, que poseen un carro móvil en la fuente luminosa, que permite acercar o alejar la luz.

Los que usan patrones de vidrio (a) y (b).

a). Comparación con placas de vidrio.

Dentro de éste tipo tenemos el Tintómetro Lovibond, el cual está provisto de unos recipientes rectangulares llamados cubetas, los cuales poseen sus paredes esmeriladas.

Dentro de la cubeta, se coloca la substancia a la cual se quiere determinar el color.

Por medio de un ocular y una serie de placas de color

res (azul, amarillo, rojo, blanco) desarrollados en placas de vidrio, se iguala el color de la substancia puesta en la cubeta.

Para lograr ésto se suman las placas de los diferentes colores, hasta que formen el color adecuado.

El resultado se reporta como X rojo, X azul etc. etc.

El aparato como es un simple comparador de colores, es muy poco utilizado en la actualidad debido a la simplicidad de sus resultados, sin embargo, todavía es utilizado en las fábricas de aceites y jabones, para medir el color de los aceites.

b). Comparación con discos coloreados.

Este tipo de comparador, es muy parecido al anterior y el más conocido es el de Hellise.

Utiliza discos con colores en círculo que se introducen dentro del aparato y se comparan con los colores del problema.

FOTOMETROS.

Utilizan luz de una longitud de onda que vá de acuerdo con el color desarrollado esta luz monocromática, se obtiene mediante la utilización de filtros de color.

Fotómetros óptico

Dentro de este tipo, tenemos el de Pulfrich Zeiss y el Aminco.

Fotómetros Fotoeléctricos.

Dentro de éste tipo podemos citar el colorímetro fotoeléctrico de Klett Summerson, el Evelyn y el Mumetrón.

En estos aparatos la luz monocromática que pasa a través de la solución colorida, es transformada en corriente eléctrica, que es medida en un galvanómetro que se encuentra conectado a una aguja que marca en la escala el porcentaje de transmitancia de la muestra.

Para utilizar estos aparatos, hay necesidad de hacer curvas standar con cantidades conocidas, graficando concentra por % de transmitancia de la solución colorida.

FLUOROMETROS.

Dentro de éste tipo de aparatos, tenemos dos que son los más conocidos, el fotofluorómetro Coleman y el fluorímetro Klett Summerson.

ESPECTROFOTOMETROS.

Existen los que poseen monocromatismo mediante primas y mediante rejillas.:

- 1.- Primas.- Espectrofotómetro de Bausch and Lomb.
- 2.- Rejillas.- Espectrofotómetro Beckman modelo D.U.- y Coleman Universal.

DETERMINACION DEL FOSFORO APROVECHABLE EN SUELOS.

Se utilizará el método colorimétrico, con el Fotocolorímetro Klett Summerson.

SINTESIS DE LA TECNICA.

La técnica de la determinación, se basa en el poder que tiene el fósforo de formar compuestos coloridos con el molibdato de amonio.

El color desarrollado, por el compuesto formado (fosfomolibdato de amonio), es directamente proporcional a la concentración del fósforo en la solución, lo que nos permite graficar en papel semilogarítmico o milimétrico, las densidades ópticas de las soluciones a diferentes concentraciones.

En el momento de que la solución no sigue la ley de Lambert y Beer, la medición del color deja de estar en relación con la concentración de la substancia y los resultados son falsos.

PROCEDIMIENTO.

Para la determinación de fósforo aprovechable de los

suelos, se utilizará el método Truog que es el siguiente:

Se pone 2 g. de suelos en un frasco apropiado y se agrega 400 cc. de H_2SO_4 0.002 N al cual se le ha agregado 3 - gramos por litro $(NH_4)_2SO_4$.

Se agita por media hora y se filtra a través de un papel filtro S.S. 589 hasta obtener una solución clara.

El desarrollo del color se verifica.

INTRODUCCION.

Se entiende por cromatografía aquellos procesos que -- conducen a la resolución de mezcla por separación de todos- o algunos de sus componentes, en zonas encontradas o en fases diferentes de aquellas* en las que se encontraban originalmente in dependientemente de la naturaleza de la fuerza o fuerzas -- que provocan el paso de las sustancias de una fase a otra.

Esta definición general, comprende por consiguiente la separación en columna o en papel filtro, fenómeno que depen de principalmente de 3 factores: adsorción superficial, intercambio iónico y partición entre solventes.

La técnica de la cromatografía en papel introducida en

la bioquímica por MATIN, CONSDEN, GORDON Y SYNGE en 1941-44, es actualmente uno de los más útiles instrumentos de análisis. El procedimiento presenta una gran especificidad y permite la separación de numerosos compuestos y aún de isómeros geométricos ópticos.

El método de la cromatografía en papel consiste, en breves palabras, en colocar una pequeña gota de la solución por analizar sobre una tira de papel filtro, a corta distancia de uno de los extremos. Después de dejar secar la gota, el extremo cercano se sumerge en un líquido o mezcla apropiada denominada fase móvil. Por capilaridad este solvente avanza a lo largo del papel y arrastra los distintos componentes de la gota por analizar, a velocidades y distancias diferentes. Cuando el solvente se aproxima al extremo opuesto de la tira, se retira ésta: se deja secar y se observa el cromatograma visible directamente si está coloreado o revelando por pulverización de un reactivo apropiado. La relación RF que se obtiene dividiendo el avance medio de la substancia problema entre el avance (o frente) de la fase móvil, permite caracterizar el compuesto. Es de importancia que la composición de la fase móvil permanezca constantemente durante el desarrollo del cromatograma. Esto se logra efectuando la cromatografía en un espacio cerrado previamente saturado con los vapores del solvente.

Aunque la adsorción y el intercambio iónico tienen --- cierta influencia sobre la cromatografía en papel filtro, - el factor predominante es la particiación entre dos fases - inmiscibles. Muchos de los solventes empleados en cromatografía son líquidos orgánicos saturados con agua y en tal - caso el movimiento del soluto (substancia por analizar) a- lo largo del papel, puede explicarse como sigue : Las fibras celulósicas tienen una fuerte afinidad por el agua presente en el solvente pero muy poca para el líquido orgánico, por lo que el papel actúa en realidad como un soporte inherente de la fase acuosa estacionaria. A medida que el solvente - fluye a través de una sección de fase móvil orgánica y la - fase acuosa estacionaria, es decir, el soluto se reparte en cada una de las fases en proporción directa de su solubilidad diferente que tiene en cada una de ellas. Como resultado, parte del soluto abandona el papel y entra en la fase - orgánica.

Cuando el líquido móvil llega a una sección del papel que no contiene soluto, se vuelve a producir la partición -- pero en ésta ocasión el soluto pasa de la fase orgánica a - la estacionaria (papel y agua). Con el flujo continuo de solvente el resultado es el desplazamiento del soluto desde el punto de aplicación hasta cierta distancia en el papel, en el sentido del flujo del solvente.

IDENTIFICACION Y SEPARACION DE CARBOHIDRATOS POR CROMATO- GRAFIA EN PAPEL.

SINTESIS DE LA TECNICA.

El fundamento de la técnica es el mismo que rige a todos los métodos y el cual explicamos ya, anteriormente, en la cromatografía ascendente el solvente o mezcla de solventes que se utilizan para la separación, se colocan en el fondo de la cámara cromatográfica y de esta manera la mezcla de solventes asciende a través del papel, separando las muestras por analizar.

PROCEDIMIENTO.

Este tipo de cromatografía se realizará en el laboratorio empleando tubos de ensayo grandes.

Se usan tiras de papel filtro Whatman No. 1, de longitud y anchura proporcionadas al tamaño de los tubos. En cada tira de papel se marca a lápiz transversalmente, la línea de aplicación a unos 2-3 cm. de un extremo y se dobla longitudinalmente la tira a la mitad para que pueda apoyarse por sí sola en el fondo del tubo. En cada mitad de la tira se coloca una gota de solución en estudio.

La muestra líquida problema debe de tener una concen-

tracción de 5 a 10 mg. de carbohidrato por ml. Utilizando micropipetas o capilares calibrados se toman porciones de la solución y se colocan en el papel filtro gotas de 2 a 5 microlitros, sobre la línea de aplicación y se deja secar .

Los solventes que se emplearán serán los siguientes:

SOLENTE.

MEZCLA POR SEPARAR..

Acetato de etilo-Piridina-
Agua (2:1:2v/v)

Xilosa Arabinosa, glucosa.

n-butano-piridina-agua-
(45:25:40 v/v).

Lactosa, galactosa, glucosa.

n-butanol-etanol -Agua
(10:1:12).

Melibiosa, fructuosa glucosa.

DESARROLLO:

En un tubo de ensaye (20x200) perfectamente limpio y seco se colocan 2ml. del solvente, se calienta ligeramente para saturar la atmósfera, se tapa el tubo, se enfría y volviendo a abrir se introduce la tira de papel que contiene el problema, de modo que quede reposando el fondo. se ajusta perfectamente el tapón y se deja desarrollar el cromatograma en posición vertical durante 2 horas.

revelar el cromatograma se tratan las tiras con una solución butánolica de ftalato ácido de anilina y se calientan algunos minutos a 105°C. Los azúcares aparecen con manchas coloradas. En el caso de la sacarosa es necesario calentar a 115-120°C.

Calcular el RF para cada azúcar, de acuerdo con la definición dada para dicha relación.

CROMATOGRAFIA CIRCULAR.

Se utiliza papel filtro circular Whatman # 1 de 15 a 24 cm. de diámetro en cuyo centro se traza una circunferencia de 2 cm. de diámetro (línea de aplicación). En puntos equidistantes de esta circunferencia se colocan pequeñas gotas de las soluciones por analizar y se deja secar. A continuación se hace un corte de 3-5 mm. en el centro del papel y a través de él se coloca una tira de papel del mismo ancho por unos 3-4 cm. de longitud. Esta tira sirve para irrigar el papel con el solvente, el cual asciende por capilaridad. la distancia entre el papel, sujeto entre dos cubiertas de caja de petri, y el solvente debe ser aproximadamente 1cm.

El tiempo de desarrollo del cromatograma es de 2 a 6 horas para circular de 15 a 18 cm. y de 12 a 24 horas para circulos mayores (hasta de 38 cm. de diámetro). Se utilizan

los mismos solventes y reactivos que en el caso anterior.

CROMATOGRAFIA DESCENDENTE.

Este tercer tipo de cromatografía se realizará en cámara-cilíndrica de vidrio y con tiras de papel de 13 x 40cm.

Los solventes más empleados son los siguientes:

- 1.- Fenol - NH_3 1% - CNH
- 2.- Colidina.
- 3.- n-Butanol: ac. acético: agua (4:1:5 v/v).

Después de haber colocado las gotas de muestra sobre la línea de aplicación, se deja secar y se disponen las hojas de papel dentro de la cámara. En la parte inferior de ésta se coloca una caja de Petri o un vasito conteniendo el solvente y se deja la cámara cerrada durante varias horas para que se sature.

Quando el solvente es de 2 fasea, la fase acuosa se emplea para saturar y la fase orgánica saturada con agua se utiliza como líquido móvil. Una vez lograda la saturación lo cual se nota por la posición absolutamente vertical de las tiras así como por la presencia de gotitas de solvente en las paredes de la cámara, se introduce el solvente-

por la parte superior de modo que llene la cubeta que contiene los extremos de las tiras de papel. Se deja correr - aproximadamente un 80% de la longitud de la hoja y se procede después del modo ya indicado para la cromatografía ascendente en tubo.

Es muy importante señalar inmediatamente avance del -- solvente para poder calcular exactamente el RF.

MATERIAL UTILIZADO.

- a). Tubos de ensaye, (20 x 200).
- b). Papel Whatman # 1.
- c). Cajas de Petri.
- d). Cámara cromatográfica.

REACTIVOS.

- a). n-Butanol.
- b). Etanol.
- c). Acetato de Etileno.
- d). Piridina.
- e). Ftalato ácido de anilina.
- f). Fenol.
- g). NH_3
- h). HCN

- i). Colidina.
- j). Acido acético.
- k). Xilosa.
- l). Arabinosa
- m). Glucosa
- n). Lactosa
- ñ). Galactosa
- o). Melibiosa
- p). Fructuosa

IDENTIFICACION Y SEPARACION DE AMINOACIDOS POR
CROMATOGRAFIA EN PAPEL FILTRO.

SINTESIS DE LA TECNICA.

La separación aminoácidos es histórica, ya que el primer trabajo realizado por los investigadores Consden, Gordon y Martín en 1944, fué precisamente sobre aminoácidos.

La reacción de más valor para el revelado de cromatograma conteniendo aminoácidos, es la reacción de la ninhidrina, que tienen la propiedad de reaccionar con los grupos de alfa amino libres. El tono y la intensidad del color de sarrollados depende de cada aminoácido en particular. Esta reacción de coloración también se puede aplicar en la determinación cuantitativa de aminoácidos en soluciones puras .

PROCEDIMIENTO.

CROMATOGRAFIA ASCENDENTE.

Se usan tiras de papel filtro Whatman # 1 de 1cm de ancho y una longitud que vá de acuerdo con el tamaño del -- tubo de ensaye (aproximadamente 15 cm. de largo).

la solución de muestra por analizar debe tener una concentración de 5 a 10 mg. del aminoácido por mililitro. U tilizando micropipetas se toman porciones de la muestra y - se colocan en el papel filtro, gotas de 2 a 5 microlitros, - aproximadamente a 2 cm. de distancia del extremo l tira de papel y se deja secar.

El solvente que se emplea es una mezcla de butanol -1 ác. acético-agua usándose en cualquiera de las siguientes - proporciones:

Butanol.	Ac.Acético	Agua.
40	10	50 (en dos fases).
50	25	25 (en una fase).
25	25	50 (en una fase).
100	25	25 (en una fase).

En nuestro caso utilizaremos el sistema (100:25:25)

DESARROLLO DE CROMATOGRAMA:

En un tubo de ensaye perfectamente limpio y seco --- se colocan de 2 a 3 ml. del solvente y se introduce la tira del papel filtro que contiene la muestra, calentando a la vez ligeramente con el objeto de saturar la atmósfera y obtener así un buen desarrollo. Se ajusta perfectamente el tapón y se deja desarrollar el cromatograma durante 2 horas.

Todas las manipulaciones deben efectuarse con la mayor limpieza no tocando con los dedos las tiras de papel y utilizando guantes de hule, de lo contrario al revelar con la ninhidrina aparecerán manchas extrañas que pueden dar lugar a confusiones.

Transcurrido el tiempo indicado se sacan las tiras y se deja secar al aire o bien en la estufa a una temperatura no mayor de 60°C.

REVELADO DE CROMATOGRAMA.

Las tiras se tratan con una solución de ninhidrina - al 2 % la que se aplica siguiendo cualquiera de los tres siguientes procedimientos:

a). Por baño

- b). Por rociado
- c). Por aplicación de un pincel o algodón.

Finalmente se dejan secar las tiras en una estufa a una temperatura no mayor de 60°C hasta la aparición de manchas coloreadas cuya naturaleza vá de acuerdo con el tipo de aminoácido, usando la siguiente fórmula:

$$RF = \frac{\text{Distancia en cm. del punto de aplicación al centro de la mancha.}}{\text{Distancia en cm. del punto de aplicación al máximo avance del solvente.}}$$

Distancia en cm. del punto de aplicación al máximo avance del solvente.

CROMATOGRAFIA CIRCULAR.

Se utiliza papel filtro circular Whatman # 1 de 15 a 24 cm. de diámetro. La solución por analizar se coloca en el centro del papel en un volúmen de 5 a 10 microlitros de cada aminoácido y se deja secar después de cada aplicación.

A continuación se hace una corte de 0.5 cm. en el centro del papel y se coloca una tira de papel del mismo ancho por 4 a 5 cm. de longitud. Esta tira sirve para irrigar el papel con el solvente, el cual asciende por capilaridad. La distancia entre el papel y el solvente debe ser aproximadamente de un centímetro.

El tiempo de desarrollo del cromatograma es de 4 a 6 horas para círculos de 15 a 18 cms. de diámetro y de 12 a 24 horas para círculos mayores (hasta de 38 cms. de diámetro). se utiliza el mismo solvente reactivo que en el caso anterior.

MATERIAL UTILIZADO.

- a). Tubos de ensaye (20 x 200).
- b). Caja de Petri.
- c). Micropipetas.
- d). Papel Whatman # 1

REACTIVOS.

- a). Butanol.
- b). A. Acético.
- c). Ninhidrina 2%.

SECCION II

METODOS QUIMICOS Y BIOLOGICOS.

Los métodos químicos y biológicos empleados en el análisis de los alimentos y en los tejidos de animales y plantas que se describen en esta sección, han sido preparados para uso de los laboratorios de nutrición animal. Son métodos probados y se consideran satisfactorios, tanto en lo que respecta al tiempo que se toma en desarrollar cada uno, como en su exactitud.

Existen diferentes maneras de conducir los análisis. Los métodos sirven únicamente como guías y en algunos casos se hace necesario modificarlos para adaptarlos a las condiciones propias de cada laboratorio y los experimentos específicos.

El análisis proximal por el método Weende para alimentos humanos y para animales, comprende la determinación de la humedad (materia seca), extracto etéreo, proteína cru

da, ceniza, fibra cruda y extracto libre de nitrógeno (ELN).

En el pasado estos análisis han proporcionado el punto de partida para efectuar otros que involucran la determinación de nutrientes más específicos, sirviendo también como base para calcular el valor de los nutrientes digestibles totales (NDT) de los alimentos, cuando también se analizan las heces y la orina.

El avance logrado en el conocimiento de las necesidades nutricionales de los animales y en la utilización de los nutrientes contenidos en los alimentos, ha aflorado errores serios tanto en los métodos usados como en la interpretación que se le da a los valores de fracciones tales como la fibra cruda, el extracto libre de nitrógeno y el extracto etéreo.

Se recomienda por lo tanto que el sistema tradicional de valoración de los alimentos de nutrientes digestibles totales (NDT), sea sustituido por los métodos modernos de fraccionamiento de nutrientes contenidos en los alimentos.

En las normas modernas que señalan las necesidades nutricionales de los animales domésticos se está usando el sistema de las calorías

Para la evaluación de forrajes, los procedimientos-

de Van Soest se están usando preferentemente al método de Weede. Otros análisis de importancia actual son los relacionados a la determinación del consumo voluntario de alimentos y el que establece el coeficiente de digestibilidad de la materia seca in vitro.

Para la preparación de los cuadros de composición química de los alimentos, los valores de mayor importancia los constituyen el contenido de materia seca, proteína, aminoácidos, minerales, vitaminas y los valores de energía; estos últimos de acuerdo al sistema de las calorías.

PESADO DE LA MUESTRAS POR DIFERENCIA PARA
EL ANALISIS QUIMICO.

Principio

La muestra se debe mantener tapada para que no pierda humedad mientras se pesa.

Equipo.

- (a) Balanza analítica que lea hasta el cuarto decimal. (x.xxxx).
- (b) Botellas para pesar, de 50 ml. de capacidad.
- (c) Cuchara pequeña de aluminio o plástico.
- (d) Botellas para pesar, de 10 a 25 ml. de capacidad.
- (e) Pipetas.

PROCEDIMIENTO.

Muestras sólidas

Llene una botella de pesar 50 ml. hasta la mitad con la muestra; coloque una cuchara pequeña de aluminio o plástico dentro de la misma y tápela. Obtenga el peso de la muestra por diferencia.

Para mayor celeridad, disponga la pesada de las muestras para los diferentes análisis de la siguiente manera:

las muestras para determinar materia seca, nitrógeno, cenizas, paredes celulares, etc.. pueden pesarse en una sola botella para pesar. Ello significa que se necesitará pesar - sólomente una vez para cada muestra sencilla y dos veces por muestra duplicada.

Después de que las muestras han sido pesadas para los diferentes análisis, proceda a vaciar completamente la botella de pesar, límpiela bien junto con la cuchara, con un trapo limpio y quedará lista para la próxima muestra. Si la contaminación de las muestras representa un problema entre pesadas, tal el caso en la determinación de elementos-trazas o insecticidas, use una botella de pesar y cuchara individual para cada muestra.

No pese cantidades exactas de la muestra ya que ello toma más tiempo y se puede incurrir en errores de muestreo.

Muestras líquidas

Si existe sedimento mezcle bien la muestra y mientras se va mezclando, tome la muestra con una pipeta y colóquela en una botella de pesar parada. La diferencia en peso equivale al peso de la muestra tomada con la pipeta. Se puede usar la misma pipeta para tomar de una vez la misma muestra

para análisis químicos.

Este procedimiento es muy útil si se desea muestrear y pesar una cantidad grande de material tal como orina. Si se emplea el procedimiento anterior, los resultados se registran en por ciento y no por volumen.

DETERMINACION DE MATERIA SECA
Y MATERIA SECA PARCIAL

Principio.

La humedad (agua) de la muestra se elimina por medio de la evaporación inducida por calor o el secamiento, por congelación. La cantidad de muestra residual, convertida a porcentaje después del secado, se considera como el contenido (%) de materia seca total o materia seca parcial, según el procedimiento.

El objetivo es el de obtener información necesaria para lo siguiente:

- * Determinar la materia seca de la muestra en base "tal como ofrecido" o "tal como recolectado".
- * Preparar las muestras para el análisis químico.
- * Reportar el resultado del análisis químico en base seca.

Las siguientes definiciones se encuentran en el glosario, pero para efectos de discusión se incluyen aquí nuevamente:

"Tal como ofrecido" se refiere al estado en que se encuentra el alimento cuando lo consume el animal. El término "tal como recolectado" se emplea para materiales que generalmente no se utilizan para la alimentación animal. i.e. orina, heces, etc. Si una muestra se encuentra parcialmente deshidratada, el análisis se reporta en esta misma base (en la que se le ofrece al animal) o sea en el estado que fue recogida la muestra. Sinónimo: secada al aire i.e. heno; -- tal como recibida; fresca verde; húmeda.

Muestra "parcialmente seco" se refiere a una muestra recibida en el laboratorio del material original en estado "tal como ofrecido" o "como recolectado" y luego que haya sido sometida al secamiento en estufa (generalmente con aire forzado) a una temperatura generalmente bajo 60°C o bajo secado por congelación y luego equilibrada por la humedad ambiente. Después de este tratamiento, la muestra por lo general va a contener más 88% de materia seca (12% de humedad).

Esto se hace con el objeto de analizarla y conservarla adecuadamente. El análisis que se le corre a esta muestra, entonces se reporta como muestra "parcialmente seco". A su vez, a esta muestra se le debe determinar la materia seca total, sometiéndola a una temperatura de 105°C, con el obje-

to de transformar los análisis químico subsecuentes de la misma, a "base seca" o "libre de humedad". Este análisis - corresponde al porcentaje de materia seca contenida en la muestra "parcialmente seca". Sinónimo: Secado al aire.

"Muestra seca" se refiere a una muestra del material original, secada a 105°C hasta que toda la humedad haya sido eliminada. Sinónimos: 100% de materia seca; libre de humedad. Si la materia seca se determina (a 105°C) en una muestra que se designa "tal como ofrecido". ésta se debe reportar como materia seca de la muestra "tal como ofrecido". Si por otra parte, se le determina la materia seca a una muestra "parcialmente seco", se debe reportar como materia seca de la muestra "parcialmente seco", Se recomienda que la materia seca y otros nutrientes se reporten simultáneamente en "base seca" (100% de materia seca o sea libre de humedad) y en base "tal como ofrecido".

Como se explica en las definiciones, existe básicamente dos clases de muestras: (1) Aquellas suficientemente secas que permiten la molienda y análisis inmediato --- (contienen más del 88% de materia seca) y (2) aquellas que necesitan secarse parcialmente o darles un tratamiento especial (contienen menos de 88% de materia seca).

El esquema que aparece en la página 1601-8 muestra la forma de manipular estas dos clases de muestras. En es-

te esquema, se asume que todas las muestras con un contenido menor a 88% de materia seca, se deben secar parcialmente antes de analizarlas. Sin embargo, el químico debe usar su propio criterio y decidir si el secamiento parcial de la muestra puede afectar los resultados finales del análisis. Si en efecto fuera así, entonces se deben tomar las medidas necesarias para analizar la muestra en base "tal como ofrecido" o "tal como recolectado".

Recientemente se ha demostrado que la fibra cruda de muestras tomadas por medio de fístulas del esófago, sufren alteraciones cuando se secan a temperaturas elevadas (Lesperance y Bohman, 1963). Por consiguiente, se debe proceder con cautela al analizar estas muestras.

Dado que el equipo para secado por congelación existe, si se dispone de él, este método debe sustituir al del secado parcial en estufa con aire forzado a 60°C.

Todos los análisis en el formato de composición de alimentos se deben reportar en base seca (100% de materia seca). Sin embargo, para algunas muestras puede ser ventajoso reportar los datos en base "tal como ofrecido" o "tal como recolectado" (sangre u orina). En el formato aparece un espacio especial para ello.

Para reportar los datos en base seca, es necesario hacer las correcciones tal y como se describen en la siguiente fórmula:

(a) Conversión de la muestra "tal como ofrecido" a:

$$\text{Base seca} = \frac{\text{valor de la muestra en } \%, \text{ mg./kg.; etc} \times 100}{\% \text{ de materia seca en muestra "tal como ofrecido"}}$$

(b) Conversión de la muestra "parcialmente seco" a:

$$\text{Base seca} = \frac{\text{valor de la muestra en } \%, \text{ mg./kg.; etc} \times 100}{\% \text{ de materia seca en muestra "parcialmente-seco"}}$$

Ejemplos de cálculos para obtener valores de materia seca total y parcial y de otros componentes en base "tal como ofrecido" y "parcialmente seco".

(a) Para obtener porcentaje de materia seca total en

base "tal como ofrecido":

$$\frac{(\text{peso de la muestra seca (105 }^\circ\text{C)} + \text{ recipiente-peso del recipiente)}}{\text{peso de la muestra en g. en base "tal como ofrecido"}}$$

Si la muestra "tal como ofrecido" pesa 1.9444; el recipiente, 12.3278 g. y la muestra seca con el recipiente, 14.1011 g. (después de secada a 105°C), entonces:

$$\frac{(14.1011-12.3278) \times 100}{1.9444} = 91.2\% \text{ M.S. total en base "tal como ofrecido"}$$

(b) Para obtener el porcentaje de materia seca parcial en base "tal como ofrecido" o tal como recolectado".

$$\frac{\text{Peso de la muestra seca (60}^\circ\text{C)}}{\text{peso de la muestra "tal como ofrecido" o "tal como recolectado"}. \text{ g.}} \times 100$$

Si la muestra "tal como ofrecido" o "tal como recolectado" pesa 468.2 g. y después desecada a 60°C en estufa con aire forzado y equilibrándola con la humedad del aire, 155.4 g., entonces:

$$\frac{155.4 \times 100}{468.2} = 33.2\% \text{ M.S. parcial en base "tal como o-}$$

frecido" o "tal como recolectado".

Nota: Esta determinación se corre cuando las muestras "tal-como ofrecido" contienen menos 88% de materia seca, como en el caso de los ensilajes y forrajes verdes y se debe tomar una muestra más grande para sacarla y correrle los demás análisis.

(c) Para obtener porcentaje de materia seca total en muestra "parcialmente seco":

$$\frac{\text{peso de la muestra seca (105°C) + recipiente} - \text{peso del recipiente}}{\text{peso de la muestra en base "parcialmente seco"}}$$

Sí la muestra "parcialmente seco" pesa 2.3146g. y - después desecada en estufa a 105°C pesa 14.3957 g. con todo y recipiente y éste pesa 12.2140 g.; entonces:

$$\frac{(14.3957-12.2140) \times 100}{2.3146} = 94.3\% \text{ M.S. total en muestra "parcialmente seco"}$$

NOTA: Cuando la muestra "parcialmente seco" se equilibra -- con la humedad del aire, se hace necesario conducir a otra determinación de materia seca para convertirla a base de -- materia seca total.

(d) para obtener la materia seca total en muestras "tal como

ofrecido" o "tal como recolectado" cuando:

(a) se conoce el contenido de materia seca parcial en una muestra como ensilajes o forrajes frescos.

(b) se conoce el contenido de materia seca total en la muestra "parcialmente seco":

$$\frac{\% \text{ de materia seca parcial de la muestra "tal como ofrecido" (a)}}{100} \times \frac{\% \text{ de materia seca total en muestra "parcialmente seco" (b)}}{100} \times 100$$

Si el contenido de materia seca parcial de una muestra "tal como ofrecido" o "tal como recolectado" es de 33.2% y el contenido de materia seca total en la muestra "parcialmente seco". es de 94.3%, entonces:

$$33.2 \times 94.3 \times 100 = 31.3\% \text{ M.S. total en muestra "tal como ofrecido" o "tal como recolectado"}$$

Los resultados de todos los análisis químicos también se deben convertir a base seca o sea libre de humedad. Seguidamente se da un ejemplo de la manera de hacerlo, utilizando un valor hipotético obtenido del análisis de una muestra de celulosa realizado primeramente en base "tal como ofrecido" y luego haciendo las conversiones necesarias hasta llegar a bases seca.

(e) Para obtener el porcentaje de celulosa en base "tal como ofrecido".

$$\frac{(\text{peso del crisol con la celulosa} - \text{peso del crisol incinerado}) \times 100}{\text{peso de la muestra en base "tal como ofrecido", g.}}$$

Si el peso del crisol con la celulosa, después de secado, es de 35.4375 g. y el peso del crisol con la muestra incinerada es de 35.1131 g. y el peso de la muestra en base "tal como ofrecido" es de 1.0341 g; entonces:

$$\frac{(35.4375 - 35.1131) \times 100}{1.0341} = 31.4\% \text{ de celulosa en base "tal como ofrecido"}$$

(f) Para convertir la celulosa de base "tal como ofrecido" a base seca:

$$\frac{\% \text{ de celulosa en base "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca total muestra "tal como ofrecido"}}$$

Si el porcentaje de celulosa en base "tal como ofrecido" es de 31.4% y la materia seca total tiene un valor de 91.8% en la muestra "tal como ofrecido", entonces:

$$\frac{31.4}{91.8} \times 100 = 34.4\% \text{ de celulosa en base seca.}$$

(g) Para obtener el porcentaje de celulosa en base

"parcialmente seco":

$$\frac{(\text{peso del crisol con la celulosa} + \text{peso del crisol incinerado}) \times 100}{\text{peso de la muestra en base "parcialmente seco", g.}}$$

Si al peso del crisol con la celulosa, después de secado, es de 34.8393 g. y el peso del crisol con la muestra incinerada es de 34.114 g. y el peso de la muestra en base "parcialmente seco" es de 1.0114 g.; entonces:

$$\frac{(34.8393 - 34.5114) \times 100}{1.0114} = 32.4\% \text{ de celulosa en base "parcialmente seco"}$$

(h) Para convertir la celulosa de base "parcialmente seco" a base seca:

$$\frac{\% \text{ de celulosa en base "parcialmente seco"}}{\% \text{ de materia seca total en muestra "parcialmente seco"}} \times 100$$

Si el porcentaje de celulosa en base "parcialmente seco" es de 32.4% y la materia seca total tiene un valor de 94.3% en la muestra "parcialmente seco", entonces:

$$\frac{32.4 \times 100}{94.3} = 34.4\% \text{ de celulosa en base seca.}$$

DETERMINACION DE LA MATERIA SECA

Principio

La humedad de la muestra se pierde por volatilización a causa del calor. La cantidad de material residual después de eliminar la humedad, constituye la materia seca

Equipo

- (a) Estufa a 105°C.
- (b) Recipientes de aluminio con tapadera, de 50 mm. de diámetro.

Procedimiento

(a) Limpie con un pincel suave los recipientes de aluminio cada vez que se va a poner una muestra. Si la muestra se va a usar posteriormente para la determinación del extracto etéreo, enjuague los recipientes con alcohol etílico de 95% y luego con éter etílico antes de ponerla. Permita que se evapore el éter en una capilla y luego ponga los recipientes a secar en la estufa a 105°C por una hora mínimo. Sáquelo de la estufa, se traslada a un desecador, se enfrían y pesan. Maneje los recipientes con pinzas de metal.

(b) Pese por diferencia entre 1.5 y 2 g. de muestra en el recipiente de metal. Coloque la tapadera en la parte inferior del recipiente y pongalo en un horno a 105°C durante la noche. A la mañana siguiente se sacan los recipientes con la muestra, se les coloca la tapadera y se ponen en un desecador hasta enfriarlos. Luego se saca el recipiente del desecador y se pesa rápidamente.

(c) Las muestras se deben almacenar en un desecador mientras se ~~les determina~~ el extracto etéreo, si éste fuera el caso.

Cálculo

Porcentaje de materia seca:

$$\frac{(\text{Peso del recipiente} + \text{peso de muestra seca}) - \text{peso del recipiente} \times 100}{\text{peso de la muestra antes del secado.}}$$

o

$$\frac{\text{peso de la muestra seca} \times 100}{\text{Peso de la muestra antes del secado.}}$$

Nota: si la muestra fué analizada en base "tal como ofrecido", la materia seca se reporta como "materia seca de la muestra tal como ofrecido..

Si la muestra fué analizada en base "parcialmente -

seco", la materia seca se reporta como "materia seca de la muestra parcialmente seco".

Véase la página 1601 y 1601-2 para la definición de los términos "tal como ofrecido", "muestra parcialmente seco" y "Muestra seca".

DETERMINACION DE MATERIA SECA PARCIAL

Principio

La muestra se seca a menos de 65°C de temperatura -- hasta que se haya eliminado aproximadamente un 95% del agua. También se puede secar por congelación. La muestra luego se lleva a equilibrio con la humedad ambiente.

Equipo

(a) Recipiente. Use un recipiente que no absorba humedad y sea suficientemente grande que permita colocar la muestra bien extendida en una capa delgada. Se pueden usar bandejas de hojalata o de vidrio pyrex de 30 cm. de largo -- por 14cm. de ancho y 4 cm. de alto.

(b) Secadora por calor o congelación. Secadora por calor que tenga un extractor de aire o un congelador para secado.

(c) Balanza. Que tenga una aproximación a 0.5 g.

Procedimiento

(a) Preparación de las bandejas. Lave las bandejas y colóquelas en una secadora por cinco horas y luego póngalas a enfriar en un estante o mesa limpia, y péselas.

(b) Pesada de las muestras. Si la muestra a sido congelada, déjala reposar fuera del congelador para que se equilibre con la temperatura ambiente. Sáquela del recipiente en que ha estado guardada y mézclela hasta homogenizarla y luego se pesan de 200 a 500 g. en una de las bandejas taradas. La cantidad de muestra que se tome depende del contenido de humedad. Extienda la muestra sobre la superficie de la bandeja en una capa delgada.

(c) Secado. Ponga la bandeja con la muestra en la secadora a temperatura de 60°C y déjese por un mínimo de 48 horas o hasta que el 95% del agua aproximadamente se haya eliminado. La temperatura no debe estar más alta de lo indicado debido a que afecta algunos valores tal como la lignina. Se puede secar la muestra también por congelación.

(d) Coloque la bandeja en un cuarto o armario libre de insectos por 72 horas en donde las condiciones de humedad

sean iguales a las que prevalezcan al momento de moler la muestra.

(e) Pese la muestra e inmediatamente se debe moler a través de un tamiz de un milímetro. (Véase la página 4101 para las instrucciones de como preparar las muestras para la determinación de elementos menores).

(f) Deposite la muestra mólida en un recipiente que no permita la entrada del aire, tal como una botella plástica o de vidrio de 250 ml. de capacidad.

(g) Identifiquen la muestra con una etiqueta similar a la siguiente:

No. de la muestra _____
No. o nombre del proyecto _____
No. o nombre del experimento _____
Fecha de recolección _____
Clase de muestra _____
Responsable del proyecto _____
Iniciales del laboratorista _____

---Cálculo---

Porcentaje de materia seca:

(a)
$$\frac{(\text{peso muestra parcialmente seca} + \text{bandeja}) - (\text{peso de bandeja}) \times 100}{(\text{peso muestra "tal como ofrecido" o "como recolectado"} + \text{bandeja}) - \text{peso bandeja.}}$$

o

(b)
$$\frac{\text{peso muestra parcialmente seca} \times 100}{\text{peso "tal como ofrecido" o "como recolectado"}}$$

DETERMINACION DE ENERGIA BRUTA

Principio

La cantidad de calor, medido en términos de calorías, que se produce cuando se oxida una sustancia totalmente en un calorímetro de bomba, se denomina la energía bruta (EB) del material.

Una muestra del material cuyo contenido energético se va a medir, se coloca en una cápsula de combustión y a la vez se deposita en una bomba de oxígeno con un contenido de 25 a 30 atmósferas de oxígeno. La bomba se cubre con 2000 g. de agua en un calorímetro adiabático. Luego de haber ajustado la bomba y el calorímetro a la misma temperatura, la muestra se incinera con un alambre fusible. El aumento de temperatura se mide bajo condiciones adiabáticas.

El contenido calórico de la muestra se calcula multiplicando el equivalente hidrotérmico del calorímetro por el aumento en temperatura y restándole al producto algunas correcciones menores que hay que hacerle a la oxidación del alambre fusible y a la producción de ácido. Véase la página 701 para las definiciones.

EQUIPO.

- a) Calorímetro Parr de bomba y accesorios o su equivalente. El calorímetro puede estar equipado -- por un control automático de temperatura que ha- ce menos laborioso el análisis, pero este con--- trol no es indispensable para obtener resultados precisos.
- b) Balanza para pesar soluciones con una capacidad- para 3,000 g. y con precisión hasta de 0.1 de g.
- c) Para una mejor ilustración de la nomenclatura del calorímetro de bomba de Parr, diríjase en la lá- mina en la página 1901-1-.

REACTIVOS.

- a) Solución estandarizada de carbonato de sodio, -- equivalente a 1 cal/ml. (3.658 g. de Na_2CO_3 por litro).
- b) Indicador de metilo anaranjado.
- c) Tabletillas de combustión o cristales de grado están

dar primario de ácido benzóico.

PROCEDIMIENTO.

- a) Pese por diferencias aproximadamente 1.0 g. de muestra y colóquela en una cápsula limpia de combustión. Las muestras pueden comprimirse pero ello no es necesario.
- b) Ponga un trozo de 10 cms., de longitud de alambre fusible entre los electrodos del calorímetro y coloque la cápsula de combustión conteniendo la muestra, en el electrodo de lazo. Ajuste el alambre fusible de manera que entre en contacto con la muestra.
- c) Coloque aproximadamente 1 ml. de agua en el cilindro del calorímetro y rótelo a manera de humedecer las paredes internas. Este paso no se hace necesario si el calorímetro se encuentra aún humedo de la determinación previa.
- d) Ensamble la bomba, ajustando la tapadera de rosca, cerrando la válvula de escape de presión y llenándola con oxígeno a 25 atmósferas de presión.

Coloque el balde en el calorímetro, ponga la bomba dentro del balde y coloque el broche terminal.

(e) Pese 2000 g. de agua destilada en la balanza de pesar soluciones (use un frasco volumétrico de 2000 ml. para depositar el agua) y con mucho cuidado de no derramar nada, viértala en el balde del calorímetro.

(f) Cierre la tapadera (teniendo la precaución de que los termómetros estén levantados) y luego bájelos, y pongalos a funcionar el motor de circulación del agua. Remueva la tapadera de la cámara de agua de calorímetro y llénela de agua hasta que empiece a salir por el tubo de drenaje. Esta operación únicamente se hace necesaria al iniciar el trabajo del día.

(g) Ajuste la temperatura del agua en la cámara que sea aproximadamente igual a la del calorímetro. Esta operación se logra con la adición de agua caliente o fría según sea necesario, dejando transcurrir un minuto para que equilibre. Luego se ajusta cuidadosamente la temperatura para que sea exactamente igual, haciendo lecturas de temperaturas a intervalos de un minuto durante tres minutos.

(h) Lea y registre la temperatura inicial con una aproximación de 0.0002°C y luego incinere la muestra. Agre--

gue agua caliente o fría, según sea necesario, para mantener la cámara de agua a una temperatura equivalente a la del calorímetro, durante el período de ascenso.

(i.) Compare y ajuste con frecuencia cuidadosamente la temperatura de la cámara exterior, con la del balde en el interior del calorímetro para asegurar la condición adiabática o sea que las temperaturas sean iguales. Haga la lectura y registre la temperatura final cuando sea idéntica, después de tres lecturas consecutivas con un minuto de intervalo entre una y otra.

(j) Levante los termómetros, abra el calorímetro y saque la bomba del balde, dejando escapar la presión que permanece dentro de la bomba y después ábrala. Cuidadosamente tome las piezas que quedan de alambre fusible en los electrodos; enderécelas y mida la longitud total de ellas en centímetros. Las calorías en el alambre fundido se pueden determinar con la escala de medición que se suple con el alambre.

(k) Enjuague toda la superficie interna de la bomba con una corriente de agua destilada neutra y recójala en un beaker limpio. Para determinar la cantidad de ácido formado proveniente de la oxidación incidental de compuestos nitrogenados y azufrados, titule el agua del lavado con una

Cálculos

(a)

$$\text{EB (cal./g.) en base "tal como ofrecido"} = \frac{\text{temp. final} - \text{temp. inicial}}{\text{peso de la muestra}} \left[\text{equiv. hidrotérmico de la bomba} + \frac{\text{cm. de alambre fundido} \times \text{cal. por cm.}}{\text{ml. Na}_2\text{CO}_3} \right]$$

Ejemplo:

Una muestra de alimento de 1.0214 g. en base "tal como ofrecido" tuvo una temperatura inicial de 23.13°C y una temperatura final de 25.25°C. El equivalente hidrotérmico bomba es de 2412 cal. por grado centígrado. Se fundieron 7.0 cm. de alambre fusible con una corrección de 2.3 cal. por cm. de alambre y se emplearon 6.0 ml. de Na₂CO₃ (equivalente a 6.0 cal.).

Entonces:

$$\text{EB (cal./g.)} = \frac{(25.25 - 23.13) 2412 - (7.0 \times 2.3) 6.0}{1.0214 \text{ g. de muestra en "base tal como ofrecido"}} = 3840 \text{ cal./g. o } 3804 \text{ Kcal/kg.}$$

Nota: Registre la información en el formato como Kcal./kg.

Ajuste a base seca:

(a) $\frac{\text{EB (kcal./kg.) en base "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en muestra "tal como ofrecido"}}$

(b) $\frac{\text{EB (kcal./kg.) en base "parcialmente seco"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en base "parcialmente seco"}}$

Determinación del equivalente hidrotérmico
de la bomba

(a) El equivalente hidrotérmico (calorías por grado de aumento, de temperatura) de la bomba, balde y agua se obtiene siguiendo el mismo procedimiento descrito anteriormente pero empleando una muestra de un contenido calórico conocido (pastilla de combustión de ácido benzóico). Caduzca un mínimo de cuatro determinaciones y tome el promedio de ellas como el valor representativo que podrá seguir usándose indefinidamente, a no ser que se cambien algunas piezas de la bomba.

(b) Seque el ácido benzóico a 105°C durante la noche, déjese enfriar en desecador y pese por diferencia una pastilla o aproximadamente 1g. en una botella de pesar con tapadera.

(c) Determine el aumento de temperatura proveniente de la combustión del ácido benzóico.

Cálculo

$$\text{Hidrotérmico} = \frac{\text{Equivalente peso de muestra del a. benzóico} \times \text{cal./g. del a. benzóico} + \text{cm. de alambre fundido} \times \text{cal. por cm.} + \text{ml. Na}_2\text{CO}_3 \times \text{cal.}}{\text{cal. por grado (temp. final - temp. inicial)}}$$

Ejemplo:

Una muestra de 1.0622 g. de ácido benzóico tiene un calor de combustión de 6319 cal. por g. La temperatura inicial corregida de la bomba es de 20.280°C y la final 23.045°C. Se fundieron 4.8 cm. de alambre fusible con un valor calórico de 2.3 cal. por cm. y se titularon 7.5 ml. de Na₂CO₃ equivalentes a 7.5 cal.

Equivalente

$$\text{Hidrotérmico} = \frac{(1.0622 \times 6319) + (4.8 \times 2.3) + 7.5}{23.045 - 20.280} = 2434 \text{ cal. cal. por grado}$$

Ejemplo de cuatro determinaciones realizadas y del cálculo para obtener el valor promedio del equivalente hidrotérmico de la bomba:

peso de la muestra				
y recipiente	43.7622	42.7000	41.6695	40.6137
Peso del recipiente	42.7000	41.6695	40.6137	39.5656
peso de la muestra	1.0622	1.0305	1.0558	1.0481
Temperatura final	23.045	24.17	25.12	25.76
Temperatura inicial	20.28	21.48	22.37	23.03
Aumento de temperatura	2.765	2.69	2.75	2.73
Acido (cal)	7.5	7.0	7.0	7.0
Alambre (cal)	11.0	16.5	15.0	10.0
Calor de combustión del ácido benzóico (cal)	6319	6319	6319	6319
Calorías del ácido benzóico	6712	6512	6672	6623
Total de calorías	6730	6535	6694	6640
Equivalente hidrotérmico, cal/grado	2434	2434	2429	2432

Determinación de energía bruta en
la orina

(a) La energía urinaria (EU) o (UE) puede determinarse a partir del contenido de nitrógeno urinario (NU) por medio de la fórmula de Steet et al. (1964).

$$EU \text{ (keal. por Kg.) } +117 + 26 (\% \text{ de NU})$$

Esta fórmula fué desarrollada con información procedente de bovinos y ovinos y pueden aplicarse siempre y cuando la cantidad de energía urinaria represente una pequeña parte de la energía total, como en el caso de la determinación de energía metabolizable de los alimentos en la elaboración de cuadros de composición química.

(b) Cuando se necesite una determinación más exacta, se debe secar una muestra de orina y la energía se determina con un calorímetro de oxígeno. Las muestras de orina deben secarse en un recipiente combustible de peso conocido. Un beaker plástico⁺ de tamaño reducido puede servir para este fin.

(c) Se pesa una muestra de 5 ml. de orina en un beaker de 5 ml. de capacidad de polistireno previamente tarado. de la muestra de orina se realiza tal y como se describe en la página 1501.

(d) El método preferido para el secado de la orina - es por congelamiento.

(e) El método alternativo de secado es por medio de una estufa al vacío a 40°C con poco más de 700 mm. de vacío hasta que la muestra esté casi seca.

(f) Cuando no se dispone de ninguno de los dos medios descritos anteriormente para secado, se seca la muestra en una estufa a 45°C . La

DETERMINACION DE CENIZA

Principio

La muestra se incinera a 600°C para quemar todo el material orgánico. El material inorgánico, que no se destruye a esta temperatura se le llama ceniza.

Equipo

- (a) Horno de incineración.
- (b) Crisoles de porcelana (para análisis de elementos trazas, ve la página 4101).
- (c) Desecador, con desecante de perclorato de magnesio.

Procedimiento

(a) Coloque los crisoles nuevos o limpios en un horno de incineración a 600°C durante una hora. Luego traslade los crisoles del horno al desecador y enfríelos a la temperatura del laboratorio. Péselos tan pronto como sea posible para prevenir la absorción de humedad, usando siempre pinzas de metal para manejar los crisoles después de que se incineran o secan.

(b) Pese por diferencia 1.5 a 2.0 g. de muestra en un crisol de porcelana previamente tarado. Colóquelo en un horno incinerador y manténgalo a temperatura de 600°C durante la noche.

(c) A la mañana siguiente traslade el crisol a un desecador y enfríelo a temperatura del laboratorio. Cuando esté frío, pesa el crisol tan pronto como sea posible para prevenir la absorción de humedad y registre el peso.

(d) Guarde la muestra de ceniza para el caso que se deseen realizar determinaciones de minerales posteriormente.

Cálculo

Porcentaje de ceniza en base "parcialmente seco" o "tal como ofrecido":

$$\frac{\text{peso de ceniza} \times 100}{\text{peso de la muestra}}$$

Conversión a base seca:

(a) $\frac{\% \text{ de ceniza de la muestra "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca de la muestra "tal como ofrecido"}}$

o

(b) $\frac{\% \text{ de ceniza de la muestra "parcialmente seco"} \times 100}{\% \text{ de materia seca de la muestra "parcialmente seco"}}$

DETERMINACION DE FIBRA CRUDA

Principio

Una muestra libre de humedad y grasa se digiere primero con una solución de ácido débil y luego con una solución de base débil. Los residuos orgánicos restantes se recogen en un crisol de filtro. La pérdida de peso después de quemar la muestra, se denomina fibra cruda.

Equipo

(a) Aparato de extracción que consiste de calentadores individualmente controlados y condensadores enfriados por agua, diseñados para mantener un volumen constante de solución durante la digestión.

(b) Recipientes para la digestión. Utilice recipientes de digestión de tamaño y forma tal, que la superficie de la solución no se encuentre a menos de 25 mm. o a más de 38 mm. de profundidad. Dependiendo del tipo de condensador que se use. se recomienda un frasco Erlenmeyer de boca ancha de 500 ml. o un beaker de forma alargada de 600 ml. de capacidad.

(c) Monte dos frascos de base redonda de 5 litros.

de capacidad cada uno sobre dos calentadores y les adaptan un condensador y un sifón con tubo de goma a cada frasco.-- Esto es con el objeto de mantener en ebullición el ácido -- sulfúrico y el hidróxido de sodio antes de agregarlos a los recipientes de digestión.

(d) Tela de lino con aproximadamente 20 hilos por centímetro, o tela de filtrar número 40 producida por la -- National filter Media Corporation New Haven 14, Connecticut.

Reactivos

(a) Solución de ácido sulfúrico. 0.255 N. Agregue 1.25 gramos de H_2SO_4 /100 ml. de agua. Controle la normalidad por medio de la titulación y ajústela si es necesario a 0.255N.

(b) Solución de hidróxido de sodio. 0.313 N. Agregue 1.25 g. NaOH/100 ml. de agua libre de Na_2CO_3 . Controle la normalidad por medio de la titulación y ajústela si es -- necesario a 0.313 N.

(c) Asbestos. Generalmente es satisfactorio el gra do Gooch de fibra media, lavado en ácido e incinerado. Si - se hace neceario probarlo colóquelo en un baño de vapor -- por 8 horas con una solución al 5% de NaOH y luego lávelo -

bien con agua caliente. Después digiéralo por 8 horas con HCl (1 +3) y de nuevo lávelo con agua caliente. Séquelo e - incinérelo en calor rojo brillante.

(d) Rociador antiespumante A de Dow-Cornig, o alcohol octílico.

(e) Alcohol etílico.

Procedimiento

(a) El residuo de muestra proveniente de la determinación del extracto etéreo se puede utilizar (use el peso original de la muestra, antes de sacarla y de haberla extraído con éter). Si este residuo no se utiliza, proceda de la siguiente manera para obtener una muestra seca, libre de extracto etéreo.

(b) Pese por diferencia de 1.5 a 2.0g. de muestra en un dedal de alundum. Séquela en una estufa a 105°C durante la noche y pese 6 muestras de la manera que se indica en el paso (c) siguiente.

(c) Extraiga la muestra con éter por 16 horas (vea la determinación de extracto etéreo, página 2301).

(d) Transfiera a los recipientes de digestión el residuo extraído, junto con aproximadamente 0.5 g. de asbes

tos. Rocíe una pequeña cantidad del Antiespumante A de Dow-Corning en el recipiente, o agregue una o dos gotas de alcohol octílico. Por medio del sifón vacíe 200 ml. de la solución hirviente de ácido sulfúrico en el recipiente de digestión y colóquelo sobre el calentador del extractor previamente calentado y cúbralo con el condensador. La solución debe empezar a hervir en un minuto. Rote el recipiente con frecuencia hasta que la muestra se humedezca completamente. Tenga el cuidado de que todo el material siempre esté en contacto con la solución. Una ráfaga de aire dirigida dentro del frasco se utiliza para reducir la producción de espuma si ésta fuera problema. Repita este mismo procedimiento con las otras muestras a intervalos de 5 minutos.

(e) Cuando la primera muestra que se colocó haya hervido por espacio de 30 minutos exactamente, remuévala y fíltrela a través de una tela de lino colocada en un embudo acanalado y lávela con agua hirviendo hasta remover todo el ácido. Lave la muestra de nuevo del filtro de lino al recipiente, usando 200 ml. de solución hirviendo de hidróxido de sodio y coloque el beaker nuevamente en el calentador. La solución deberá empezar a hervir en un minuto. Deje transcurrir 5 minutos desde el momento en que se removió la muestra tratada con ácido sulfúrico del calentador, hasta que la muestra tratada con hidróxido de sodio empiece a hervir. siguiendo esta secuencia de tiempo, el laboratorista puede co-

rrer seis determinaciones a la vez.

(f) Cuando la primera muestra con el hidróxido de sodio haya hervido exactamente durante 30 minutos quítela del calentador y fíltrela sobre la tela de lino de igual manera como se indicó anteriormente. Lave la muestra con agua hirviendo y fíltrela por medio de succión, a través de un crisol de Gooch que contenga capas delgadas de asbestos en el fondo. Ello se prepara colocando primero asbestos en solución con agua y luego vaciando una pequeña cantidad en el crisol de Gooch. Finalmente lave la muestra que está dentro del crisol con aproximadamente 15 ml. de alcohol etílico al 95%.

(g) Seque la muestra en una estufa a 105°C durante la noche. Enfríela a temperatura del laboratorio en un desecador y pesela.

(h) Incinere el contenido del crisol en un horno a 600°C durante una hora o más. Enfríe el residuo en un desecador a temperatura del laboratorio y péselo. Reporte la pérdida de peso como equivalente a fibra cruda.

Si las muestras de fibra cruda son difíciles de filtrar a través de los crisoles de Gooch, se les puede agregar asbestos antes de vertir la solución de ácido sulfúrico para digerirlas. También, se puede facilitar la filtración lavando la muestra antes de pasarla al crisol de Gooch, con la solución caliente de K_2SO_4 al 10%. La solución de K_2SO_4

se puede agregar durante el filtrado en cualquier momento -
que ésta sea difícil.

Cálculo

Porcentaje de fibra cruda en base "parcialmente"seco" o
"tal como ofrecido":

$$\frac{\text{pérdida de peso por incineración} \times 100}{\text{peso de la muestra antes del secado y de extracción con éter.}}$$

Conversión a base seca:

(a)
$$\frac{\% \text{ de fibra cruda en la muestra "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en base "tal como ofrecido"}}$$

o

(b)
$$\frac{\% \text{ de fibra cruda en la muestra "parcialmente seco"} \times 100}{\% \text{ de materia seca de la muestra parcialmente seco"}}$$

DETERMINACION DE EXTRACTO ETereo

Principio

El éter se evapora y se condensa continuamente, y al pasar a través de la muestra, extrae materiales solubles. El extracto se recoge en un beaker y cuando el proceso se completa, el éter se destila y se recolecta en otro recipiente y la grasa cruda que queda en el beaker, se seca y se pesa.

Equipo

- (a) Aparato para la extracción de grasa, Goldfish.
- (b) Beakers para solvente.
- (c) Dedales de extracción, alundum.

Reactivos

- (a) Eter dietílico, anhidro.

Si no hay éter anhidro disponible, se prepara según el procedimiento siguiente: Lave éter comercial con 2 o 3 porciones de agua y agréguele hidróxido de sodio o hidróxido de potasio; deje hasta que la mayor parte del agua se separe del éter y decántelo en una botella seca. Agréguele unos pedazos pequeños de sodio metálico que hayan sido limpiados cuidadosamente y permita que la evolución del hidró-

geno cese. Almacene el éter, así deshidratado, sobre sodio-metálico en botellas con la tapadera floja. Póngale granos-de zinc a los recipientes que contienen éter tanto nuevo como usado, con el objeto de prevenir la formación de peróxidos peligrosos.

Procedimiento

(a) Pese por diferencia de 1.5 a 2.0g. de muestra y colóquelos en un dedal de extracción, limpio y previamente-extraído.

(b) Seque la muestra a 105°C durante la noche, o use la muestra proveniente de la determinación de materia seca.

(c) Limpie y seque los beakers para solventes en la-estufa a 105°C por una hora. Colóquelos en el secador y enfríelos a temperatura del laboratorio; péselos y registre - el peso (tara).

(d) Coloque el dedal y la muestra en el recipiente - para muestras y fíjelo bajo el condensador del aparato de - extracción Goldfish. Agregue de 30 a 40 ml. de éter dieti-lico al beaker del solvente y colóquelo sobre el condensa--dor, asegurándolo con el anillo de rosca el cual se debe a-pretar con la mano, tanto como sea posible. Abra la llave - del agua que enfría el condensador; suba las placas calien--tes hasta que se pongan en contacto con los beakers y pren-

los calentadores. Observe si hay escapes de éter después de que éste comienza a hervir y a condensarse. Cuando el nivel del éter en el beaker baje a un nivel constante, debido a -- que una porción siempre está volatilizándose y condenándose, el aparato puede dejarse solo y realizar observaciones pe-- riódicas. El período de extracción es de 16 horas.

(e) Después de que la extracción se complete, baje -- los calentadores y permita que el dedal drene completamente. Remueva las muestras y coloque en su lugar los tubos de vi-- drio para recoger el éter. Vuelva a colocar los beakers y suba las placas calientes y destile el éter en los tubos re-- cibidores. Poco antes de que el éter en los beakers se eva-- pore hasta sequedad, baje las placas calientes y remueva -- los beakers. Vacíe el éter de los tubos recibidores en un -- recipiente especial para conservar el éter usado. Complete-- la evaporación al aire del éter que queda en los beakers, -- dejándolos sobre la mesa de trabajo durante un rato.

Seque los beakers en un estufa a 105°C, a prueba de-- explosión, por 30 minutos; después enfríelos en el deseca-- dor a temperatura del laboratorio y péselos.

Cálculos

Porcentaje de extracto etéreo en base "parcialmente-- seco" o "tal como ofrecido":

$$\frac{\text{peso del extracto etéreo} \times 100}{\text{peso de la muestra.}}$$

Conversión a base seca:

(a)
$$\frac{\% \text{ de extracto etéreo en la muestra "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en base "tal como ofrecido"}}$$

o

(b)
$$\frac{\% \text{ de extracto etéreo en base "parcialmente seco"} \times 100}{\% \text{ de materia seca de la muestra "parcialmente seco"}}$$

DETERMINACION DEL EXTRACTO LIBRE DE NITROGENO

Principio

El extracto libre de nitrógeno (ELN) de un alimento se determina por diferencia después de que se han completado los análisis para ceniza, fibra cruda, extracto etéreo y proteína cruda. El extracto libre de nitrógeno es necesario para realizar el cálculo del total de nutrientes digeribles (TND).

Cálculo

Porcentaje de ELN en base seca =

$$100 - (\% \text{ ceniza} + \% \text{ fibra cruda} + \% \text{ extracto etéreo} + \% \text{ proteína todo en base seca})$$

Ejemplo. Teniendo los siguientes valores en base seca: ceniza 7.2%; fibra cruda 32.7%; extracto etéreo 3.3% y proteína cruda 15.3%, el cálculo se haría de la siguiente manera:

$$100 - (7.2 + 32.7 + 3.3 + 15.3) = 41.5 \%$$

Método de conversión a base "tal como ofrecido" (este procedimiento sirve para cualquier componente de un ali

imento).

$$\frac{\% \text{ del componente en \% de materia seca de la muestra}}{\text{base seca}} \times \frac{\text{en base "tal como ofrecido"}}{100} \times 100$$

Ejemplo. Conversión del ELN de base seca, a base "tal como ofrecido":

(a) Contenido de materia seca del alimento = 89.3%

(b) Contenido de ELN del alimento. en base seca= 41.5 %

$$\text{Entonces: } \frac{41.5}{100} \times \frac{89.3}{100} \times 100 = 37.1 \% \text{ ELN en base "tal como ofrecido"}$$

DETERMINACION DE NITROGENO Y PROTEINA

C RUDA

Principio

El nitrógeno de las proteínas y otros compuestos se transforma a sulfato de amonio por medio de la digestión -- con ácido sulfúrico en ebullición. El residuo se enfría, se diluye con agua y se le agrega hidróxido de sodio. El amonio presente se desprende y a la vez se destila y se recibe en una solución de ácido bórico que luego es titulada con ácido sulfúrico estandarizado.

Existe también un procedimiento alternativo que utiliza ácido sulfúrico estandarizado para recoger el amonio y una base estandarizada para titular el exceso de ácido en caso de que se pase el punto de titulación.

Ambos métodos ofrecen resultados satisfactorios pero con el segundo existe economía de reactivos. Sin embargo, por el método del ácido bórico, se economiza bastante tiempo ya que este ácido, no tiene que ser estandarizado o medido con precisión y tampoco hay complicaciones al absorber todo el amonio destilado cuando se trabaja con muestras de alto contenido de nitrógeno.

Equipo

- (a) Aparato de digestión y destilación macro-Kjeldahl
- (b) Frascos (balones) de Kjeldahl de 650 ml.
- (c) Frascos Erlenmeyer de 500 ml.
- (d) Dos buretas.

Reactivos

- (a) Solución indicadora (0.1% rojo de metilo y 0.2% verde de bromocresol en alcohol, de 95%.
- (b) Solución estandarizada de ácido sulfúrico; 0.1N. Estandarice el ácido contra tris(hidroximetil) aminometano, conocido también como 2 amino-2- (hidroximetil)-1,3-propano diol que tiene un peso equivalente de 121.14 g. Una muestra de 0.3029 g. disuelta en agua es equivalente a 25 ml. de 0.10 N H_2SO_4 . Use la solución indicadora (a). Corra tres determinaciones como mínimo y promedie el resultado de las tres.
- (c) Acido sulfúrico concentrado, 93-98% grado de ---

reactivo.

(d) Mezcla catalizadora. Mezcle 7% de sulfato de cobre fino, cristalino, grado de reactivo con sulfato de potasio grado de reactivo. (También se consigue la mezcla ya preparada en paquetes.)

(e) Cinc en gránulos.

(f) Solución de hidróxido de sodio, libre de nitrógeno. Disuelva 450 g. de hidróxido de sodio por litro de a--gua. Generalmente se preparan 18 a 25 litros de una sola -vez y esto se logra mezclando cantidades pequeñas de agua -e hidróxido de sodio en forma alterna en un recipiente grande de metal, y la solución se va mezclando con una varilla-de metal o de vidrio hasta que el sodio quede completamente disuelto cada vez que se agrega. Déjese la solución en reposo durante toda la noche para que enfríe y luego viértala-a una botella de polietileno con la ayuda de un pichel de -porcelana.

(g) Solución de ácido bórico al 4%. Disuelva 40 g. -de ácido bórico por litro de agua y agregue 5 ml. de la solución indicadora.

Reactivos para el procedimiento alternativo

(a) Prepare todo los reactivos descritos anteriormente del punto (b) al (f) inclusive.

(b) Solución de hidróxido de sodio; 0.1 N. Agregue 4 g. de NaOH grado de reactivo. por litro de agua destilada (libre de CO_2). Estandarice el hidróxido de sodio contra biftalato de potasio que tenga un peso equivalente a 25 ml. de 0.10 N NaOH.

(c) Indicador rojo de metilo. 0.2% rojo de metilo en alcohol etílico de 95%.

Procedimiento

(a) Pese por diferencia una muestra que contenga aproximadamente de 25 a 50 mg. de nitrógeno. Cuando se trate de muestras de alimento, la cantidad puede oscilar entre 1.5 y 2.0 g; para heces frescas, de 4 a 6 g. y para orina fresca, 5 ml. pero además se debe pesar ya que la orina varía mucho en gravedad específica.

Para evitar la pérdida de material en muestras sólidas, coloque un papel filtro en un embudo, ponga la muestra en el papel y arróllelo en la parte superior a manera de sellar la muestra y deposítela con todo y papel en el balón de Kjeldahl donde se va a digerir.

(b) Corra simultáneamente con las muestras, dos blancos (papel de filtro) en todos los pasos del procedimiento, y réstele a la titulación de las muestras, la titulación -- del blanco. Generalmente el valor promedio del blanco sirve para las muestras que se corren durante el día.

(c) Agregue 10 g. del catalítico con una cuchara de medir y luego 25 ml. de ácido sulfúrico concentrado. Para muestras con bajo contenido de nitrógeno, aumente la cantidad de ácido sulfúrico en 10 ml. por cada gramo adicional de materia orgánica sobre una muestra de 2 g.

(d) Coloque los balones en los calentadores del aparato Kjeldahl y póngalos a funcionar simultáneamente con el abanico extractor. Mantenga en observación el proceso de digestión hasta que cese la formación de espuma. Si la espuma en una muestra determinada sube por el cuello del balón, retire el frasco del calentador para que la espuma desaparezca y luego vuelva a colocarlo. Cuando se trata de muestras líquidas, la formación de espuma es común.

La digestión debe proseguir hasta que haya transcurrido 30 minutos después de que la solución se aclare y todo el carbón se haya oxidado; se deben rotar los balones ocasionalmente durante todo el procedimiento. Terminada esta fase, se apagan los calentadores y se dejan enfriar los balones manteniendo prendidos los extractores para permitir el escape de todos los gases.

(e) Antes de que se solidifique el residuo digerido, agregue con cuidado 250 ml. de agua fría del grifo mientras se terminan de enfriar los balones con agua corriente. Si el material residual se ha solidificado, disuélvase éste mediante la rotación de los balones antes de continuar el procedimiento.

(f) Agregue 50 ml. de la solución de ácido bórico a los frascos Erlenmeyer de 500 ml. y colóquelos bajo los extremos de los tubos de destilación ligeramente sumergidos en la solución. (Véase el procedimiento alterno más adelante).

(g) Conecte el agua en los condensadores y ponga a funcionar los calentadores del sistema de destilación para que estén calientes cuando se inicie ésta. Así se evita que el ácido bórico suba hacia los balones de destilación.

(h) Agregue con cuidado 110 ml. de NaOH a cada balón, manteniéndolo inclinado para que la solución se deslice por sí un costado hasta el fondo. Si en el proceso de digestión empleó más cantidad de ácido sulfúrico (c) de lo necesario - agregue 35 ml. de NaOH por cada 10 ml. de H_2SO_4 adicional. - Agregue unos gránulos de cinc al balón (1_2g.) y rapidamente conéctelo al condensador. Una vez ajustado el tapón del condensador, mezcle el contenido del balón rotándolo suavemente

Los iones de cobre formarán un complejo amonio-cúprico de color azul oscuro que indica la presencia de suficiente NaOH para neutralizar el exceso de ácido sulfúrico y permitir la liberación del amonio.

(i) Destile unas dos terceras partes del contenido - del balón o hata que se hayan recogido unos 200 ml. del destilado en los frascos Erlenmeyer. Retire los frascos Erlenmeyer y luego apague los calentadores, permitiendo así que - los condensadores terminen de destilar por unos cinco minutos mientras tanto los balones de kjeldahl se van enfriando. Lave los tubos de los condensadores con agua neutra que haya sido previamente titulada con un indicador y ácido sulfúrico.

(j) Titule el amonio recogido con ácido sulfúrico estandarizado a 0.1 N, hasta obtener un color morado muy tenue, o que desaparezca del todo el color.

(k) Vacíe los frascos Erlenmeyer y déjelos drenar -- con la boca hacia abajo en una parrilla. Quedarán listos-- para la próxima destilación sin necesidad de volverlos a lavar a lavar.

(l) Vacíe el contenido de los balones kjeldahl pasándolo por un cedazo para recobrar los gránulos de cinc que pueden ser usados nuevamente. Enjuague los balones en agua del grifo y póngalos a drenar en una parrilla. Quedarán -- listos para la próxima digestión.

Procedimiento alterno

(a) Pese, digiera y diluya la muestra tal como se describe en los puntos (a) hasta (e) anteriormente descritos.

(b) Agregue a los frascos Erlenmeyer de 500 ml. exactamente 50 ml. de ácido sulfúrico estandarizado a 0.1 N en lugar del ácido bórico y colóquelos en los condensadores -- tal y como se explica en el paso (f) anterior. Continúe el procedimiento a través de la destilación como se indica en los pasos (g) (h) e (i).

(c) Agregue 5 gotas de la solución indicadora de rojo de metilo. Con la solución estandarizada de hidróxido de sodio 0.1 N, titule el exceso de ácido sulfúrico que no ha sido neutralizado por la amonía.

Nota: si la titulación de un valor de cero, entonces significa que la muestra contiene mucha amonía para ser absorbida por 50 ml. de H_2SO_4 0.1N. En este caso, repita la determinación con una muestra más pequeña o un volumen mayor de ácido sulfúrico estandarizado.

(d) Continúe el procedimiento tal y como se describe en los pasos (k) y (l) anteriormente citados.

Cálculos

(a) Cuando se emplea el ácido bórico, el porcentaje de nitrógeno en la muestra se calcula de la manera siguiente

$$\text{Porcentaje de nitrógeno en la muestra} = \frac{\text{ml. de ácido en titulación} - \text{ml. de ácido del blanco}}{\text{peso de la muestra en gramos}} \times \frac{N \text{ del ácido}}{100}$$

$$\text{Porcentaje de nitrógeno en} = \frac{\text{ml. de ácido en titulación de la muestra} - \text{ml. de ácido en titulación del blanco} \times 0.014 \times 100}{\text{Peso de la muestra en gramos}}$$

(b) Para calcular el porcentaje de nitrógeno en la muestra cuando se usa ácido sulfúrico para recoger la amonía:

$$\text{Porcentaje de nitrógeno en la muestra} = \frac{\text{ml. de n del ácido} \times \text{ml. de base en titulación} \times \text{base} \times 0.014 \times 100}{\text{Peso de la muestra en gramos}}$$

(c) para convertir porcentaje de nitrógeno a porcentaje de proteína cruda:

$$\text{Proteína cruda} = \text{N\%} \times 6.25.$$

Ajuste del porcentaje de proteína cruda a base seca :

$$\text{(a) } \frac{\% \text{ de proteína de muestra "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en muestra "tal como ofrecido"}}$$

o

$$\text{(b) } \frac{\% \text{ de proteína en muestra "parcialmente seco"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en muestra "parcialmente seco"}}$$

DETERMINACION DE FIBRA POR EL METODO'
'ACIDO-DETERGENTE '

'Principio'

Este procedimiento permite una rapida determinación - de la lignocelulosa en los alimentos. Sin embargo en esta - fracción también aparece el silice la diferencia entre el va - lor de las paredes celulares y la fibra ácido-detergente a - sido de una estimación del valor de la hemicelulosa ya que - esta diferencia también incluye una fracción de proteína ad - herida a las paredes celulares. El metodo de fibra por ácido detergente también se emplea como paso preliminar en la deter - minación de la lignina.

Equipo

(a) el mismo que se emplea para la determinación de - las paredes celulares (vease página 2801).

Reactivos

(a) Solución ácido detergente Acido sulfurico, grado reactivo, estandarizado a 1N. Ello se logra agregando ----- 49.04g. de H_2SO_4 por litro de agua destilada. Para preparar-

18 litros de solución; se necesitan 882.72 g. de H_2SO_4 . Agregue 20 g. de bromuro de amonio cetyl trimetil (CTAB), - grado técnico por litro de la solución 1 N de H_2SO_4 . o 360 g. por 18 litros y agítese para facilitar la disolución.

(b) Decalin, Decahidronaftaleno.

(c) Acetona, grado de reactivo.

(d) Hexano, grado de reactivo.

Procedimiento

(a) Pese por diferencia aproximadamente 1 gramo de muestra y despósitela en un beaker u otro recipiente adecuado para reflujo.

(b) Agregue 100 ml. de solución de ácido-detergente a temperatura ambiente, y 2 ml. de decahidronaftaleno. Caliente la solución para que hierva en el termino de 5 a 10 minutos. Cuando se inicia la ebullición, baje el calor para evitar la formación de espuma y mantengase en reflujo por 60 minutos contados a partir del inicio de la ebullición -- que debe ser lenta durante todo el procedimiento.

(c) Filtrese la solución con poca succión, a través de un crisol previamente tarado que podría ponerse en serie en el tubo de unión múltiple diseñado para fibra cruda. Con una varilla de vidrio afloje la capa de muestra que se ha compactado en el fondo del crisol y lávela 2 veces con agua caliente (90-100°C). Lave los lados del crisol de la misma manera.

(d) Repita igualmente el lavado con acetona hasta que desaparezca totalmente el color, desintegrando cualquier grumo que se haya formado para que el solvente entre en contacto con todas las partículas de fibra.

(e) Lave la muestra con hexano mientras aún contenga acetona (el hexano se puede omitir si la formación de grumos no constituye un problema.

Mantenga la muestra bajo succión hasta que se libere del hexano y séquela a 105°C por 8 horas o durante toda la noche; luego se saca de la estufa, se enfría en un desecador y se pesa.

Cálculos

Porcentaje de fibra ácido detergente en base " parcialmente seco" o " tal como ofrecido":

$$\frac{(\text{peso del crisol} + \text{fibra} - \text{peso del crisol tarado}) \times 100}{\text{peso de la muestra}}$$

Ajuste a base seca:

$$(a) \frac{\% \text{ de fibra \u00e1cido detergente en muestra "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en la muestra "tal como ofrecido"}}$$

o

$$(b) \frac{\% \text{ de fibra \u00e1cido detergente en muestra "parcialmente seco"} \times 100}{\% \text{ de materia seca de la muestra "parcial mente seco"}}$$

DETERMINACION DE LIGNINA POR EL METODO ACIDO-DETERGENTE

Principio

Este procedimiento utiliza como primer paso, la t\u00e9cnica empleada para la determinaci\u00f3n de fibra. El detergente extrae la prote\u00edna y otros materiales solubles en \u00e1cido que interfieren con la determinaci\u00f3n de la lignina. El principio de este procedimiento estriba en que el residuo de la fibra \u00e1cido detergente, consiste principalmente de lignocelulosa de cuyo compuesto se disuelven y separa la celulosa por medio de la soluci\u00f3n de H_2SO_4 al 72%, quedando la lignina y -- la ceniza no - soluble en \u00e1cido. Tambi\u00e9n la cutina, contenida en cantidades apreciables en ciertas muestras, se toma como si fuera parte de la lignina.

Equipo

(a) El mismo equipo necesario para la determinación de la fibra ácido detergente (véase página 3201).

(b) Bandeja de vidrio.

(c) Horno de incineración., con control de temperatura a 500°C.

Reactivos

(a) ácido sulfúrico, 72%. Como preparar un litro de solución:

$$\frac{100 \times 98.02 \text{ peso molecular} \times 12 \text{ mols}}{\% \text{ de } H_2SO_4 \text{ en la solución del mismo}} = \text{g. de } H_2SO_4 \text{ necesarios.}$$

$$(b) 1000 \times 1.364^+ \text{ g. } H_2SO_4 = \text{g. de } H_2SO_4 \text{ necesarios.}$$

Pese el agua necesaria (b) en un beaker de 2000 ml, y en un recipiente aparte, pese al ácido que se va a necesitar. lentamente agregue el ácido al agua contenida en el beaker de 2000 ml., asentado en agua fría y agítese ocasionalmente con una varilla de vidrio. Determine la gravedad específica de una alicuota de 5 ml. de la solución (a 20°C)

+ gravedad específica de la solución de H_2SO_4 al 72%.

con una pipeta volumétrica, colocando la muestra en una botella de pesar tapada y pesándola en una balanza analítica. Ajuste la gravedad específica a 1.634 a 20°C mediante el agregado de cantidades pequeñas y medidas de agua o de ácido.

Procedimiento

(a) El primer paso es el de preparar la fibra ácido-detergente tal como se describe en la página 3201.

(b) Coloque los crisoles en la bandeja de vidrio y ésta en forma tal que tenga un extremo más levantado que el otro (2cm.) para que el ácido drene libremente.

(c) Cubra el contenido de los crisoles con el H_2SO_4 al 72% frío y mézclese con una varilla de vidrio hasta formar una pasta suave, deshaciendo todos los grumos. Llene los crisoles hasta la mitad con el ácido y mezclese nuevamente, dejando la varilla de vidrio dentro del crisol. Vuelyase a llenar con H_2SO_4 al 72% y mézclese a intervalos de una hora mientras el ácido va drenando. No es necesario mantener los crisoles llenos todo el tiempo; con 3 agregados es suficiente.

(d) Mantenga los crisoles a temperatura de 20 a 23°C

(e) Transcurridas 3 horas, extraiga tanto ácido como sea posible con vacío.

Con vacío. Lave el residuo otra vez con H_2SO_4 al 72% y extráigalo.

(f) Lave el contenido de los crisoles con agua caliente (85-95°C) hasta que quede libre del ácido. Remuévalas la varilla de vidrio.

(g) Seque los crisoles durante la noche a 100°C de temperatura y luego péselos.

(h) Incinere el contenido de los crisoles en un horno a 500°C durante 3 horas: espere a que baje la temperatura a 250°C y péselos a un desecador par que terminen de enfriar y luego péselos.

Cálculo

Porcentaje de lignina en base " tal como ofrecido" o "parcialmente seco":

$$\frac{(\text{peso del crisol y lignina} - \text{peso del crisol y cenizas}) \times 100}{\text{peso de la muestra}}$$

$$(b) \frac{\% \text{ de lignina en muestra "parcialmente seco"}}{\% \text{ de materia seca en muestra "parcialmente seco"}} \times 100$$

DETERMINACION DE LIGNINA, CELULOSA Y SILICE
(CENIZAS INSOLUBLES) POR PERMANGANATO

Principio

Un método indirecto para la determinación de la lignina por medio del permanganato, permitela determinación de la celulosa y cenizas insolubles también. La determinación de cenizas insolubles es una manera de estimar el contenido de sílice que en muchos forrajes, es factor sobresaliente en la reducción de la digestibilidad. El método de lignina por permanganato presenta una alternativa al método del ácido sulfúrico al 72%. Considerando que cada uno tiene sus propias ventajas, la escogencia del método depende de las muestras que se van a analizar y el uso que se le destine a los resultados.

La ventaja del método por permanganato sobre el método del ácido sulfúrico al 72% pueden resumirse en los siguientes puntos:

- (1) El procedimiento es más corto:
- (2) Los reactivos son menos corrosivos y no exigen normalización. -
- (3) Los resultados están menos afectados por el da

ño que sufre la muestra debido al calor de los aparatos empleados y por consiguiente, se aproximan más al verdadero - valor de contenido en lignina.

Sin embargo, la cutina que es una fracción muy importante en muchas de las cubiertas exteriores de la semi--llas, no se determinan con este método. Una variación que se introduce en estos casos, es la de preparar el permanganato para celulosa y tratar la muestra con ácido sulfúrico--al 72% y asbestos, por espacio de 3 horas. Este procedimiento resulta en el fraccionamiento de la lignina cruda en las dos fracciones descritas seguidamente.

Una desventaja que se le puede atribuir al método--por permanganato, es que las partículas de mayor tamaño no--las penetran completamente los reactivos y por lo tanto en--estos casos, los resultados dan valores bajos. En consecuencia, los materiales con alto contenido de humedad deberán - secarse parcialmente y molerse a través de un tamiz de 1 mm. para reducir el tamaño de las partículas. Este método por - lo tanto no es adecuado para heces y forrrajes frescos que--han sido molidos en un molino para carnes, cuya forma físicca es inapropiada. Debido a la posibilidad de dañar la - muestra con calor, es preferible usar ácido sulfúrico al 72% para determinar lignina.

Teoría del método: los materiales que interfieren con la determinación, se separan con la preparación de la fibra ácido-detergente que está compuesta principalmente -- por lignina, celulosa y minerales insolubles. La lignina se oxida con una solución de ácido acético amortiguada con permanganato de potasio conteniendo hierro trivalente y plata -- monovalente como catalíticos. Los óxidos de manganeso y hierro que se depositan, se disuelven con una solución alcohólica de ácido oxálico é hidrociorhídrico, permanenciando la celulosa y los minerales insolubles. El contenido de lignina se determina en base a la pérdida de peso de la muestra, ocasionado por los tratamientos a que ha sido sometida: mientras que la celulosa se determina en base en la pérdida de peso de la muestra al ser incinerada. El residuo de cenizas consiste principalmente de sílice y gran parte del material no silicato residual, puede eliminarse por medio del lavado con ácido hidrobrómico concentrado.

Equipo

(a) El mismo que se emplea en la determinación de lignina ácido detergente (página 3301).

Reactivos

(a) Permanganato de potasio. saturado disuelva 50g. de KMnO_4

grado de reactivo por litro de agua destilada o 900 g. KMnO_4 para un volúmen de 18 litros de agua destilada. Manténgase la solución protegida de la luz solar directa.

(b) Solución buffer de lignina. Para preparar un litro de solución, disuelva 6.0 g. de nitrato férrico nonahidratado $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y 0.15 g. de nitrato de plata en 100 ml. de agua destilada. Combine esta mezcla con 500 ml. de ácido acético glacial y 5.0g. de acetato de potasio (grado de reactivo). Agregue 400 ml. de alcohol butílico terciario (grado de reactivo) y mézclase la solución. Para preparar 12 litros se emplean las siguientes cantidades de reactivos;

Nitrato férrico nonahidratado	72.0 g.
Nitrato de plata	1.8 g.
Acido acético	6.0 litros
Acetato de potasio	60.0 g.
Alcohol butílico terciario	4.8 litros
Agua destilada	1.2 litros

(c) Solución de permanganato combinada. Antes de ser usada, combine y a la vez mezcle la solución de permanganato de potasio saturada con la solución buffer de lingina en la relación de 2:1 por volúmen. La porción no utilizada de esta mezcla puede mantenerse por una semana en refrigera

ción en ausencia de luz. Esta solución puede utilizarse si - mantiene el color morado y está libre de precipitado.

(d) Solución desmineralizadora. Para cada litro - de solución. disuelva 50 g. de ácido oxálico dihidratado en 700 ml. de alcohol etílico de 95%. Agregue 50 ml. de ácido hidrociorhídrico concentrado (aproximadamente 12 N) y 250 ml. de agua destilada y luego mézclese. Para preparar 18 litros se emplean las siguientes cantidades de los reactivos:

Acido oxálico	900.0 g.
Etanol 95%	12.5 litros
Acido hidrociorhídrico conc.	900.0 ml.
Agua destilada	4.5 litros

(e) Alcohol etílico de 80%. Para un litro mezcle - 155ml. de agua destilada y 845 ml. de alcohol etílico de -- 95%. Para preparar 18 litros mezcle 2.8 litros de agua destilada y 15.2 litros de alcohol etílico de 95%.

(f) Acido hidrobrómico, grado de reactivo.

Procedimiento

(a) El residuo de la determinación de fibra por el

método ácido detergente puede utilizarse (aplicando el peso original de la muestra). Si no se usa este residuo, se deben seguir los pasos (b), (c) y (d) a continuación.

(b) Pese aproximadamente un gramo de muestra que ha ya sido previamente molida através de un tamiz de 1 mm. Si la muestra tuviera más de 15% de lignina, use 0.5 g.

(c) Se coloca el crisol en un horno de incineración a 500°C por espacio de una hora o más y luego se enfría en desecador y se pesa.

(d) Prepare la fibra ácido detergente de acuerdo al procedimiento descrito en la página 3201.

(e) Coloque los crisoles que contienen la fibra ácido detergente en una bandeja de vidrio de poca profundidad que tenga aproximadamente una capa de 1 cm. de espesor de agua fría. La fibra dentro de los crisoles no se debe mojar.

(f) Agréguele a los crisoles aproximadamente 25 ml. de la solución combinada de permanganato de potasio sin llenarlos demasiado. Ajuste el nivel del agua en la bandeja a manera de reducir la corriente de paso de la solución a través de los crisoles. Coloque una varilla corta de vidrio en cada crisol, con el objeto de revolver su contenido, desha-

cer los grumos y bañar todas las partículas que se adhieren a las paredes internas del crisolo con la solución de permanganato.

(g) Permítase a los crisoles permanecer 90 ± 10 minutos a temperatura de 20 a 25°C agregando si fuera necesario, una cantidad adicional de la solución combinada de permanganato. Hay que recordar que el color morado lo debe conservar constantemente.

(h) Traslade los crisoles al dispositivo de filtración y filtre toda la porción líquida remanente. No se lave la muestra. Coloque seguidamente los crisoles en bandejas limpias de vidrio o porcelana y llénelos hasta la mitad con la solución desmineralizadora. Después de transcurridos unos 5 minutos, filtre la porción líquida remanente y vuélvase a llenar hasta la mitad con la misma solución. Se debe tomar la precaución de evitar el derrame debido a la producción de espuma. Repita la adición de la solución desmineralizadora por tercera vez si se nota que el filtrado del segundo tratamiento se encuentra de color café oscuro. Lave las paredes internas de los crisoles con una corriente fina de la solución desmineralizadora contenida en una botella de lavado por compresión, hasta que el color de la fibra sea el blanco. El tiempo total necesario en este paso es de 20 a 30 minutos.

(i) Llene y lave el contenido de los crisoles con alcohol-etílico de 80%; fíltrelo y repita este lavado por dos veces consecutivas.

Lave y filtre la muestra dos veces también con acetona, de igual manera que se hizo con el alcohol.

1. Para obtener el contenido de lignina.

Seque los crisoles durante la noche a 105°C de temperatura; luego déjense enfriar en un desecador y péselos. El contenido de lignina se calcula en base a la pérdida en peso original de la fibra obtenida por el método ácido detergente.

2. Para obtener el contenido de celulosa.

Incínere la muestra procedente de la determinación de lignina a 500°C durante 3 horas; déjese enfriar en un desecador y pésela. La pérdida de peso equivale al contenido de celulosa.

3. Para obtener el contenido de sílice.

Se puede obtener un valor supuesto del contenido de sílice mediante la percolación del residuo de ceniza en los crisoles, con ácido hidrobromico concentrado (48%) hasta que todo el color haya desaparecido. (La muestra que se usa en este caso es el residuo de cenizas obtenido anteriormente

en la determinación de celulosa). Se lava la muestra con acetona y se filtra. Luego se incinera a 500°C por 3, se enfría en desecador y se pesa. (Este paso no es necesario si el residuo de ceniza es menor del 2% de la muestra original).

Precauciones:

a) Los crisoles que contienen la fibra con un contenido alto a su vez en lignina, necesitarán una mayor cantidad de la solución de permanganato, pero evite el uso de cantidades innecesarias.

b) La aparición de un color amarillo o café es indicativo de que el permanganato se ha agotado.

c) Si el crisol está lleno, filtre la solución con ayuda del vacío y agréguele más solución.

d) Si persiste un color amarillo después de haber tratado la fibra con la solución desmineralizadora, ello es indicativo de una remoción incompleta de la lignina. Esto ocurre únicamente en materiales con un alto contenido de lignina.

e) La cutina presente en algunas cubietas de semillas y otras plantas, oxidada con el permanganato y por lo tanto no aparece como parte de la fracción de lignina, ni se blan-

quea con los tratamientos.

f) Las cubiertas de las semillas aparecen como manchas o vetas de colores entre las partículas de celulosa y no deben confundirse con un proceso de oxidación incompleta.

g) Un exceso en el uso y por lo consiguiente en el paso de la solución de permanganato a través de los crisoles debe evitarse cuando se trata de muestras con un contenido bajo de lignina; principalmente con los pastos tiernos o inmaduros en cuyo caso, una sólo aplicación de permanganato es suficiente. La fibra en los pastos inmaduros es rápidamente deslignificada y por lo tanto, existe el peligro de una pérdida de los carbohidratos contenidos en la celulosa, si se usa un exceso de la solución.

H) Se puede obtener una disminución en el tiempo de paso de la solución a través del crisol mediante el ajuste del nivel de agua en la bandeja, regulándolo a una altura casi igual a la que tiene la solución dentro del crisol.

i) Las precauciones descritas anteriormente no es necesario tomarlas al usar la solución desmineralizadora.

Cálculos

Porcentaje de lignina en base "parcialmente seco" -
o "tal como ofrecido":

$$\frac{(\text{peso fibra ácido detergente} - \text{peso residuo de fibra por permanganato}) \times 100}{\text{peso de la muestra antes de la determinación de fibra ácido detergente}}$$

Porcentaje de celulosa en base "parcialmente seco";
o "tal como ofrecido":

$$\frac{(\text{peso del crisol} + \text{residuo de fibra por permang.} - \text{peso crisol y ceniza}) \times 100}{\text{peso de la muestra antes de la determinación de fibra ácido detergente}}$$

Porcentaje de sílice en base "parcialmente seco" o
"tal como ofrecido".

$$\frac{(\text{peso de la ceniza después del lavado con ácido hidrobromico}) \times 100}{\text{peso de la muestra antes de la determinación de fibra ácido detergente}}$$

Ajuste a base seca (lignina, celulosa o sílice):

$$(a) \frac{\% \text{ analizado en muestra "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en muestra "tal como ofrecido"}}$$

o

$$(b) \frac{\% \text{ analizado en muestra "parcialmente seco"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en muestra "parcialmente seco"}}$$

PREPARACION DE LA SOLUCION DE CENIZAS PARA LA
DETERMINACION DE CALCIO, MAGNESTO Y FOSFORO

Principio

La ceniza soluble se diluye en un medio ácido y la fracción insoluble se descarta por separación en el filtrado.

Equipo

(a) Calentador de plantilla.

Reactivo

(a) Acido clorhídrico concentrado.

Procedimiento

(a) Una vez incinerada la muestra y enfriado el --
crisol, agréguele 5 ml. de HCl concentrado.

(b) Agregue unos 20 ml. de agua destilada y ponga-
el crisol en un calentador de plantilla a 100°C y evapore el
líquido a unos 10 ml.

(c) Agregué 10 ml de agua destilada y caliente a

unos 90° C. Enfríe la solución y fíltrela en un papel de -- filtro de bajo contenido de ceniza (Sharkskin, S & S) usando un embudo de espiga larga, para que caiga el filtrado en un frasco volumétrico de 100 ml. Enjuague, el crisol y pase por el papel de filtro agua destilada de manera que también caiga dentro del frasco.

(d) Lleve la solución a volúmen con agua destilada.

(e) Conserve la solución para la determinación de calcio, magnesio y fósforo.

DETERMINACION DE CALCIO

Principio

El ácido etilenodiamino tetra acético (EDTA) forma, en soluciones básicas, un complejo soluble y ligeramente ionizado con calcio y magnesio lo mismo que con muchos otros metales. Cuando el ion magnesio está presente, un buen punto final se observa con el indicador negro de eriocromo. El -- calcio es fijado por el EDTA antes que el magnesio, de tal manera que una solución desconocida de calcio que contenga una cantidad conocida de magnesio se puede titular con EDTA para determinar el calcio presente. La interferencia por --

otros iones debe eliminarse.

Equipo

(a) Microburetas.

Reactivos

(a) Solución buffer. Mezcle 67.5 gramos de clorhidrato de amonio con 570 ml. de hidróxido de amonio concentrado y llévese a 1 litro de volúmen.

(b) Indicador. Disuelva 0.25 gramos de negro de eriocromo en 50 ml. de dietanolamina.

(c) Solución de sulfato de magnesio. Disuelva aproximadamente 2.0 gramos de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ en un litro de agua. Un título exacto de EDTA debe determinarse por titulación de la solución de sulfato de magnesio con la solución de EDTA. (1 ml. de la solución de sulfato de magnesio deberá ser evaluada en relación a la equivalencia en mililitros de solución de EDTA.

(d) Solución de EDTA. Disuelva 6.65 gramos del etileno diamino tetra acetato disódico, grado reactivo en suficiente agua para preparar un litro de solución. (1.0 ml.

EDTA deberá ser evaluado para saber a cuántos miligramos de calcio equivale.

(e) Oxalato de amonio saturado.

(f) Acido hidrociorhídrico concentrado.

(g) Indicador rojo de metilo. 0.1% en solución alcohólica. Disuelva 0.1 gramos en alcohol etílico de 95% y llévese a 100 ml. de volumen.

(h) Calcio normal. (Un miligramo de Ca por ml.). Disuelva 2.4973 g. de carbonato de calcio puro en aproximadamente 100 ml. de HCl diluido. Dilúyase con agua exactamente a 1 litro.

(i) Hidróxido de amonio al 1%. Diluya 10 ml. de NH_4OH reactivo en 1 litro de agua.

Procedimiento+

(a) Con una pipeta tome una alícuota de la solución de ceniza que contenga de 0.05 mg. a 1.5 mg. de calcio, y deposítela en un tubo de centrífuga cónico que contenga -

+Para la preparación de solución de ceniza, ver página 3651.

3 ml. de oxalato de amonio saturado.

(b) Adicione 1 gota de indicador rojo de metilo y ajuste el pH a 5.0 - 5.5 (color rosado tenue del indicador) usando una solución diluida de ácido hidrociorhídrico o de hidróxido de amonio. Mezcle el contenido completamente, - déjelo reposar por una hora y luego centrifúguese por 5 minutos a 3,000 rpm.

(c) Cuidadosamente vacíe el líquido sobrenadante, resuspenda el precipitado y lave los lados del tubo con aproximadamente 3 ml. de hidróxido de amonio al 1%. Centrifúguese nuevamente y de nuevo elimine el líquido sobrenadante.

(d) Disuelva el precipitado en 0.5 ml. de ácido hidrociorhídrico concentrado y lave la muestra con agua destilada en un beaker de 100 ml. Dilúyase aproximadamente a 30 ml. y adicione 5.0 ml. de la solución buffer y varias gotas del indicador negro de eriocromo.

(e) Con ayuda de una bureta, adicione 0.5 ml. de la solución de sulfato de magnesio. El color deberá ser vino tinto.

(f) Adicione la solución de EDTA con una bureta hasta que se obtenga un color azul definido, luego agregue de

0.1 - 0.5 ml. extra. Titule de nuevo con la solución de sulfato de magnesio hasta que se pierda el color azul y aparezca nuevamente el color vino tinto.

(g) Si no se obtiene un punto final definido, añada aproximadamente 0.25 gramos de cianuro de sodio a la muestra después de agregar el buffer.

Cálculo

Porcentaje de calcio en base "parcialmente seco" o "tal como ofrecido":

$$(a) \frac{\text{Titulación de Ca de EDTA ml. EDTA - EDTA x ml. MgSO}_4 \text{ (titulación de Mg del)}}{\text{ml. de alícuota de la solución de cenizas x peso de muestra en g.}} \times 100$$

antes de incinerar x 1000

100

o

$$(b) \frac{\text{Titulación de calcio del EDTA ml EDTA - EDTA x ml. MgSO}_4 \text{ (titulación de Mg del)}}{\text{ml. de alícuota de la solución de cenizas x peso de muestra en g.}} \times 100$$

antes de incinerar.

Ajuste a base seca:

$$(a) \frac{\% \text{ de calcio en muestra "tal como ofrecido"}}{\% \text{ de materia seca en muestra "tal como ofrecido"}} \times 100$$

$$(b) \frac{\% \text{ de calcio en muestra "parcialmente seco"}}{\% \text{ de materia seca en muestra "parcialmente seco"}} \times 100$$

DETERMINACION DE MAGNESTO

Principio

El ácido etilendiamino tetra acético (EDTA), forma en solución básica un complejo soluble y ligeramente ionizado con calcio y magnesio, lo mismo que con otros metales. Todos los iones de calcio forman un complejo en presencia de los iones de magnesio. Cuando se usa el indicador - Eríocromo negro T, se observa un buen punto final en presencia de iones de magnesio. El calcio se determina tal como se hizo en el procedimiento para calcio y la cantidad equivalente de EDTA se resta dejando la cantidad correspondiente a los iones de magnesio. Usando el equivalente de magnesio de la solución de EDTA titulada, se pueden calcular los miligramos de magnesio que contiene la muestra.

Equipo

(a) Microburetas.

Reactivos

(a) Solución buffer. Mezclense 67.5 g. de cloruro de amonio con 570 ml. de hidróxido de amonio concentrado -

y dilúyase a 1 litro.

(b) Indicador. Disuélvase 0.25 g. de Eriocromo negro T en 50 ml de dietanolamina.

(c) Solución de sulfato de magnesio. Disuelva aproximadamente 2 g. de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ en un litro de agua. El equivalente de EDTA de esta solución se debe determinar por titulación con la solución de EDTA. (1 ml. de la solución de sulfato de magnesio necesita ser evaluado para saber a cuantos mililitros de la solución de EDTA corresponde.

(d) Solución estandarizada de magnesio. Un miligramo por ml. Disuélvase 8.3606 g. de cloruro de magnesio 6-hidratado, en un pequeño volumen de agua dilúyase a 1 litro con agua.

Procedimiento+

(a) Tome con una pipeta, una alícuota de la solución de cenizas que contenga entre 0.02 y 1.5 mg. de magnesio, deposítela en un beaker de 100 ml. y dilúyase a 30 ml. con agua destilada.

+Véase la página 3651 para la preparación de la solución de ceniza.

(b) Agregue 5 ml. de la solución buffer y unas pocas gotas de la solución indicadora.

(c) Agregue de 0.2 a 0.5 ml. de la solución de sulfato de magnesio y titúlese con la solución de EDTA hasta obtener un color azul definido.

(d) Agregue de 0.2 a 0.5 ml. adicionales de la solución de EDTA, hasta que aparezca el primer tinte de color vino ténue en la solución azul.

(e) Si no se obtiene un punto final claro, adicione 0.25 g. de cloruro de sodio a la muestra después de que la solución buffer se haya agregado. Limpie el equipo con cuidado de tal manera que no haya contaminación de otro equipo o de la persona que corre los análisis. Si hay interferencia y ésta persiste, véase la cita bibliográfica.

Cálculo

Porcentaje de magnesio en base "parcialmente seco"

o " tal como ofrecido":

equivalente en magnesio de la solución de EDTA	ml. de EDTA titulados	ml. de EDTA equivalentes de calcio en alícuota	ml. de EDTA equivalentes de MgSO ₄ añadido	x 100
ml. de solución alícuota de ceniza x peso de muestra incinerada en g.				

Conversión a base seca:

- (a) $\frac{\% \text{ de magnesio en base "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca de la muestra "tal como ofrecido"}}$
- (b) $\frac{\% \text{ de magnesio en base "parcialmente seco"} \times 100}{\% \text{ de materia seca de la muestra "parcialmente seco"}}$

DETERMINACION DE FOSFORO

Principio

El ion de ortofosfato reacciona con molibdato de amonio para formar un compuesto de molibdato de fósforo. El compuesto de molibdato de fósforo se reduce a azul de molibdeno con ácido amino naftol sulfónico. El color azul formado está en proporción directa con el ortofosfato presente.

Equipo

- (a) Espectrofotómetro, Spectronic "20", o su equivalente.

Reactivos

- (a) Solución normal de fósforo; 0.1 mg. de fósfo-

ro por ml. Disuelva 0.4394 g. de KH_2PO_4 puro y seco en 300 ml. de agua destilada y 200 ml. de ácido sulfúrico, 1N. Agregue unas pocas gotas de permanganato de potasio al 2%, - como preservativo y dilúyase con agua a 1 litro. Para obtener soluciones normales, dilúyase tal y como sea necesario

(b) Solución de ácido sulfúrico, 10 N. Vacíe con cuidado 280 ml de ácido sulfúrico concentrado en 720 ml. de agua.

(c) Reactivo de molibdato de amonio. Disuelva -- 12.5 g. de molibdato de amonio en aproximadamente 100 ml. - de agua. Agregue la solución de molibdato a 150 ml. de ácido sulfúrico, 10 N contenido en un frasco volumétrico de -- 500 ml; dilúyase a volumen con agua y almacénelo en el refrigerador.

(d) Solución de bisulfito de sodio al 15%. Disuelva 15 g. de bisulfito de sodio en agua y llévese a un volumen de 100 ml.

(e) Sulfito de sodio al 20%. Disuelva 10 g. de sulfito de sodio anhidro en agua y dilúyase a un volumen de 50 ml.

(f) Reactivo de ácido amino-naftol sulfónico

(ANSA). Pese 250 mg. de ácido amino-naftol sulfónico, grado de reactivo y haga una pasta con una o dos gotas de la solución de bisulfito de sodio al 15%. Luego agregue 97.5 ml. de la solución de bisulfito de sodio al 15% y 2.5 ml. de la solución de sulfito de sodio al 20%. Si todo el ácido aminonaftol sulfónico no se disuelve inmediatamente, póngale más solución de sulfito de sodio al 20% en cantidades de 0.5 ml. cada vez, hasta que la solución sea completa. No agregue en exceso el diluyente. Deje la solución en reposo durante la noche y luego fíltrela a través de un papel filtro Whatman No. 41 o su equivalente. Almacénela en una botella de vidrio, color pardo.

Procedimiento+

(a) Tome en una pipeta una alícuota de la solución de cenizas que contenga de 0.01 mg. a 0.2 mg. de fósforo y vacíela en un frasco volumétrico de 50 ml. Agregue aproximadamente 25 ml. de agua destilada y 5 ml. del reactivo demolibdato de amonio. Agite el frasco para mezclar la solución y agréguele 2 ml. de reactivo ANSA. Llévase a volumen con agua y luego se tapa y se mezcla bien.

(b) Registre la tramitancia de la solución exacta

+ Vea la página 3651 para la preparación de la solución de cenizas.

mente a los 20 minutos después de haber agregado el reactivo de ANSA. Compare la tramitancia con un blanco, usando agua destilada en lugar de la muestra alícuota. Lea la concentración de fósforo, comparando la tramitancia obtenida, contra una curva normal de fósforo previamente preparada,-- que contenga de 0.01 a 0.25 mg. de fósforo por 50 ml.

Cálculo

Porcentaje de fósforo en base "parcialmente seco" o "tal como ofrecido":

$$\frac{\text{mg. de fósforo en la alícuota} \times 10}{\text{ml. de la solución alícuota de cenizas} \times \text{peso de la muestra incinerada.}}$$

Conversión a base seca:

(a)
$$\frac{\% \text{ de fósforo en la muestra "tal como ofrecido"} \times 100}{\% \text{ de materia seca en base "tal como ofrecido"}}$$

o

(b)
$$\frac{\% \text{ de fósforo en la muestra "parcialmente seco"} \times 100}{\% \text{ de materia seca de la muestra "parcialmente seco"}}$$

MUESTRA

"tal como ofrecido" o "tal como recolectado"

SI LA MUESTRA CONTIENE MAS DE 88%
DE MATERIA SECA

SI LA MUESTRA CONTIENE MENOS DE 88%
DE MATERIA SECA

Moler la muestra en tamiz de 1 mm.
(para el análisis de elementos
Menores vea pág. 4101).

Analice la muestra Determine la ma
para los componentes ~~ter~~eria seca total
deseados. de la muestra a
105°C.

El resultado dará el contenido de
materia seca en la muestra "tal como
ofrecido" o "tal como recolectado".+

Determine % de materia seca parcial
en la muestra "tal como ofrecido" :

- (a) Séquela en estufa con aire
caliente forzado a 60°C o
por congelación.
- (b) Deje la muestra equilibrarse
con la humedad del aire.

(c) Pese la muestra.

Este análisis se reporta como %
de materia seca parcial de la
muestra "tal como ofrecido" o
"tal como recolectado".

Muela la muestra inmediatamente,
usando un tamiz de 1 mm. (para el
análisis de elementos menores
véa página 4101).

+Este valor puede emplearse para
calcular el rendimiento de materia
seca por Ha.

Lámina 1601-1. Esquema para la preparación de muestras para el análisis
químico.

Determine el % de materia seca a temperatura de 105°C. El resultado que se obtiene se reporta como contenido de M.S. en la muestra "parcialmente seco".

Para calcular el contenido de materia seca en la muestra "tal como ofrecido" o "tal como recolectado" = % de M. S. parcial en muestra "tal como ofrecido" x % M. S. de muestra "parcialmente seco" x 100

Analice la muestra para los componentes que no se afectan con el secado.

Nota: Vea la siguiente página para ejemplos del cálculo.

Ejemplo de un formato de registro para anotar los resultados de análisis químicos en el laboratorio

CELULOSA

No. de la muestra	No. del beaker y crisol	Pesos para obtener peso de la muestra g.	Crisol con celulosa g.	Crisol con ceniza g.	Celulosa g.	Celulosa en la determinación %	Celulosa x en muestra %	Fecha	
								Materia seca en muestra %	Celulosa en base seca %
70	3	76.3223	34.8393			32.16	32.4	94.30	34.4
380	27	75.3028		34.5114					
260A		1.0195			.3279				
70	4		36.2591			32.68			
380	28	74.2923		35.9289					
2608		1.0105			.3302				

1. Association of Official Agricultural Chemist. A.O.A.C. Ed. IX pp 283. (1960).
2. American Association of Cereal Chemist. A.A.C.C. Ed. VII 44-15, 44-17. (1962)
3. A.L. Winton y K.B. Winton. Análisis de Alimentos. Ed. II H. A.S.A. Barcelona. pp 64-65, 69, 509, 522, 617-619, 685, 742, 969, 978, 1014, 1021, 1034, 1054, 1087, (1958)
4. P. Herce. Análisis Agrícola. Ed. Dossat, S.A. Madrid. pp. 633-639, 642-643, 650-651, 656-658. (1958)
5. D.W. Kent Jones y A. J. Anios. Química Moderna de los Cereales Ed. Aguilar. Madrid. pp. 555-575 (1956).
6. Charles, O. Willits y F.J. Kokoski: Charges in Stored Corn Meal. Ind. Eng. Chem. 27: 1494-1496 (1935)
7. W.H. Cook, J.W. Hopkins y W.F. Geddes.: Rapid determination of - Moisture in Grain. Cereal Chem 12: 230-244 (1935)
8. W.R. Fetzer.: Some anomalies in the Determination of Moisture Agricultural Eng. pp 173-178. (Marzo 1964)
9. Anderson, J.E.: Some facts. concerning vacuum-oven moisture determination. Cereal Chem. 13: 437 (1936)
10. Fosnot, R.H. y Haman, R.W.: A preliminary investigation of the application of the Karl Fischer reagent to the determination of moisture in cereals and cereals products Cereal Chem. 22: 41 (1945)
11. Hart, J.R. y Neustardt. M.H.: Application of the Karl Fischer - method to grain moisture determination, Cereal Chem. 34: 26 - (1957)
12. Frey, K.J.: The interrelationships of proteínas and aminoacids in corn J. nutrition. 28: 123 (1951)

13. Oxley, T.A. y Pixton, S.W.: Determination of moisture content in cereals. II. Errors in the determination by oven drying of - known changes in moisture content. J. Sci. Food. Agr. 11: 35 (1960)
14. Hansen, D.W., B. Brimhall y G.F. Sprague: Relationship of zein to total protein in corn. J. Nutrition. 23: 329. (1946)
15. Jones, D.B., J.P. Divine y C.E.F. Gersdof: The effect of storage of corn on the chemical properties of its proteins and on its - growth promoting value. Cereal Chem. 19: 819-830 (1942)
16. Miller, R.C., L.W. Aurand y W.R. Flach. Amino acids in high and low protein corn. Science. 112: 57 (1950)
17. Mitchell, H.H., J.R. Beadles, B. Koeller y G.H. Dungan. Impairment in nutritive value of corn damaged by Nigros poraoryzae. J. Animal Sci. 6: 352-358 (1947)
18. Olcott, H.S. y T.D. Fontaine: The effect of autoclaving on the - nutritive value of the proteins in cotton seed meal. J. Nutrition 22: 431-437 (1941)
19. Poling. C.E., H.W. Schults y H.E. Robinson. The retention of the nutritive quality of beef and pork muscle proteins during dehydration, canning, roasting and frying. J. Nutrition. 27: 23-34 (1944)
20. Stubblefield, F.M. y E.E. Deturk: The composition of corn, oats, and wheat as influenced by soil, treatment, seasonal conditions and growth, Soil Sci. Proc. 5: 120 (1940)