

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA



DELINEAMIENTO GENERAL DEL CONTROL QUI-
MICO EFECTUADO EN LAS MATERIAS PRIMAS
Y ADITIVOS UTILIZADOS EN LA ELABORACION
DE LECHE EN POLVO.

TESIS PROFESIONAL

Que Para Obtener el Título de:
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
P r e s e n t a

LUCIA DURAN PRECIADO

México, D. F.

1978



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.

TESIS 1978
CLAS _____
ABE U. 160 129
FECHA _____
PROC _____



Jurado asignado original
mente segun el tema.

PRESIDENTE: Ninfa Guerrero de Callejas.

V O C A L: Angela Sotelo López.

SECRETARIO: Emilio Barragán Hernández.

1er. SUPLENTE: Rubén Berra García-Coss.

2do. SUPLENTE: Alejandro Garduño Torres.

Sitio donde se desarrolló el tema: Cia. Nestlé, S. A.

Nombre completo y firma del sustentante: Lucía Durán Preciado.

Nombre completo y firma del asesor del tema: Ninfa Guerrero de C.

A MI HIJO LUIS OCTAVIO
EL ANGELITO QUE MAS QUIERO

CONTENIDO

OBJETIVO.

CAPITULO I : GENERALIDADES DE LA LECHE Y SU IMPORTANCIA NUTRICIONAL.

CAPITULO II : COMPOSICION QUIMICA DE LA LECHE.

CAPITULO III : PROCESOS DE FABRICACION DE LECHE EN POLVO.

CAPITULO IV : REGLAMENTO PARA EL CONTROL SANITARIO DE LA LECHE.

CAPITULO V : CLASIFICACION DE LECHE EN POLVO, COMPOSICION Y FUNCION DE SUS COMPONENTES.

CAPITULO VI : MONOGRAFIAS Y CONTROL QUIMICO DE LAS MATERIAS PRIMAS Y ADITIVOS.

BIBLIOGRAFIA.

OBJETIVO

El objeto de este trabajo, es dar a conocer el control realizado desde el punto de vista químico, en las materias primas y aditivos utilizados en la fabricación de leches en polvo.

Las materias primas incluyen desde luego, la leche como compuesto principal, las sustancias empleadas durante su proceso y los aditivos como composición intrínseca del producto final.

CAPÍTULO I

GENERALIDADES DE LA LECHE Y SU IMPORTAN- CIA NUTRICIONAL.

IMPORTANCIA DE LA LECHE COMO ALIMENTO.

La leche, como se ha discutido durante mucho tiempo, se considera uno de los alimentos más importantes en la alimentación humana.

También, es de todos reconocido, que la leche en la alimentación infantil, no tiene sustituto y esto se debe a que presenta para el lactante, la fuente fundamental de todos sus requerimientos nutricionales. Por ejemplo, la deficiencia de fierro que existe en la leche, está compensada con las reservas que el recién nacido posee en el hígado. El calcio y el fósforo, factores principales y necesarios en el crecimiento de los niño, son suministrados en un gran porcentaje por la leche y según se ha dicho, el crecimiento infantil, está en proporción directa con la cantidad de leche que consuman. Por lo tanto, es necesario tener presente que las deficiencias de calcio y fósforo en la alimentación de los niño, los predispone al raquitismo.

Durante el embarazo, también las necesidades de calcio en las madres, y en los niños recién nacidos, son muy grandes, y estas son aportadas al organismo humano por la leche y productos lácteos.

En lo que respecta a los otros componentes de la leche, el valor de ellos consiste en que debido a su alto coeficiente de digestibilidad, la labor necesaria para absorberlos, es muy pequeña; así por ejemplo, las proteínas se digieren en un 94 %, la grasa en un 95 % y la lactosa* en un 100 %. En el niño de pecho, estas proporciones son mayores. Además, como el aparato digestivo del lactante está adaptado en su totali

dad, para una alimentación líquida, nada mejor hay, que la leche. (19)

DEFINICION

La leche se ha definido, como la secreción de las glándulas mamarias de los mamíferos, para el solo propósito de servir de alimento a sus crías y contiene una cantidad equilibrada de sustancias esenciales para su desarrollo y subsistencia.

El reglamento oficial mexicano de leches, define a la misma como: "El producto natural obtenido por la ordeña completa de uno ó más animales sanos, con exclusión del producto obtenido 15 días antes del parto y 5 días después de este acto, ó cuando no contenga calostro".

Para los efectos de este reglamento, la leche de vaca, se denominará con el nombre genérico de leche; la leche procedente de otro animal, se designará además con el nombre de la hembra de que proceda.

La leche de origen humano, es básica por su composición química, expuesta a poca probabilidades de contaminación, siendo en la mayor parte de los casos, estéril. La leche de vaca, pura y manipulada en forma tal que se eviten contaminaciones, brinda igual valor nutritivo. Diversos investigadores, han afirmado que después de muchas experiencias realizadas por ellos, en numerosas ratas de prueba, las cuales permiten un control muy rígido, no han podido encontrar diferencia significativa en el valor nutritivo de las proteínas de la leche de vaca, com

paradas con las proteínas de la leche humana. Haciendo estas mismas experiencias en niños lactantes, han demostrado también, que el valor biológico (capacidad que tiene una proteína cualquiera para sustituir a la proteína del propio organismo humano) de ambas proteínas es prácticamente el mismo.

Se buscaron diferencias estadísticas entre la proteína de la leche de vaca y de la mujer en las siguientes determinaciones:

1. - Eficiencia en la retención protéica.
2. - Valor biológico.
3. - Utilización protéica neta.

Habiéndose encontrado solo pequeñas variaciones, las cuales no alcanzaron significado estadístico; por ejemplo, las proteínas de la leche de vaca parecen ser ligeramente mejores en lo que respecta a la utilización total de ellas, debido posiblemente a la mejor absorción del nitrógeno; en cambio el valor biológico de las lactoproteínas de origen humano, fue ligeramente mayor.

La leche entera de vaca, es también una fuente de energía, cuyo valor energético varía entre 610 y 710 calorías por litro, pudiéndose tomar como promedio el de 650 calorías. El de la leche descremada es de 350 calorías por litro.

La leche es también una importante fuente de vitaminas; estas las encontramos distribuidas, ya sea en la crema (liposolubles) ó en

el suero (hidrosolubles). Del grupo hidrosoluble, encontramos a las vitaminas A y D; en las hidrosolubles el complejo B (tiamina, riboflavina - piridoxna) y además, la vitamina C, niacina, ácido pantoténico, biotina, etc. (19)

IMPORTANCIA DE LA LACTANCIA Y COMPARACION DE LA MISMA ENTRE LA PROVENIENTE DEL SENO MATERNO Y LA ALIMENTACION ARTIFICIAL.

I. - ALIMENTACION DEL SENO MATERNO. - Se llama alimentación al seno, a la que está constituida por leche humana. En la mayor parte de los casos, lo hace la madre y excepcionalmente una nodriza.

La leche materna es de gran valor para el lactante en los primeros meses de edad, ya que es el alimento biológico ideal, de la misma especie, estéril y completo. La primera secreción del seno materno se llama calostro. El calostro ayuda al niño a expulsar el meconio que es el residuo intestinal que él tiene sin haber tomado alimento. El calostro tiene menos caseína y más lactoalbúmina que la leche de vaca, y gran contenido graso. Después aparece la leche temprana, la leche intermedia y la leche tardía.

La composición de la leche materna puede variar de teta a teta, pero se aceptan como valores promedios los siguientes:

| | |
|-----------|-------|
| Proteínas | 1.5 % |
| Grasa | 3.5 % |

| | |
|---------|--------|
| Lactosa | 7.0 % |
| Sales | 0.2 % |
| Agua | 90.0 % |

Estos valores pueden verse afectados por las emociones, la menstruación, nuevo embarazo y naturalmente por enfermedades.

La leche materna es un líquido homogéneo, blanco azulado, tibio, opaco, de olor característico, sabor dulce, con pH de 6.8 a 6.9 y de peso específico de 1.026 a 1.034 en la que las grasas se encuentran finamente emulsionadas. Los prótidos están presentes en un 60 % de albúminas del suero y en un 40 % por caseína, por lo que es de muy fácil digestión. Las grasas están compuestas en su mayoría, por ácidos grasos no saturados (oléico, palmitoléico y linoléico), que son de fácil digestión. La lactosa, azúcar propia de la leche, es la forma en que se encuentran los hidratos de carbono. El contenido de sales minerales es mucho más bajo que en la leche de vaca, pero la leche materna es pobre en hierro, y el prolongar al niño el régimen a base de leche exclusivamente por más de tres meses, puede exponerlo a una anemia ferropriva. El valor calórico de la leche materna es de 700 cal por litro.

En casos en que la madre no tenga suficiente leche, se puede dar alimentación mixta, es decir, completar con alguna especialidad dietética el volumen de leche que le falte a la madre.

El destete significa la sustitución de la alimentación materna, por lactancia artificial.

2. - ALIMENTACION ARTIFICIAL. - Se llama alimentación artificial, al hecho de alimentar al lactante con otro tipo de leche que no sea la humana.

La leche de vaca es el alimento que se emplea universalmente para sustituir a la leche materna.

La leche de vaca es un alimento popular, completo, casi equilibrado que es fácil de adquirir en cualquier lugar. Salvo en su contenido de hierro, se puede decir que es un alimento completo y bien balanceado, cuando se le agregan los hidratos de carbono suficientes. Aunque la composición de la leche de vaca varía de raza a raza, y aun en el mismo animal no es siempre constante, se aceptan como valores promedios los siguientes:

| | |
|-----------|--------|
| Proteínas | 3.4 % |
| Grasa | 3.5 % |
| Lactosa | 4.8 % |
| Sales | 0.7 % |
| Agua | 90.0 % |

Sin embargo, la leche fresca de vaca es uno de los productos más adulterados, no es estéril y además está sujeto a contaminaciones, en donde los gérmenes proliferan rápidamente, dado que es un excelente medio de cultivo.

Es por estas razones, que las autoridades médicas la proscriben en la alimentación infantil.

Es por lo anterior, que diversas industrias se han preocupado en el desarrollo de diferentes cuencas lecheras, proporcionando a los productores ayuda técnica, con el objeto de que puedan mejorar sus crías, - obteniendo de esta forma una buena calidad de leche fresca para la elaboración de leches en polvo.

LECHES INDUSTRIALIZADAS.

En la actualidad, las leches industrializadas en polvo ocupan un buen lugar en la alimentación infantil, por las numerosas ventajas que tienen. Se encuentran envasadas en botes estériles, herméticamente cerrados y con atmósfera de nitrógeno para evitar la posible oxidación de las grasas. Para la última fase de su fabricación, la pulverización, - se usa el proceso por aspersión, que permite obtener un polvo muy fino y de gran solubilidad. Las principales ventajas de estos productos son las siguientes:

1. - Son productos de composición uniforme y constante.
2. - No tienen problemas de conservación.
3. - El proceso térmico a que se someten en su fabricación hace que la caseína sea más fácilmente digerible.
4. - Al reducir el tamaño de los glóbulos de grasa con la homogenización la hace más digerible.
5. - Mientras no se abra la lata, se conserva perfectamente bien en cualquier clima.
6. - Debido a la diversidad de estos productos, el médico puede elegir el que considere necesario.

7. - La técnica de su manejo es muy sencilla.

8. - En caso de que por mal manejo, se llegara a contaminar el polvo, -

la proliferación bacteriana es muy lenta. (37)

CAPITULO II

COMPOSICION QUIMICA DE LA LECHE.

COMPOSICION QUIMICA DE LA LECHE.

La leche se presenta como una dispersión acuosa que tiene algunos de sus componentes disueltos (azúcares y sales), otros emulsionados (grasas y lípidos) y otros en estado coloidal (proteínas).

| | Concentración (peso/litro) |
|---------------------------------------|----------------------------|
| 1. - Agua | 860 - 880 g |
| 2. - Lípidos en emulsión | |
| a) Grasa (triglicéridos) | 30 - 50 g |
| b) Fosfolípidos | 0.30 g |
| c) Cerebrócidos | ? |
| d) Esteroles | 0.10 g |
| e) Carotenoides | 0.10 - 0.60 g |
| f) Vitamina A | 0.10 - 0.50 mg |
| g) Vitamina D | 0.4 mg |
| h) Vitamina E | 1.0 mg |
| i) Vitamina K | huellas |
| 3. - Proteínas en dispersión coloidal | |
| a) Caseína | 25 g |
| b) Beta-Lactoglobulina | 3 g |
| c) Alfa-Lactoalbúmina | 0.7 g |
| d) Albúmina | 0.3 g |
| e) Euglobulina | 0.3 g |
| f) Pseudoglobulina | 0.3 g |
| g) Otras albúminas y globulinas | 1.3 g |

| | | |
|------------------------------------|---------|---|
| h) Mucinas | ? | |
| i) Proteínas del glóbulo graso | 0.2 | g |
| j) Enzimas | | |
| 1. - Catalasa | | |
| 2. - Peroxidasa | | |
| 3. - Xantina oxidasa | | |
| 4. - Aldolasa | | |
| 5. - Fosfatasa (ácida y alcalina) | | |
| 6. - Amilasas (alfa y beta) | | |
| 7. - Lipasas y otras esterasas | | |
| 8. - Proteasas | | |
| 9. - Anhidrasa carbónica | | |
| 10. - Salolasa | | |
| 4. - Materiales disueltos | | |
| a) Carbohidratos | | |
| 1. - Lactosa | 45 - 50 | g |
| 2. - Glucosa | 50 | g |
| 3. - Otros azúcares | Huellas | |
| b) Iones y sales inorgánicas | | |
| 1. - Calcio | 1.25 | g |
| 2. - Magnesio | 0.10 | g |
| 3. - Sodio | 0.50 | g |
| 4. - Potasio | 1.50 | g |
| 5. - Fosfatos | 2.10 | g |
| 6. - Citratos (como ácido cítrico) | 2.00 | g |

| | | |
|-------------------|------|---|
| 7. - Cloruro | 1.00 | g |
| 8. - Bicarbonatos | 0.20 | g |
| 9. - Sulfatos | 0.10 | g |
| 10. - Lactato | ? | |

c) Vitaminas hidrosolubles

| | | |
|-------------------------------|-----------|----|
| 1. - Tiamina | 0.4 | mg |
| 2. - Riboflavina | 1.5 | mg |
| 3. - Niacina | 0.2 - 1.2 | mg |
| 4. - Piridoxina | 0.7 | mg |
| 5. - Acido pantoténico | 3.0 | mg |
| 6. - Biotina | 50.0 | mg |
| 7. - Acido fólico | 1.0 | mg |
| 8. - Colina | 150.0 | mg |
| 9. - Vitamina B ₁₂ | 7.0 | mg |
| 10. - Inositol | 180.0 | mg |
| 11. - Acido ascórbico | 20.0 | mg |

d) Materiales nitrogenados no protéicos ni vitamínicos (como N)

| | | |
|-------------------------------------|--------|----|
| 1. - Amonio | 250 | mg |
| 2. - Aminoácidos (como N) | 2 - 12 | mg |
| 3. - Urea | 100 | mg |
| 4. - Creatina y creatinina (como N) | 15 | mg |
| 5. - Metil guanidina | ? | |
| 6. - Acido úrico | ? | mg |
| 7. - Adenina | | |
| 8. - Guanina | | |

9. - Hipoxantina (?)

10. - Xantina (?)

11. - Acido carboxílico - 4 - uracil 50 - 100 mg

12. - Acido hipofórico 30 - 60 mg

13. - Indican 0.3 - 2 mg

14. - Tiocianato (?)

e) Gases (leche expuesta al aire)

1. - Anhídrido carbónico 100 mg

2. - Oxígeno 7.5 mg

3. - Nitrógeno 15.0 mg

f) Varios

1. - Esteres de ácido fosfórico no identificados todavía (como P)

5. - Elementos trazas (forma en la que se encuentran no definida aun)

a) Generalmente presentes

Rb, Li, Ba, Sr, Mn, Al, Zn, D, Cu, Fe, Co, I, etc.

b) Ocasionalmente presentes ó dudosos

Pb, Mo, Cr, Ag, Sn, Tl, V, F, Si, etc.

(?) Presentes, identidad ó concentración dudosa. Parte en dispersión coloidal. (18)

Cabe mencionar la importancia que tiene la presencia de enzimas naturales en la leche, como son, la alfa amilasa, la lipasa, la peroxidasa, la fosfatasa, la paraclorato oxidasa y la xantina oxidasa, - cuyo propósito es, por ejemplo, el de la alfa amilasa de ayudar a la digestibilidad de la leche. Algunas de las enzimas como la lipasa y la fosfatasa, son destruidas por la pasteurización, otras no lo son por

la esterilización. La peroxidasa y la xantino oxidasa, son inactivadas -- por la esterilización, pero el 5 % de la alfa amilasa original y el 12 % - de la para diámetro oxidasa, permanecen después de la esterilización.

CAUSAS DE LA VARIACION DE LOS COMPONENTES DE LA LECHE.

Las variaciones que presenta la leche, tomando en cuenta que -- es un producto biológico, pueden deberse a múltiples causas. Los factores principales que influyen en la composición de la leche, son los si-- guientes:

1. - Raza del ganado.
2. - Herencia.
3. - Salud y edad de los animales.
4. - Tipo de alimentación empleada.
5. - Período de lactancia y gestación.
6. - Frecuencia de la ordeña .
7. - Intervalo entre las ordeñas
8. - Condiciones climatológicas.
9. - Individualidad de la vaca, etc.

Por lo mencionado anteriormente, , se observa que uno de los - factores más importantes, del cual depende la composición de la leche, es la raza de ganado. (19)

COMPOSICION GRUESA DE LA LECHE DE VACA DE DIFERENTES
RAZAS

| RAZA | SOLIDOS TOTALES % | SOLIDOS, NO GRASOS % | PROTEI- NAS % | GRASA % | LACTO- SA % | CENIZAS % |
|-----------------|-------------------------|----------------------------|---------------------|------------|-------------------|--------------|
| HOLSTEIN | | | | | | |
| Min. | 10.20 | 7.55 | 2.00 | 2.45 | 4.08 | 0.64 |
| Max. | 13.96 | 9.61 | 4.03 | 4.60 | 5.20 | 0.84 |
| Prom. | 11.69 | 8.28 | 2.93 | 3.41 | 4.70 | 0.72 |
| JERSEY | | | | | | |
| Min. | 12.43 | 8.13 | 2.79 | 4.20 | 4.10 | 0.64 |
| Max. | 17.17 | 9.80 | 4.42 | 7.70 | 5.80 | 0.84 |
| Prom. | 14.75 | 9.10 | 3.46 | 5.65 | 4.94 | 0.72 |
| SUIZA | | | | | | |
| Min. | 11.26 | 7.69 | 2.10 | 2.90 | 4.40 | 0.67 |
| Max. | 16.20 | 10.25 | 5.00 | 5.40 | 5.30 | 0.82 |
| Prom. | 13.19 | 9.19 | 3.56 | 4.00 | 4.90 | 0.73 |
| GUERNSEY | | | | | | |
| Min. | 12.15 | 8.00 | 2.26 | 3.80 | 4.46 | 0.69 |
| Max. | 17.00 | 10.65 | 5.01 | 6.40 | 5.22 | 0.84 |
| Prom. | 14.60 | 9.37 | 3.73 | 5.23 | 4.84 | 0.75 |

(19)

COMPOSICION COMPARATIVA DE LA LECHE DE DIFERENTES
MAMIFEROS

| | AGUA | SOLIDOS | PROTEINAS | GRASA | LACTOSA | CENIZAS |
|-------|-------|---------|-----------|-------|---------|---------|
| | % | % | % | % | % | % |
| Mujer | 88.30 | 11.70 | 1.19 | 3.11 | 7.18 | 0.21 |
| Vaca | 87.02 | 12.98 | 3.27 | 4.21 | 4.78 | 0.76 |
| Cabra | 86.88 | 13.12 | 3.76 | 4.07 | 4.44 | 0.85 |
| Burra | 89.77 | 10.23 | 1.74 | 1.18 | 6.86 | 0.45 |

(18)

La influencia de todos los factores que intervienen en la composición química de la leche, puede ser sobre uno ó varios de sus componentes, por ejemplo la grasa. Día con día se ha observado que este componente varía aun en las vacas de un mismo establo; el contenido graso es menor en invierno y primavera, que en verano y otoño; declina con la edad y también al principio de la lactancia, después de lo cual empieza a ascender hasta alcanzar su máximo contenido al final de ella.

Hay también grandes variaciones dentro de la propia ubre. (así se observa en las primeras porciones de leche ordeñada que puede contener 0.11 % de grasa, mientras que las últimas, pueden llegar inclusive hasta 0.76 %).

Las infecciones de la ubre disminuyen la grasa, dependiendo este descenso del grado de infección. Algunas infecciones mamitarias, pueden llegar a destruir la función secretora de la glándula.

La leche ordeñada en la tarde, es en general más rica en grasa, que la obtenida en la mañana.

Entre los elementos que componen la leche, la cantidad de agua afecta a cualquiera de los otros componentes; sin embargo, el agua sirve como disolvente de todos esos elementos.

La grasa de leche es uno de los componentes a los que se les ha dado mayor importancia, debido a las características que imparte a la misma y a sus derivados, tanto desde el punto de vista económico, como nutricional. (19)

CAPITULO III

PROCESOS DE FABRICACION DE LECHE EN POLVO,

PROCESOS DE FABRICACION DE LECHE EN POLVO.

La manufactura del procesamiento de secado de la leche, está basado en las propiedades bacteriológicas, en el contenido de agua y en ciertas propiedades fisicoquímicas de la misma.

En algunos casos, el producto se clasifica según su potencial, sin embargo, se da una atención especial al valor de la leche en cuanto a su sabor y aroma. La leche en polvo debe ser por lo tanto, agradable a nivel familiar y no sólo cumplir las pruebas estándares de sabor establecidas.

Existen varios métodos para el secado de leche:

- A. - El Proceso de secado por cilindros.
- B. - El proceso de secado por aspersión.

Cualquier adaptación ó modificación, es aplicada a éstos métodos básicos, para mejorar ciertas propiedades de la leche en polvo y para -- permitir el secado de algunos productos lácteos. Por ejemplo, una modificación en el secado por aspersión, es conocida como instantánea, que involucra la hidratación y la deshidratación previa de la leche al secado. Otro tipo de adaptaciones que llaman la atención, son el secado por espuma y el secado por enfriamiento.

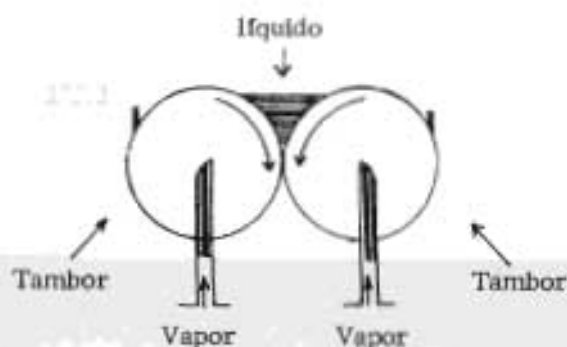
En el proceso de secado influyen, como se dijo anteriormente, las propiedades fisicoquímicas de la materia prima, y por ciertas propiedades que presenta el producto final, se puede conocer el método que ha sido empleado.

A continuación se mencionarán los métodos y modificaciones del secado de leche y algunas características de calidad del producto final.

A. - Proceso de secado por cilindros o tambores.

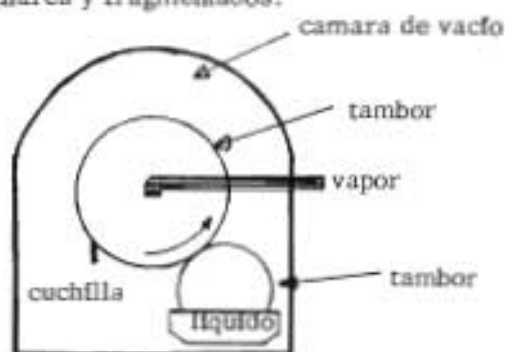
a. - Cilindros atmosféricos. - Por este proceso, la leche es secada por el peso del aire en la superficie y se revuelve internamente en los tambores calientes. En las paredes del tambor, la leche se seca formando una película.

El producto se caracteriza en general, por el peso relativo de su cuerpo, por la textura y por la insolubilidad cuando se adiciona por primera vez agua. Bajo el microscopio, los sólidos aparecen de formas angulares, escamosas e irregulares; rara vez se encuentran cuerpos esféricos.



b. - Tambor de presión reducida. - En este proceso, el secado es parecido al anterior, excepto que los tambores están encerrados en una cámara de presión reducida, que permite el secado a baja temperatura. El polvo de este tanque entra en solución fácilmente cuando se agrega el agua en forma similar al del proceso por aspersión, pero se distingue fácilmente por su apariencia bajo el microscopio.

Los gránulos de la leche secada por aspersión, son generalmente esféricos, mientras que los del proceso de secado por tambor de presión reducida, son angulares y fragmentados.



B. - Proceso de secado por aspersión.

En este proceso, la leche es dispersada, bajo alta presión, dentro de una cámara seca con una corriente de aire caliente. El polvo que se forma, son gránulos finos y fácilmente solubles. Bajo el microscópio, los gránulos aparecen esféricos y de tamaño uniforme.



El proceso de secado por aspersión, muestra el principio general de secado resultante bajo aumentos

El llamado proceso instantáneo, es una modificación del proceso de secado por aspersión y es generalmente aplicado a sólidos no-grasos-

de la leche.

Las adaptaciones incrementan la medida de la partícula del polvo por lo tanto, minimiza la tendencia a agruparse cuando se mezcla con agua.

Hay dos procesos básicos para la producción de leche seca instantánea.

- a) El secado por aspersión de grandes partículas singulares y/o agregados, que es un proceso en el cual, se evita la formación de grandes partículas, más tarde aglomerados y no será necesario darle una solubilidad instantánea.
- b) Secado por aspersión de aglomeración de partículas preformadas. En este proceso, se parte de la leche descremada en polvo, con niveles de humedad cercanos al 8 %, para provocar que las partículas se amontonen ó se junten. En este proceso, la leche agregada, es sostenida por un corto período, para que parte de la lactosa cristalice; entonces se seca nuevamente, controlando los tiempos, temperaturas y humedad, para que pueda ser obtenido un producto soluble y de buen sabor. (La exposición de las partículas a una excesiva humedad ó calentamiento, imparte insolubilidad y mal sabor al producto). El polvo así sostenido, para que la lactosa cristalice, y secada nuevamente, favorece la formación de aglomerados no higroscópicos. (13)

ETAPAS DEL PROCESO DE SECADO POR ASPERSION.

1. - RECOLECCION Y CONTROL.

En esta etapa, es importante el conocimiento del resultado de -- las pruebas de acidez, % de grasa, peso específico, etc. de la leche a - procesar.

2. - PESADO Y FILTRADO.

La leche es vaciada a unos tanques de pesado y de ahí a unos tanques de enfriamiento. Enseguida pasa a filtrado en donde mediante centrifugas clarificadoras son eliminadas las impurezas suspendidas.

3. - ESTANDARIZACIÓN.

Este procedimiento consiste en adicionar ó quitar grasa para estandarizar la leche a un índice previsto (relación : grasa/sólidos no grasos), de acuerdo a la composición del producto que ha de elaborarse.

4. - PASTEURIZACIÓN.

Este es un paso en el que la leche es sometida a un proceso térmico, para eliminar mediante el calor, todos los gérmenes que pudiera contener.

5. - CONDENSACIÓN.

Después de la pasteurización, la leche llega a un condensador a presión reducida, para abatir la temperatura de ebullición y conservar intactas las propiedades de la leche.

6. - HOMOGENIZACIÓN.

La homogenización tiene por objeto romper los glóbulos de grasa de la leche de vaca, en glóbulos de un tamaño menor, para que puedan -

aglomerarse y agruparse en la superficie de la leche (formación de nata), y además facilitan grandemente su digestión. La homogenización — se logra haciendo pasar la leche a presión a través de unos orificios — micrométricos.

7. - PULVERIZACION.

La pulverización de la leche se realiza mediante la rápida exposición del precondensado a una corriente de aire caliente (200 - 400°C) dentro de una cámara de secado. La leche inyectada a través de boquillas, cuyas características dependen del producto a fabricar. La evaporación bajo este sistema es instantánea, lo que permite que la leche, — conserve todas sus propiedades.

Cuando se trata de la fabricación de leches en polvo con adiciones al precondensado, en el condensador a presión reducida, se le agrega la mezcla de los diferentes componentes que intervienen, los cuales han sido previamente disueltos y pasteurizados.

En el caso de las leches acidificadas biológicamente, primero se hace la acidificación del precondensado por adición de los fermentos lácticos y después del enfriado, se hacen las adiciones correspondientes. — La leche, pasa posteriormente al homogenizador y después a tanques de almacenamiento. Antes de entrar al pulverizador lleva un calentamiento previo.

Al final, el producto se envasa con atmósfera de nitrógeno y antes de salir al mercado es analizado cuidadosamente, tanto química como bacteriológicamente. (37)

CAPITULO IV

REGLAMENTO PARA EL CONTROL SANITARIO DE LA LECHE.

REGLAMENTO PARA EL CONTROL SANITARIO DE LA LA LECHE,
(CODIGO SANITARIO)

CAPITULO I

DISPOSICIONES GENERALES

Art.1. - Este Reglamento rige en todo el territorio nacional y tiene por objeto, regular los aspectos sanitarios y nutricionales en la producción, proceso y transporte de la leche destinada al consumo público, así como de los productos lácteos que en él se mencionan.

Art.2. - La aplicación de las disposiciones del presente reglamento corresponden en materia de producción a la Secretaría de Agricultura y Ganadería y en el proceso a la Secretaría de Salubridad y Asistencia.

Art.3. - Para los efectos del presente reglamento se designa con el nombre de :

I. - Producción. - Las acciones necesarias tanto zootécnicas como de sanidad animal para obtener el producto de la glándula mamaria de las especies autorizadas para el efecto y que se destine al consumo público.

II. - Leche. - La secreción natural obtenida de mamíferos destinada a la producción de leche para el consumo público.

Art.10. - Se considera adulterada la leche cuando:

I. - Se expendan o suministre con una clasificación sanitaria diferente a la autorizada.

II. - Su naturaleza, composición ó calidad, no corresponda a las especificadas en el presente reglamento.

III. - Haya sufrido tratamiento que disimule su alteración ó encubra de -

fectos en su proceso.

IV. - Se haya substraído alguno ó varios de sus componentes normales, - con excepción del contenido graso propio de la leche, que podría estandarizarse al límite señalado en la fracción II del Art. 14 del presente - Reglamento.

V. - Se haya agregado cualquier otra sustancia, sea componente normal ó extraño.

Art. 11. - Se considera alterada la leche cuando por acción de causas -- naturales haya sufrido modificaciones en su composición intrínseca que:

I. - Reduzca su poder nutritivo.

II. - La convierta en nociva para la salud.

III. - Modifique sus características fisicoquímicas u organolépticas.

Art. 12. - Se considera contaminada la leche cuando contenga:

I. - Agentes patógenos, cuerpos extraños, residuos de antibióticos, hormonas ó sustancias tóxicas, ó

II. - Microorganismos no patógenos, sustancias plaguicidas, bacteriocidas, radiactivas, ó cualquier sustancia en cantidades que rebasen -- los límites de tolerancia establecidos por la Secretaría de Salubridad y Asistencia.

CAPITULO II

DEL PROCESO DE LA LECHE

Art. 13. - La leche de cualquier especie animal, para que pueda ser des

tinada al consumo público, deberá provenir de animales sanos, bien alimentados, y además reunir los requisitos generales siguientes:

I. - Ser el producto integral de la ordeña, excluyéndose el producto obtenido 15 días anteriores al parto y 5 días después de este acto ó cuando contenga calostro.

II. - Ser pura, limpia, exenta de materias antisépticas, conservadores y neutralizantes.

III. - Ser de color, olor y sabor normales.

IV. - No coagular por ebullición.

V. - No contener sangre ni pus.

VI. - No contener sustancias extrañas a su composición natural, tales como bactericidas, bacteriostáticos, preservativos químicos ó biológicos, antibióticos ó sustancias tóxicas.

VII. - No contener sustancias radiactivas ó en su caso, que estas no sobrepasen los límites fijados por la Secretaría de Salubridad y Asistencia.

VIII. - No contener bacterias, ni agentes patógenos.

Art. 14. - La leche, además de satisfacer los requisitos del artículo anterior, deberá tener las características generales físicas, químicas y microbiológicas siguientes:

I. - Densidad a 15°C no menor de 1.0290.

II. - Contener como mínimo 32 g/l de la grasa propia de la leche (método de Gerber).

III. - Grado de refracción a 20°C no menor de 37 ni mayor de 39 (método de Lythgoe).

IV. - Acidez (en ácido láctico), no menor de 1.4 ni mayor de 1.7 g/l.

V. - Contener no menos de 83 ni menos de 89 g de sólidos no grasos por litro.

VI. - Cloruros (en cloro), no menor de 0.85 ni mayor de 1.25 g/l (método de Volhard).

VII. - Lactosa de 43 a 50 g/l (método polarimétrico ó de Fehling).

VIII. - Punto crioscópico de 0.530°C a 0.560°C, (corrección Horvert).

IX. - Antes de ser pasteurizada, no producirá cambio de color en la resarsurina en un período máximo de 60 min.

X. - Después de ser pasteurizada, no producirá cambio de color en la prueba de la resarsurina en un período máximo de 2 horas.

XI. - No dará reacción positiva a la prueba de la sacarocinta.

XII. - No dará reacción positiva a la prueba del alcohol (68%).

XIII. - Después de ser pasteurizada, no deberá dar reacción negativa a la prueba de la fosfatasa.

XIV. - Después de ser pasteurizada y envasada, deberá de mantenerse a una temperatura no mayor de 6°C en la planta.

Art. 15. - La estandarización del contenido graso propio de la leche de que trata el presente Reglamento, deberá efectuarse en la leche cruda, por medios mecánicos y de acuerdo a los instructivos que para el efecto expida la Secretaría de Salubridad y Asistencia.

CAPITULO VIII

DERIVADOS DE LA LECHE OBTENIDOS POR LA CONDENSACION, Y DESECACION

Art. 94. - Para los efectos de este Reglamento, se entiende por leches —

deshidratadas, los productos resultantes de la eliminación del agua de la leche, parcial ó totalmente descremada ó entera.

Art. 95. - Para los fines de este reglamento, las leches deshidratadas — se dividirán en :

- I. - Leche deshidratada entera.
- II. - Leche deshidratada parcialmente descremada.
- III. - Leche deshidratada totalmente descremada.

Cada una de estas clases de leches deshidratadas se dividirán en dos tipos :

- a). - Para rehidratación y consumo humano directos.
- b). - Para uso en industrias alimenticias.

Art. 79. - Para los efectos de este reglamento, quedan comprendidos bajo el título anterior los siguientes productos :

- a). - Leche condensada azucarada.
- b). - Leche evaporada.
- c). - Leche evaporada para uso industrial.
- d). - Leches esterilizadas.
- e). - Leches deshidratadas.
- f). - Leches condensadas, evaporadas ó deshidratadas, adicionadas de — sustancias alimenticias, vitaminas, sabores, etc. para uso como alimento infantil.
- g). - Suero de mantequilla y
- h). - Otros tipos de leches.

Art. 80. - Para la elaboración de los derivados antes citados, que se des-

tinan para consumo humano, solo podrán usarse leches frescas y limpias procedentes de animales sanos, pasteurizadas ó esterilizadas y que llenen los requisitos exigidos por el reglamento sobre producción, introducción, transporte, pasteurización y venta al público de leche en el Distrito, territorios y zonas federales.

(Codigo Sanitario 1976)

CAPITULO V

CLASIFICACION DE LECHE EN POLVO, COMPOSICION Y FUNCION DE SUS COMPONENTES,

CLASIFICACION DE LECHE EN POLVO EXISTENTES EN EL MERCADO

Los diferentes tipos de leche en polvo distribuidas en el mercado, se pueden clasificar de acuerdo a su composición, de esta manera :

1. - LECHE NORMALES. - Son aquellas que conservan en la misma proporción sus componentes.
2. - LECHE MODIFICADAS. - En estos tipos de leche, se ha modificado la proporción de uno ó más de sus componentes.
3. - LECHE MATERNIZADAS. - Tienen propiedades parecidas a las de la leche materna.
4. - LECHE DIETETICAS ADICIONADAS. - Son aquellas a las que se les ha adicionado algunos componentes, para el desempeño de funciones, ya sea nutritivas, de aceptación especial ó para casos patológicos.

COMPONENTES PRINCIPALES DE LOS DIFERENTES TIPOS DE LECHE EN POLVO.

1. - LECHE NORMALES :

Agua (humedad)

Grasa

Sólidos no grasos (azúcares, proteínas, etc.)

Lecitina

Vitaminas

2. - LECHE MODIFICADAS (Descremada y Semidescremada).

Agua (humedad)

Grasa

Sólidos no grasos

Vitaminas

3. - LECHEs MATERNIZADAS.

Agua (humedad)

Grasa de leche

Grasa vegetal

Sólidos no grasos

Suero de leche

Urea

Proteínas

Lactosa

Sales minerales

Cenizas (Na, K, Ca, P)

4. - LECHEs DIETÉTICAS ADICIONADAS.

Agua (humedad)

Grasa de leche

Grasa vegetal

Sólidos no grasos

Lactosa

Hierro (citrato férrico amoniacal)

Vitamina A

Vitamina D₃

Vitamina C

Vitamina B₁
Vitamina B₂
Vitamina B₆
Vitamina B₁₂
Vitamina PP (Niacinamida)
Pantotenato de calcio
Acido fólico
Vitamina E
Almidón
Sacarosa
Miel de abeja
Maltodextrina
Lecitina
Hidróxido de aluminio
Trisilicato de magnesio
etc.

Entre los compuestos anteriores, se encuentran las materias primas y aditivos necesarios para la elaboración del producto final y se denominan como sigue:

MATERIA PRIMA. - Es aquella ó aquellas sustancias que son la esencia del producto, es decir, de la que se parte para la fabricación de cualquier producto.

ADITIVO. - Es aquella sustancia ó mezcla de sustancias, que se agregan con el objeto de mejorar los alimentos, durante su procesamiento, en el producto final y en su almacenaje. Este término no incluye contaminantes,

ni sustancias incidentales, ni pesticidas, ni fertilizantes, ni aquellas sustancias que inadvertidamente, pero si consistentemente forman parte del alimento.

Por lo tanto, las materias primas y aditivos, incluyendo la leche fresca de vaca empleadas en la elaboración de leches en polvo se enumeran como sigue:

1. - Leche fresca de vaca y leche descremada en polvo para reconstitución.
2. - Suero de leche (sólidos no grasos)
3. - Maltodextrina
4. - Almidón
5. - Sacarosa
6. - Lactosa
7. - Miel de abeja
8. - Grasa de leche (aceite de mantequilla)
9. - Grasa vegetal (aceite de maíz y algodón)
10. - Lecítina fluida
11. - Sacarato de hierro
12. - Citrato férrico amoniacal
13. - Hidróxido de aluminio
14. - Trisilicato de magnesio
15. - Vitaminas
 - Vitamina A
 - Vitamina B₁

Vitamina B₂
Vitamina B₆
Vitamina B₁₂
Vitamina C
Vitamina D₃
Vitamina E
Acido fólico
Nicotinamida
Pantotenato de calcio

En general, las funciones de estas materias primas (abarcando - las materias primas y aditivos), son:

1. - Reconstitución de los propios componentes de la leche fresca que se pierden durante el proceso.
2. - Complementación alimenticia.
3. - Funciones para mejorar problemas de aceptación y digestibilidad de la leche.

Además de los productos mencionados anteriormente, se emplean otros aditivos, cuya función es la de regular ciertas propiedades durante el proceso, para proporcionar al producto final las características desea das.

1. - Hidróxido de potasio
2. - Hidróxido de sodio
3. - Urea (grado alimenticio)

4. - Acido cítrico

5. - Acido láctico (producido por la acidificación biológica)

FUNCIONES ESPECIFICAS DE LAS PRINCIPALES MATERIAS PRIMAS Y ADITIVOS EMPLEADOS EN LA ELABORACION DE LECHE EN POLVO.

CARBOHIDRATOS, (LACTOSA, SACAROSA, MIEL DE ABEJA, ALMIDON, y MALTOSA DEXTRINA. - La presencia de estas formas de hidratos de carbono, aseguran una absorción gradual de los mismos. Por sus diferentes velocidades de desdoblamiento, estos hidratos de carbono, mantienen el equilibrio de la flora intestinal, previniendo la aparición de trastornos digestivos.

LACTOSA.- Por ser un disacárido, rinde por hidrólisis una molécula de glucosa y una de galactosa.

SACAROSA.- Es también un disacárido y rinde por hidrólisis una molécula de glucosa y una de levulosa.

MIEL DE ABEJA. - La adición de miel de abeja, constituye una novedad en las fórmulas de lactancia, pues además de contener azúcares de fácil utilización para el organismo del niño, se debe tener presente, su contenido protéico, hormonal y vitamínico.

ALMIDÓN. - Ayuda a mantener en suspensión las partículas de caseína; facilitando su digestión y permitiendo, no solo una mejor utilización de las proteínas, sino también de las grasas. El almidón rinde por hidrólisis dos moléculas de glucosa.

MALTOSA DEXTRINA. - Permite una absorción gradual y da lugar a que

se mantenga un equilibrio en la flora intestinal. Por hidrólisis rinde dos moléculas de glucosa. Las dextrinas junto con el almidón, potencializan la acción antidiséptica del ácido láctico.

ACIDIFICACION BIOLOGICA. - Produce principalmente ácido láctico. Por efecto de la acidificación biológica, el coagulo caseina-grasa, se rompe más fácilmente. La caseína al coagular, en copos finos y permeables, es más fácil de digerir y el vaciamiento gástrico se lleva a cabo en el mismo tiempo al del niño alimentado con leche materna. También abate el pH que determina una inhibición de algunos bacilos, por lo que la presencia de ácido láctico no es un buen medio para el desarrollo bacteriano.

ACEITE DE MANTEQUILLA Y ACEITE VEGETAL. - Permiten un buen equilibrio de ácidos grasos saturados que logran un desarrollo óptimo del lactante y una turgencia del tejido, semejante a la del niño alimentado -- con el seno materno.

LECITINA. - Es un emulsificante, para producir en la leche una mejor solubilidad en agua, debido a sus propiedades.

SALES MINERALES. - Proporciona un ajuste iónico necesario para mantener la cantidad suficiente en el balance hídrico-electrolítico del niño -- sin sobrecargar la función renal.

HIDROXIDO DE SODIO E HIDROXIDO DE POTASIO. - Proporcionan el equilibrio hídrico del niño.

VITAMINAS. - Cubren los requerimientos diarios del lactante.

HIDROXIDO DE ALUMINIO. - Da al producto propiedades digestivas.

TRISILICATO DE MAGNESIO. - Le proporciona también propiedades digestivas. (37)

CONTROL QUIMICO ANALITICO DE LAS MATERIAS PRIMAS Y ADITIVOS EMPLEADAS EN LA ELABORACION DE LECHE EN POLVO.

Para el empleo de estas materias primas, es necesario que cumplan con ciertas normas ó especificaciones establecidas, ya por el gobierno - ó por reconocidas organizaciones mundiales, por ejemplo, la F.D.A., - F.C.C., O.M.J., A.O.A.C., A.O.S.C., U.S.P., Food Chem. Codex, ...

En general, el control de calidad de las materias primas y aditivos empleados en la industria alimentaria, es muy rígida, por representar - un factor muy importante en la salud pública.

Los controles principales son:

Organoléptico

Físico

Químico

bacteriológico

Debido a lo extenso de este tema, en esta ocasión, el enfoque que se tendrá en este trabajo, será solo el de los aspectos más importantes del control químico de las sustancias empleadas en la elaboración de leches en polvo. (No incluye el análisis de la leche fresca, debido a que se realiza en el momento de la recepción.)

CONTROL QUIMICO.

Una sustancia, químicamente puede ser analizada desde varios puntos de vista:

CAPITULO VI

MONOGRAFÍAS Y CONTROL QUÍMICO DE LAS MATERIAS PRIMAS Y ADITIVOS.

General (Tóxicos y la presencia algunas sustancias).

Individual (Características propias).

Dependiendo del tipo de análisis y del tipo de muestra a examinar, se pueden clasificar en :

I. - Inorgánicas

II. - Orgánicas

Naturales

Sintéticas

ANÁLISIS GENERALES.

TOXICOS.

La detección de estos, es muy importante, ya que muchas sustancias usadas en la industria alimenticia pudieran estar contaminadas debido a su fuente de obtención.

PURESA O DOSIFICACION.

Este análisis es específico para cada sustancia.

INDICES.

Estos análisis, indican en que estado se encuentran las sustancias.

DETERMINACIONES.

Son análisis que se llevan a cabo en determinadas condiciones, dependiendo de la materia prima que se trate (humedad, cenizas, etc.)

ANÁLISIS ESPECIALES.

Son aquellos que son específicos de la materia prima, de acuerdo a sus características, ejemplo, determinación de anhídrido sulfuroso, identificación, impurezas, etc.

Por lo tanto, cuando una sustancia va a ser empleada en la elaboración de algún alimento, es importante seguir los pasos de su control, que consisten en enviar una muestra representativa al laboratorio, el cual se encargará de aprobar ó rechazar su uso, llevando a cabo una estricta organización para su análisis.

1. - Recepción de la muestra.
2. - Registro de la materia prima y fecha de llegada.
3. - Presentación de la muestra al analista y orden de importancia.
4. - Realización del análisis.
5. - Reporte de los datos analíticos con copias para los interesados y para el archivo.
6. - Aceptación ó rechazo de la muestra.

MONOGRAFÍAS Y TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE LAS MATERIAS PRIMAS
Y ADITIVOS UTILIZADOS EN LA ELABORACION DE LECHE EN POLVO.

A continuación, se mencionarán las monografías y técnicas de análisis para la aceptación ó rechazo de las materias primas y aditivos, exceptuando la de la leche fresca, debido a que esta es analizada y aceptada ó rechazada poco antes de su utilización.

LECHE DESCREMADA EN POLVO
(Para reconstitución)

| | |
|---------|---|
| Aspecto | Polvo fino, sin partículas quemadas ni endurecidas. |
| Color | Bianco mate. |
| Olor | Característico; ausencia de todo olor a sebo, a viejo, caramelizado, y a todo otro defecto. |
| Sabor | Característico, puro, ausencia de sabor a sebo, viejo, caramelizado y a otro defecto. |

Exámenes analíticos principales:

Organoléptico

Nitrógeno de las proteínas del suero.

Humedad.

Materia grasa.

Acidez.

Solubilidad.

Prueba de limpieza.

Proteínas.

Cenizas.

Lactosa.

SUERO DE LECHE LIQUIDO.

El suero de leche es el subproducto de leche proveniente de la producción de quesos y contiene alrededor de 7 % de sólidos. Cerca del 40 % del calcio y 43 % del fósforo contenido en la leche se encuentra en el suero, mientras que el resto se va en el queso. El componente más importante del suero es la fracción de proteína. La lactalbúmina, principal proteína del suero, contiene altas concentraciones de los aminoácidos indispensables lisina, treonina, triptofano y los aminoácidos que contienen azufre, cistina y metionina. La proteína del suero es una de las más nutritivas que existen en la naturaleza, ya que su valor nutritivo es de un 25 % a 35 % mayor que el de la caseína.

Exámenes analíticos principales:

Materias sólidas

Nitrógeno total

Nitrógeno amoniacal

Cenizas

Cobre

Hierro

pH

Grasa.

SUERO DE LECHE EN POLVO.

Suero entero.

| | |
|-------------|---|
| Descripción | Polvo de partículas finas, sin aglomeraciones ni partículas quemadas. |
| Color | De blanco a crema a amarillo. |
| Olor | No a sebo, ni a rancio, ni a queso, ni impuro. |
| Sabor | Salino, no a sebo, ni a rancio, ni a queso ni ácido, ni impuro |

Suero parcialmente desmineralizado.

| | |
|-------------|--|
| Descripción | Polvo de partículas finas, sin aglomeraciones ni partículas quemadas. |
| Color | Blanco a crema a amarillo. |
| Olor | No a sebo, ni a rancio, ni a queso, ni impuro. |
| Sabor | Mas ó menos dulce, según la calidad. No a sebo, ni a rancio, ni a queso, ni impuro. Un sabor arenoso no es un defecto, depende del estado de cristalización de la lactosa. |

Exámenes analíticos para determinar su calidad.

Humedad

Materia grasa

Proteínas

Nitrógeno amoniacal

Cenizas

Lactosa

Sodio y Potasio

Calcio y magnesio

Cloruros

Fosfatos

Citratos

Nutritos y Nitratos

PH (al 10 %).

MALTO DEXTRINA.
(En polvo)

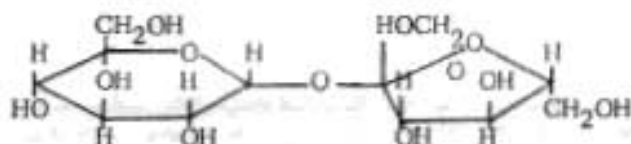
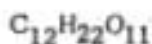
| | |
|------------------------------|---|
| Calidad | Para alimentación humana. |
| Definición | Mezcla de dextrinas y maltosa. |
| Especificaciones de calidad. | Hidratos de carbono, obtenidos por la — transformación enzimática del almidón. |
| Aspecto y color | Polvo blanco |
| Solución | (10 g de polvo en 100 ml de agua caliente) transparente ó ligeramente opalescente, — sin sedimento. |
| Olor | Neutro. |
| Gusto | Ligeramente dulce. |
| Análisis. | |
| Humedad | Max 5 %. |
| Cenizas | Max 0.5 %. |
| Proteínas | Max 0.3 % |
| Azúcares reductores | Min 74 %, max 77 %. |
| Hierro | Max 10 ppm. |
| Cobre | Max 2.5 ppm. |

ALMIDON DE MAIZ.

Son los gránulos separados del grano maduro de *Zea mays*, Linné (Fam. Gramináceas).

| | |
|----------------------|---|
| Descripción | Masas blancas irregulares y angulares ó polvo fino, constituidos principalmente de granos poligonales, redondos ó esféricos de aprox. 35 micras de diámetro, generalmente con una hendidura central circular ó polirradial. |
| Olor y sabor | Es inodoro, con ligero sabor característico. |
| Solubilidad | Insoluble en agua fría y alcohol. |
| Análisis. | |
| Pérdida al secado | Max. 14 %. |
| Cenizas | No más de 0.5 %. |
| Hierro | 10 ppm. |
| Sustancias oxidantes | Ausentes. |
| Dióxido de azufre | 80 ppm. |
| pH | Entre 4.5 y 7.0. |

SACAROSA
(Azúcar, sucrosa).



Es un azúcar obtenido del *Sacharum officinaum* Linne (Fam. Gramíneas), del *Beetavulgaris* Linne (Fam. Quenopodáceas) y de otras fuentes.

Descripción

Cristales incoloros ó blancos; masas ó terrones, blancos cristalinos ó polvo cristallino blanco. Inodoro, sabor dulce y estable al aire.

Análisis.

Solubilidad

Muy soluble en agua y en mayor grado en agua hirviente, poco soluble en alcohol y éter.

Metales pesados

5 ppm.

Humedad

Max. 0.05 %.

Cenizas

Cuando más 0.05 %

Polarimetría

Min. 99.85 %.

Azúcar invertido

Negativo (ó Max. 0.03 %).

Cloruros y sulfatos

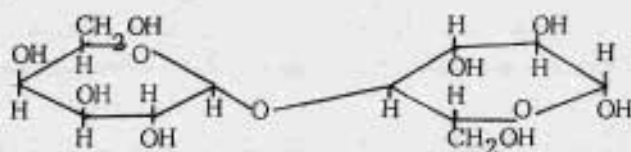
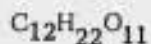
Ausentes.

Reacción

Neutra al papel tornasol.

LACTOSA.

(Azúcar de leche).



Especificaciones de calidad.

| | |
|-------------|---|
| Descripción | Polvo cristalino. |
| Color | Blanco. |
| Olor | Inodoro. |
| Sabor | Dulce. |
| Solución | La solución acuosa tiene que ser clara y sin impurezas. |

Análisis.

| | |
|--------------------------------|---------------|
| Arsénico | Max. 1 ppm. |
| Metales pesados | Max. 5 ppm. |
| Contenido en lactosa hidratada | Min. 99.3 %. |
| Hierro | Max. 10 ppm. |
| Cobre | Max. 0.6 ppm. |
| Dextrinas y almidón | Ausentes. |

MIEL DE ABEJA.

Es una sustancia azucarada producida por las abejas, a partir — del néctar de las flores, de las secreciones provenientes de las plantas ó a través de ellas.

La miel consiste esencialmente de diferentes azúcares: glucosa y fructosa. Además de estas, la miel contiene proteínas, ácidos aminos, enzimas, ácidos orgánicos, minerales, polen y otras sustancias — en poca cantidad como sacarosa, maltosa, melezitosa y otros oligosacáridos, fragmentos de vegetales, de levaduras y otras partículas sólidas provenientes de la recolección de la miel.

| | |
|---------|--|
| Aspecto | Fluida ó cristalizada (en parte ó totalmente). Su sabor y su aroma, varía de acuerdo al lugar de donde es proveniente. |
|---------|--|

Análisis

| | |
|-----------------------------|--------------------|
| Agua | Max. 21 %. |
| Cenizas | Max. 1.0 %. |
| Azúcares reductores | Min. 60 %. |
| Sacarosa aparente | Max 10 %. |
| Materias insolubles en agua | Max. 0.1 %. |
| Acidez (meq. de ácido/1000) | Max. 40. |
| Índice diastásico | Min. 15 - Max. 40. |

ACEITE DE MANTEQUILLA.

| | |
|--|---|
| Calidad | Para alimentación humana, exento de otras grasas ó impurezas. Libre de antioxidantes neutralizantes y colorantes. Los residuos de insecticidas, no deben exceder de los límites establecidos por la F.A.O./W.H.O. |
| Color | Case incoloro, no más sombro de amarillo paja uniforme. |
| Descripción | Líquido ó sólido ó una mezcla de las dos fases, sin grumos y sin cristales gruesos. - Ausencia completa de espuma en la superficie y de burbujas de aire en la masa. |
| Olor y gusto | Dulces y puros (ausencia de rancidez, de gustos de pescado, queso, jabón y sebo.) |
| Análisis. | |
| Grasa de leche pura | Normalmente 99.9 %. |
| Acidez | Max. 0.70 ml de NaOH N/100 g, correspondiente a 0.2 % de ácido oléico. (meq 0.0295) |
| Prueba del TBA (ácido 2-tiobarbitárico). | Extinción máxima a 0.15. |
| Agua | Max 0.1 %. |
| Cobre | 0.02 % max. |
| (Normas de la Federación Internacional de Lechería). | |

ACEITE DE MAIZ.

Análisis

| | | |
|-----------------------------|--------------|-------|
| Peso específico a 15/15°C | 0.920 | 0.928 |
| Peso específico a 25/25°C | 0.914 | 0.921 |
| Índice de refracción a 40°C | ----- | ----- |
| Índice de refracción a 25°C | 1.470 | 1.473 |
| Índice de yodo | 110 | 128 |
| Índice de saponificación | 187 | 196 |
| Valor de aceto | 8 | 12 |
| Polenske | menos de 0.5 | |
| Richert-Meissl | menos de 0.5 | |
| % de ácidos saturados | 10 | 13 |
| % de ácidos insaturados | 84 | 88 |

ACEITE DE ALGODON.

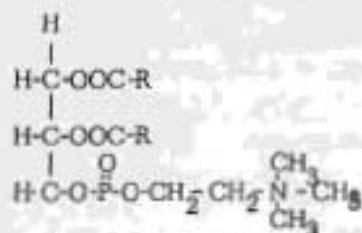
Análisis.

| | | |
|-----------------------------|------------|-------|
| Peso específico a 15/15°C | 0.922 | 0.923 |
| Peso específico a 25/25°C | 0.915 | 0.922 |
| Índice de refracción a 40°C | 1.457 | 1.462 |
| Índice de refracción a 25°C | 1.463 | 1.468 |
| Índice de yodo | 99 | 115 |
| Índice de saponificación | 189 | 198 |
| Valor de acetilo | 8 | 12 |
| Polenske | menos de 1 | |
| Richert - Maisal | menos de 1 | |
| % de ácidos saturados | 22 | 27 |
| % de ácidos insaturados | 72 | 76 |

LECITINA DE SOYA.

(lecitina fluida).

La lecitina comercial para uso en alimentos es extraída de granos de soya. Se trata de una mezcla compleja de fosfátidos combinados con cantidades variables de otras sustancias, tales como, glicéridos, -ácidos grasos, esteroides, tocoferoles e hidratos de carbono. Las calidades refinadas, pueden contener estos compuestos en varias combinaciones, según el tipo de fracción utilizada. El fosfátido principal es la fosfatidilcolina, de fórmula siguiente:



La consistencia puede variar de fluida a plástica, según las proporciones de ácidos grasos libres y de aceite presentes.

| | |
|-------------|--|
| Descripción | Líquido viscoso opalescente ó masa plástica opaca, brillante muy viscosa. |
| Color | Café rojizo. |
| Olor | Especial, predominante a soya. El olor debe ser puro y no recordar al de las aminas volátiles. |
| Sabor | Característico, predominante a soya. |
| Solubilidad | Solubel en todas proporciones en el éter |

dietílico y en el éter de petróleo; la solución es ligeramente opalescente y no presenta ningún depósito. Una parte, solo es parcialmente soluble en 10 partes de alcohol al 95 %. Se deposita una masa amarilla (cefalina). La lecitina es solo parcialmente soluble en el agua, pero se hidrata fácilmente formando emulsiones. Una parte agitada en 10 partes de agua tibia, forma una emulsión amarilla pálida, espumosa e inestable.

La lecitina comercial tiene tendencia a formar dos capas durante el almacenaje. La capa superior, más rica en aceite, pero menos rica en fosfátidos; y la capa inferior más rica en fosfátidos.

Análisis.

| | |
|----------------------------------|------------------|
| Sustancias insolubles en tolueno | Max. 1.0 %. |
| Sustancias solubles en acetona | Max. 36 %. |
| Materia insoluble en acetona | Min. 62 %. |
| Humedad | Max 1 %. |
| Acidez | Max. 36 mg KOH/g |
| Índice de peróxido | Max. 10 |

Arsénico

Max. 3ppm.

Plomo

Max. 10 ppm.

SACARATO DE HIERRO.

(Óxido de hierro sacarato).

Mezcla de hidrato férrico y de sacarosa.

Especificaciones.

| | |
|------------------|--|
| Calidad | Industria de la alimentación. |
| Descripción | Polvo amorfo. |
| Color | Café rojizo. |
| Olor | Inodoro. |
| Grado de pureza. | |
| Arsénico | Max. 4 ppm. |
| Plomo | Max 20 ppm. |
| Determinación | 2.8 - 3.0 % de Fe. |
| Solubilidad | 2 partes en 10 partes de agua solución límpida. |

CITRATO FERRICO AMONICAL.

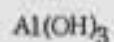
Mezcla de citrato férrico y citrato de amonio.

Calidad Para productos alimenticios.

Especificaciones de calidad.

| | |
|---------------------|---|
| Descripción | Laminillas delgadas brillantes, ó polvo granuloso |
| Color | Rojo oscuro ó rojo pardo. |
| Olor | Inodoro. |
| Determinación. | |
| Arsénico | Max. 4 ppm. |
| Plomo | Max 10 ppm. |
| Contenido en hierro | De 21.5 a 22.5 %. |

HIDROXIDO DE ALUMINIO.

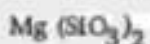


Descripción Polvo amorfo, blanco, inodoro e inspi-
do. Insoluble en agua y en alcohol. Solu-
ble en ácidos minerales diluidos y en -
soluciones de hidróxidos alcalinos fijos.

Análisis.

| | |
|-----------------------------|--|
| Arsénico | 8 ppm. |
| Metales pesados | 60 ppm. |
| Dosificación | No menos del 50 % de Al_2O_3 . |
| Capacidad de neutralización | 250 ml de ácido 0.1 N consumido /g. |
| Cloruros | 0.85 %. |
| Sulfatos | 0.6 %. |
| Reacción | Neutra al papel tornasol. |

TRISILICATO DE MAGNESIO.

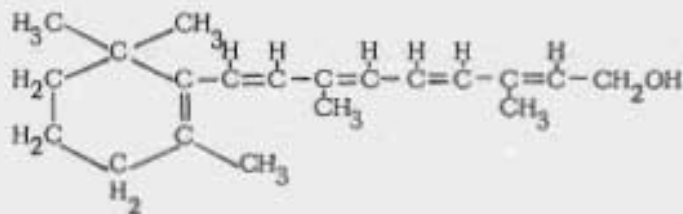


| | |
|-------------------|--|
| Descripción | Es una forma sintética del silicato de magnesio. |
| Aspecto | Polvo muy fino arenoso. |
| Color | Blanco. |
| Solubilidad | Insoluble en agua y en alcohol, pero se descompone con ácidos minerales. |
| Especificaciones. | |
| Arsénico | Max. 3 ppm. |
| Metales pesados | No más de 40 ppm. |
| Plomo | No más de 10 ppm. |
| Dosificación | No menos de 15 % de MgO y no más de 67 % de SiO_2 sobre materia seca. |
| Agua | No más de 10 %. |
| Alcalí libre | No más de 1 %. |
| Sales insolubles | No más de 2 %. |

VITAMINA A.

(Palmitato oleoso).

$C_{20}H_{30}O$



Descripción.

Es una forma ó derivado del retinol ($C_{20}H_{30}O$); Vitamina A alcohol.

Usualmente consiste de retinol ó esterés de retinol formados de ácidos grasos comestibles, principalmente acético y palmítico ó mezclas de los dos.

Puede ser diluido con aceites comestibles ó puede ser incorporado en portadores sólidos comestibles, etc.

En forma líquida, es ligeramente amarillo ó aceite rojo, el cual puede solidificar en refrigeración. En forma sólida puede tener la apariencia de un diluente.

Tiene poco olor a pescado, pero no a rancio.

La forma líquida es muy soluble en cloroformo y en éter, soluble en alcohol absoluto y en aceites vegetales, pero es insoluble en glicerina y en agua. En forma sólida, puede ser dispersable en agua, es inestable al aire y a la luz.

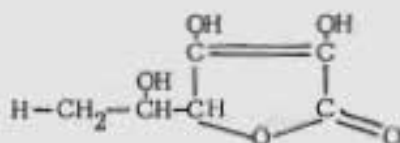
Análisis.

Pureza No menos de 95 %.

Relación de absorbancia No menos de 0.85 (Correcta/Observada)
a 325 nm.

VITAMINA C.

(Ácido ascórbico; ácido L-ascórbico).



Descripción

Cristales ó polvo cristalino.

Color

Blanco ó ligeramente amarillento.

Funde cerca de 190°C.

A la exposición de la luz, se oscurece gradualmente. Es estable al aire cuando está seco, pero rápidamente se deteriora en solución en presencia del aire.

Solubilidad

1 g es soluble en en 3 ml de agua y en 30 - ml de alcohol. Es insoluble en cloroformo, en éter y en benceno.

Análisis.

Arsénico

Max. 3 ppm.

Metales pesados (Pb)

Max. 20 ppm.

Plomo

Max. 10 ppm.

Cenizas

Max. 0.1 %.

Dosificación

No menos de 99.0 % de C₆H₈O₆.

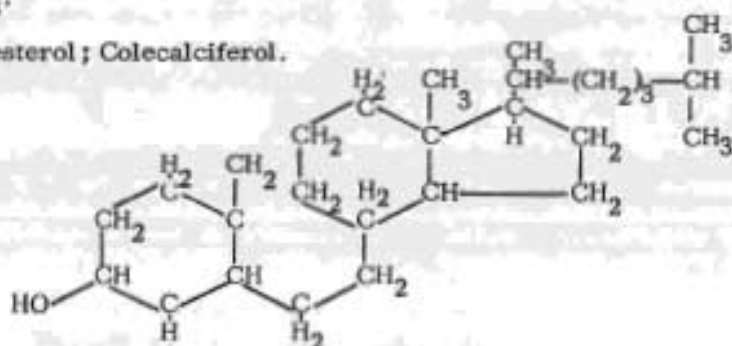
Rotación específica

Entre + 20.5 y + 21.5 a 25°C.

VITAMINA D₃.

7-Dehidrocolesterol ; Colecalciferol.

C₂₇H₄₄O



Descripción.

Aspecto

Olor

Solubilidad

Rotación específica

Punto de fusión

Cristales.

Prácticamente inodoro.

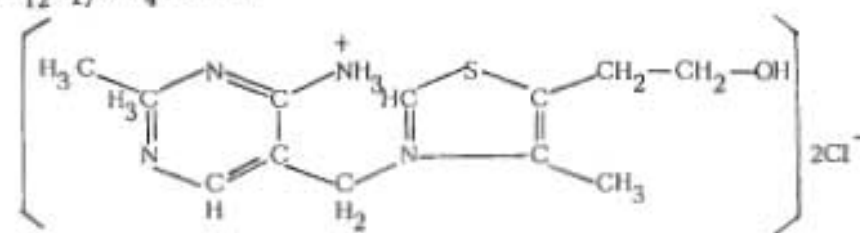
Es insoluble en agua y soluble en alcohol, en cloroformo, en aceites y grasas.

Entre + 105 y + 112.

Entre 84 y 88°C.

VITAMINA B₁

Clorhidrato de aneurina; cloruro de tiamina; clorhidrato de vitamina B₁.



Descripción

Polvo cristalino microcristalino.

Olor

Ligero olor.

Cuando se expone al aire el producto anhidro, rápidamente absorbe cerca del 4 % de agua.

Análisis.

Pérdida al secado

No más de 5 %.

Cenizas

No más de 0.2 %.

Dosificación

No menos de 98 % y no más que el equivalente a 102 % de ácido ascórbico (base seca).

Nitratos

Negativo.

pH (sol. 1:100)

Entre 2.7 y 3.4.

Punto de fusión

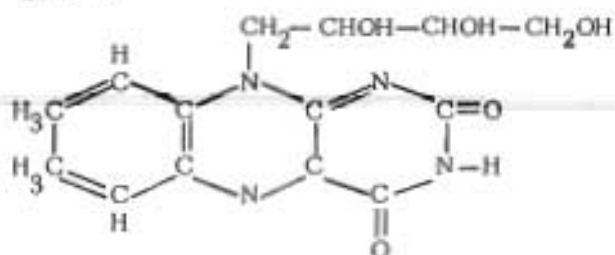
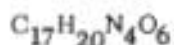
Alrededor de 248°C con descomposición.

Solubilidad

1 g se disuelve en 1 ml de agua y en aproximadamente 100 ml de alcohol. Es soluble en glicerina e insoluble en éter y benceno.

VITAMINA B₂

(Riboflavina).



Descripción

Polvo cristalino de color amarillo a amarillo naranja. Tiene un ligero olor.

Quando está seco, no es afectado por la luz difusa, pero en solución se descompone.

Análisis.

Pérdida al secado

No más de 1.5 %.

Residuo a la ignición.

No más de 0.3 %.

Dosificación

No menos de 98 % y no más de 102 % .

Rotación específica

Entre - 112 y - 122 (a 25°C en B.S.)

Solubilidad

1 g se disuelve en 3000 a 20000 ml de agua, las variaciones son debidas a la diferencia en la estructura cristalina interna. Es menos soluble en alcohol que en agua. Es insoluble en eter y cloroformo, pero es muy soluble en soluciones de álcalis dilts.

Punto de fusión

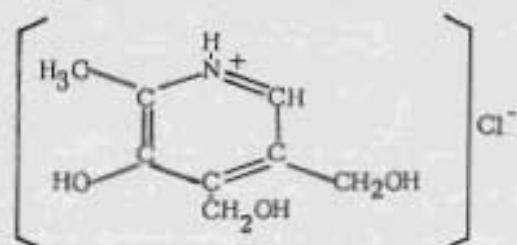
Funde a 280°C y su solución saturada es neutra

VITAMINA B₆.

Clorhidrato de 5-hidroxi-6-metil-3,4-piridindimetanol.

Clorhidrato de piridoxina,

$C_8H_{11}NO_3HCl$



Descripción

Cristales ó polvo cristalino, poco colorido. Es estable al aire, pero la luz del sol la afecta lentamente. Sus soluciones son ácidas, pH 3.

Análisis.

Metales pesados

Max. 30 ppm.

Pérdida al secado

No más de 0.5 %.

Cenizas

No más de 0.1 %.

Pureza

No menos de 98 % de $C_8H_{11}NO_3HCl$.

Solubilidad

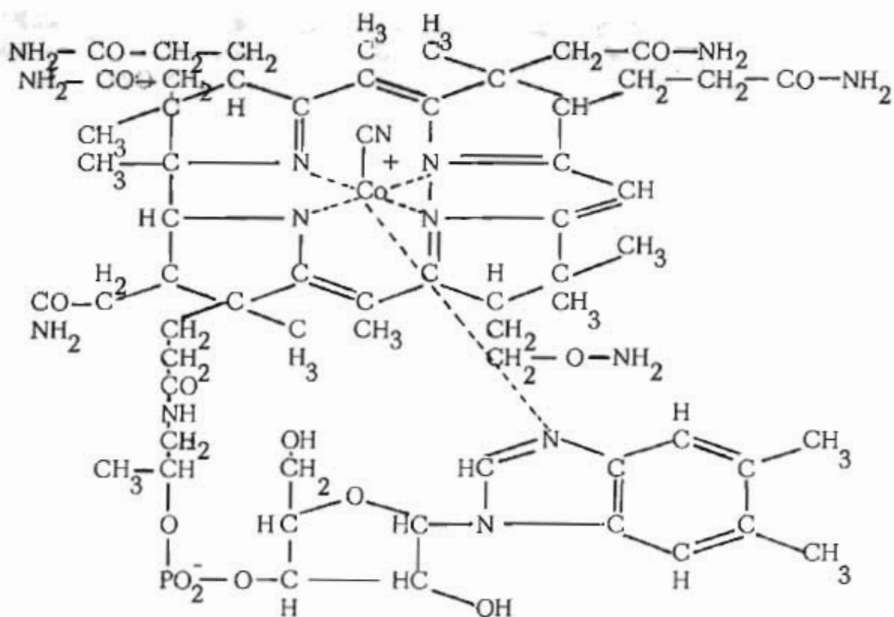
1 g se disuelve en 5 ml de agua y en alrededor de 100 ml de alcohol. Es insoluble en éter.

Punto de fusión

Funde alrededor de 200°C con descomposición.

VITAMINA B₁₂

Cianocobalamina.



Descripción

Cristales de color rojo oscuro, ó polvo a morfo ó cristalino. La forma anhidra es muy higroscópica y expuesta al aire, puede absorber aproximadamente 12 % de agua.

Análisis

Pérdida al secado

12 %.

Dosificación

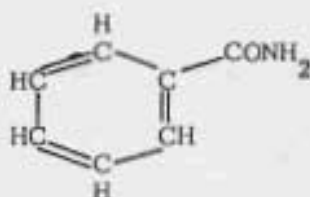
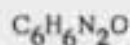
De 96 a 100.5 % de cianocobalamina en B.S.

Solubilidad

Poco soluble en agua. Soluble en alcohol. In soluble en acetona, cloroformo y eter.

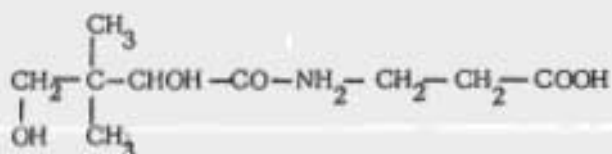
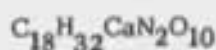
NIACINAMIDA.

Nicotinamida.



| | |
|--------------------------|---|
| Descripción | Polvo cristalino blanco, ligero olor y sabor amargos. Su solución es neutra. |
| Análisis | |
| Metales pesados | Max. 30 ppm. |
| Pérdida al secado | No más de 0.5 %. |
| Cenizas | No más de 0.1 %. |
| Pureza | No menos de 98.5 % y no más de 101.0 %. |
| Sustancias carbonizables | Ausentes. |
| Solubilidad | 1 g se disuelve en 1 ml de agua y en 1.5 ml de alcohol y en 10 ml de glicerina. |
| Punto de fusión | Entre 128 y 131°C. |

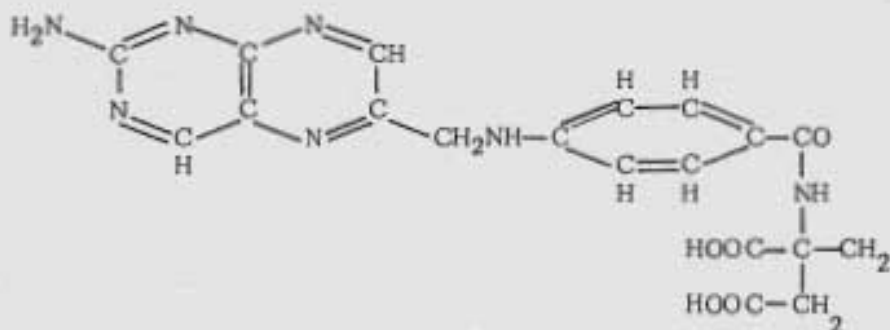
PANTOTENATO DE CALCIO



| | |
|--------------------------|---|
| Descripción | Es una mezcla de las sales de calcio de los isómeros dextrorrotatorio y levorrotatorio del ácido pantoténico. Es un polvo blanco, ligeramente higroscópico, de ligero olor y sabor amargo. Es inestable al aire. Su solución es neutra ó alcalina. Es ópticamente inactivo. |
| Análisis | |
| Metales pesados | No más de 20 ppm. |
| Pérdida al secado | No más de 5 %. |
| Dosificación | No menos que 42.5 % de d-pantotenato de calcio, calculado en B.S. |
| Contenido de calcio | No menos de 8.2 % y no más de 8.6 %, después de secada la muestra. |
| Alcalinidad y alcaloides | Negativa. |
| Solubilidad | Soluble en agua y en glicerina. Insoluble en alcohol en cloroformo y en éter. |

ACIDO FOLICO.

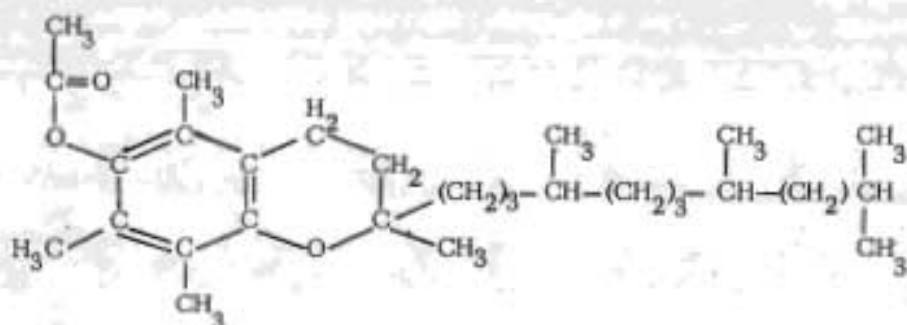
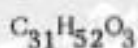
Acido Pirilglutámico ; Vitamina B₉.



| | |
|-------------|--|
| Descripción | Polvo cristalina amarillo ó amarillos-naranja. Inodoro. |
| Análisis | |
| Valoración | Entre 98 y 102 % de ácido fólico en B.S. |
| Agua | No más de 8.5 %, determinada por el método de Karl-Fischer. |
| Cenizas | De 100 mg (Inapreciable). |
| Solubilidad | Muy poco soluble en agua, insoluble en alcohol, acetona, benceno, cloroformo y éter. Muy soluble en soluciones diluidas de hidróxidos alcalinos y de carbonatos. Soluble en los ácidos clorhídrico y sulfúrico diluidos (de coloración amarilla pálida). |

VITAMINA E.

Acetato de d,1-alfa-tocoferol.



Descripción

Es una forma de la vitamina E. Es un aceite amarillo con ligero olor, claro y viscoso. Es inestable en presencia de álcalis y es afectado por la luz.

Análisis.

Arsénico

Máx. 3 ppm.

Metales pesados

Max 40 ppm.

Plomo

Max. 10 ppm.

Dosificación

No menos de 97 % de vitamina E.

Solubilidad

Es insoluble en agua, soluble en alcohol y es miscible en eter con cloroformo, con acetona y con aceite vegetal.

Índice de refracción

Entre 1.494 y 1.498 a 20°C.

HIDROXIDO DE POTASIO.

Potasa cáustica

KOH

Descripción Producto muy higroscópico, absorbe el CO_2 del aire, para formar carbonatos.
Pastillas blancas.

Análisis.

Arsénico Max. 1 ppm.

Metales pesados Max. 10 ppm.

Agua (sustancias ins.) Ausente.

Dosificación No debe ser inferior al 85 % de alcalinidad expresada en KOH.

Carbonatos Max. 4 %.

NaOH Max. 1 %.

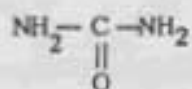
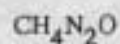
HIDROXIDO DE SODIO.

Sosa cáustica

NaOH

| | |
|--|---|
| Descripción | Lentejas, agujas, etc. blancas ó ligeramente amarillas. A la exposición del aire, absorben CO_2 y humedad. |
| Análisis. | |
| Arsénico | Max. 3 ppm. |
| Metales pesados | Max. 30 ppm. |
| Plomo | Max. 10 ppm. |
| Dosificación | No menos de 95 % de álcali total, calculado como NaOH. |
| Carbonatos | No más de 3 %. |
| Sustancias insolubles y materia orgánica | Ausentes. |
| Solubilidad | 1 g se disuelve en 1 ml de agua, es fácilmente soluble en alcohol. |

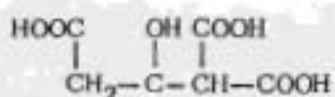
UREA.



| | |
|---------------------|--|
| Calidad | Para productos alimenticios. |
| Descripción | Cristales incoloros ó polvo blanco cristalino. |
| Análisis. | |
| Arsénico | Max. 3 ppm. |
| Metales pesados | Max. 10 ppm. |
| Cenizas | Max. 0.1 %. |
| Determinación | 99.5 % de urea. |
| Hierro | Max. 10 ppm. |
| Materias insolubles | Max. 0.01 %. |
| Solubilidad | La solución debe estar libre de impurezas. |
| Intervalo de fusión | 132 - 134°C. |

ACIDO CITRICO.

Acido hidroxipropano tricarbóxico.



| | |
|--------------------------|--|
| Calidad | Para productos alimenticios. |
| Descripción | Sólido cristalino, blanco ó incoloro. |
| Análisis. | |
| Arsénico | Max. 1 ppm. |
| Metales pesados | Max. 5 ppm. |
| Humedad | Max. 0.5 % (producto anhidro). Max. 8.8 % (producto hidratado). |
| Cenizas | Max. 0.05 %. |
| Determinación | 99.5 % de ácido cítrico en B.S. |
| Acido oxálico | Ausente. |
| Sustancias carbonizables | Ausentes. |
| Calcio | Ausente. |
| Fierro | Ausente. |
| Sulfatos | Ausentes. |

ANÁLISIS PRINCIPALES.

A continuación, se darán a conocer los principales métodos de análisis efectuados a las materias primas en general y análisis que son comunes a ellas de acuerdo a su naturaleza.

IDENTIFICACIONES.

SALES INORGANICAS. - Su identidad se realiza a través de exámenes químicos, es decir, por reacciones específicas para los elementos que constituyen al compuesto.

CATIONES Y ANIONES.

SODIO. - Recoger en la extremidad de un alambre de platino, una pequeña porción de sustancia humedecida con ácido clorhídrico, e introducirla en la llama de un mechero. Una coloración amarilla de la llama, indica la presencia de sodio.

POTASIO. - Se sigue la técnica anterior, solo que la aparición de una llama color violeta, vista a través de un vidrio de cobalto, indica la presencia de potasio.

MAGNESIO. - Se disuelven unos mgs de sustancia en la mínima cantidad de agua ó en ácido clorhídrico diluido si es necesario, y se agregan 1 ó 2 g de cloruro amónico y amoniaco concentrado en exceso; agitar y frotar el tubo de ensaye con una varilla de vidrio. Un precipitado cristall-

no, indica la presencia de magnesio.

CALCIO. - En un tubo de ensayo, que contenga unos mgs de sustancia, disueltos en la mínima cantidad de agua ó con ácido clorhídrico, si es necesario, neutralizar con amoníaco y adicionar unos mililitros de ácido acético (1:3), agitar, calentar e introducir un volúmen igual de oxalato de amonio al 5 % caliente. La aparición de un precipitado blanco, indica la presencia de calcio.

FIERRO. - Introducir en un tubo de ensayo unos mgs de muestra disueltas en agua, agregar 1 ml de ácido clorhídrico y calentar. Una vez fría la solución, repartirla en dos tubos de ensayo.

Al primero, añadirle algunas gotas de ferrocianuro de potasio; un precipitado azul oscuro, indica la presencia de Fierro III.

Al segundo tubo, agregarle algunas gotas de ferricianuro de potasio y si aparece un precipitado azul oscuro, existe el Fierro II.

CLORURO. - En un tubo de ensayo, introducir unos mgs de muestra, agregar agua y unos ml de ácido nítrico concentrado, enseguida 1 ó 2 ml de nitrato de plata al 5 %; la presencia de cloruros, forma un precipitado blanco.

FOSFATO. - Disolver algunos mgs de muestra, en algunos ml de agua, ó si es preciso, en la cantidad de ácido nítrico concentrado necesario, añadir unos mg de nitrato amónico, 2 ml de solución acuosa al 15 % de molibdato de amonio y un ml de ácido nítrico concentrado, calentar. La aparición de un precipitado amarillo, indica la presencia de fosfatos.

CARBONATOS. - Poner en un tubo de ensayo, 1 g de muestra pulverizada, humedecerla con un poco de agua, añadir algunos mililitros de ácido clorhídrico al 10 %. La aparición de efervescencia, indica la presencia de carbonatos.

IMPUREZAS.

AMONIO. - En un tubo de ensayo, introducir algunos miligramos de muestra disuelta en agua y agregar algunos mililitros de hidróxido de sodio al 10 %. Poner cerca de la boca del tubo un tapón de algodón, sobre el que se pone un trozo de papel tornasol rojo, humedecido con agua destilada. Calentar el tubo de ensayo durante 2 minutos en baño maría. El viraje al azul del papel tornasol ó la aparición de olor a amoníaco, indican su presencia.

SODIO. - Ver la identificación.

POTASIO. - Poner 0.1 g de muestra en un tubo de ensayo, disolverlo en 1 ml de agua, añadir 1 ml de solución acuosa de cobaltonitrito sódico. La aparición de turbidez ó de un precipitado amarillo, indica la presencia de potasio.

MAGNESIO. - En un tubo de ensayo introducir 0.1 g de muestra, 1 ml de agua y 1 ml de solución de cloruro de amonio al 10 %. Añadir 1 ml de amoníaco al 3.4 % y 1 ml de solución acuosa al 6 % de fosfato disódico. - Rotar las paredes del tubo con una varilla de vidrio durante algunos minutos. La aparición de turbidez ó de un precipitado blanco, indican la pre

sencia de magnesio.

CALCIO. - Introducir 0.1 g de muestra 1 ml de agua en un tubo de ensayo. Agregar 1 ml de amoníaco al 3.4 % y 1 ml de disolución acuosa al 6 % de ácido oxálico. La aparición de turbidez ó de un precipitado blanco cristalino antes de 1 minuto, indican la presencia de calcio. En el caso de los ácidos cítrico, tartárico y láctico, es necesario, tras la adición del ml de agua, neutralizar con algunas gotas de amoníaco concentrado, continuando despues con la reacción. Las sales de magnesio insolubles en agua, se disuelven en un poco de ácido acético.

HIERRO. - En un tubo de ensayo, introducir 0.1 g de muestra y disolverlo con 1 ml de agua. Agregar 1 ml de ácido clorhídrico concentrado y 1 ml de ferrocianuro de potasio al 5 %.

En ausencia de hierro, no se forma en el intervalo de 2 minutos, ni precipitado azul ó coloración azul-vedosa. Existen solo trazas de hierro, si esta coloración no aparece inmediatamente. Hay pequeñas cantidades, en caso de la aparición de color ó ligero precipitado azul inmediato. Cuando la muestra es alcalina ó insoluble en agua, se neutraliza disolviendola en una pequeña cantidad de ácido clorhídrico concentrado y completando a 1 ml con agua.

CLORUROS. - Disolver la cantidad descrita en agua ó ácido nítrico al 10 % indicados. Transvasarlo al tubo de Nessler. Añadir 10 ml de ácido nítrico al 10 %. Diluir con agua a 50 ml y agregar 1 ml de nitrato de -



plata al 5 %. Agitar y dejar reposar por 5 minutos. La opalescencia del líquido, no debe ser mayor que la del testigo estándar.

Estándar. - (355 mg/l de clouros). Poner en un tubo de Nessler - 1 ml de ácido clorhídrico 0.01 N y 10 ml de ácido nítrico al 10 %. Diluir con agua hasta 50 ml. Añadir 1 ml de nitrato de plata al 5 %, agitar y - dejar reposar el tubo durante 5 minutos.

SULFATOS. - Disolver la cantidad prescrita de muestra en agua ó ácido clorhídrico al 10 % indicado. Transvasarlo al tubo de Nessler, añadir - 10 ml de ácido clorhídrico al 10 %, diluir a 50 ml y agregar 1 ml de diso-lución acuosa al 10 % de cloruro de bario. Agitar y dejar reposar 5 minutos. La opalescencia del líquido, no debe ser mayor que la del testigo estándar.

Estándar. - (960 mg de sulfatos/l). Introducir en un tubo de Nessler 2.5 ml de ácido sulfúrico 0.01 N y 10 ml de ácido clorhídrico al 10 %, diluir con agua a 50 ml y añadir 1 ml de cloruro de bario. Agitar y dejar reposar 5 minutos.

NITRATOS. - Introducir 0.1 g de muestra y 1 ml de agua en un tubo de en-saye. En el caso de carbonatos y bicarbonatos, neutralizar este ml con algunas gotas de ácido sulfúrico concentrado y enfriar. Pasar esta solu- ción a otro tubo que contenga 1 ml de sulfato de difenilamina. La apari- ción, en el intervalo de 5 minutos de una coloración azul en el plano de - contacto de los dos líquidos, indica la presencia de nitratos.

FOSFATOS. - Ver identificación de.

CARBONATOS. - Ver identificación de.
(37)

TOXICOS.

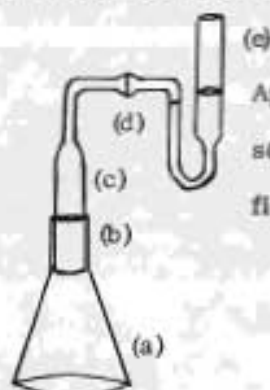
ARSENICO.

Su detección está basada en una reacción de tipo colorida y en una comparación entre la muestra y los estándares precisos para la prueba.

Método.

(Nota). - Todos los reactivos usados en esta prueba, deberán ser de bajo contenido de arsénico.

El aparato empleado para esta determinación, consiste en un matraz generador de arsina (a), unido a una pequeña conexión (c) y a un tubo de absorción (e) de juntas esmeriladas y unas pinzas en las mismas (d), conectando las unidades. Existen otro tipo de aparatos, pero solo se usan en casos especiales.



Aparato para la prueba general de ar
sénico. (Cortesía de Fisher Scientific Co., Pittsburgh, Pa.)

Reactivos.

-Solución estándar de arsénico. - Pesar exactamente 132.0 mg de trióxido de arsénico finamente pulverizado y secado por 24 horas y disolverlo en -
5 ml de hidróxido de sodio (15). Neutralizar la solución con ácido sulfú-

rico diluido al 10 % y agregar 10 ml de exceso; diluir con agua recién hervida. Transvasar 10 ml de esta solución a un matraz volumétrico de 1000 ml, agregar 10 ml de ácido sulfúrico diluido (10 %) y llevar hasta el aforo con agua hervida. Esta solución contiene 1 mcg/ml y puede usarse durante tres días.

-Solución de dietilditiocarbamato de plata. - Disolver 1 g de dietilditiocarbamato de plata recristalizada, $(C_2H_5)_2NCSSAg$, en 200 ml de piridina.

-Solución de cloruro estanoso. - Disolver 40 g de cloruro estanoso grado reactivo dihidratado, $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ en 100 ml de ácido clorhídrico.

-Algodón impregnado de acetato de plomo. - Remojar algodón en solución saturada de acetato de plomo grado reactivo; exprimir el exceso de este reactivo y secar a temperatura ambiente.

-Solución de la muestra. - La preparación de la muestra depende de su naturaleza. Los compuestos orgánicos son preparados en el matraz generador (a) de la manera siguiente: Se digiere la muestra (1 g) con 5-10 ml de ácido sulfúrico sobre una parrilla y con adiciones de peróxido de hidrógeno al 30 %, (el uso de estos reactivos es peligroso por ser explosivo, por lo que debe manejarse con precaución). Se continúa la digestión hasta que no haya materia carbonosa. Se completa el volumen con agua a 55 ml. A los compuestos inorgánicos solubles, solo se les adiciona 35 ml de agua y 20 ml de ácido sulfúrico 1 + 4. A compuestos que —

contienen metales, tales como calcio, magnesio, etc., que son insolubles en el ácido sulfúrico, puesto que precipitan como sus sales, se los agrega ácido clorhídrico y se lleva el volumen a 55 ml con agua destilada. En casos especiales, en que no es posible digerir con ácido sulfúrico, se agregan otros compuestos para ayudar a digerirlos, como por ejemplo el citrato de sodio, para los compuestos que contienen fierro.

Posteriormente, agregar en todos los casos, a los matraces 2 ml de yoduro de potasio al 30 % y 0.5 ml de cloruro estanoso y mezclar. En seguida, se deja la mezcla en reposo durante 30 minutos a temperatura ambiente. Empacar el tubo (c) con trozos de algodón impregnados de acetato de plomo, dejando espacios entre ellos y lubricar con grasa las juntas (b) y (d). Conectar el matraz con el tubo de absorción (e). Transferir 3 ml de la solución de dietilditiocarbamato de plata, en el tubo de absorción y 10 g de zinc granulado en la mezcla del matraz, e inmediatamente insertar el tubo con la junta del matraz. En seguida hay desprendimiento de hidrógeno y desarrollo de color (de amarillo al rojo) en la solución de absorción, cuando existe arsénico (se ha observado que esta reacción dura 45').

Existen dos maneras de interpretar los resultados:

1. - Valoración visual por comparación de la muestra con los estándares.
2. - Transvasar las soluciones a unas celdas y determinar la absorbancia a 525 nm con un espectrofotómetro ó colorímetro, usando solución de dietilditiocarbamato de plata como blanco.

Como se mencionó anteriormente, existen algunas interferencias

tales como, cromo, cobalto, cobre, mercurio, molibdeno, níquel, paladio y plata en la producción de arsina. El antimonio que puede formar estibina, es un metal que produce una interferencia positiva en el desarrollo de color con el dietilditiocarbamato de plata, formando un color rojo, el cual, tiene una absorbancia máxima a 510 nm, pero a 525 nm la absorbancia del complejo de antimonio es disminuida, por lo que los resultados de la determinación, no se altera significativamente. (37) (15)

METALES PESADOS.

Esta prueba está designada para definir ó medir, el límite de contenido de impurezas de metales que son identificados bajo condiciones específicas y que son precipitados por el sulfuro de hidrógeno (plata, arsénico, bismuto, cadmio, cobre, mercurio, plomo, estaño, antimonio, etc).

Según las normas establecidas para cada muestra, esta prueba se basa en medir en parte por millón (ppm) (mg/Kg) y de que no sobrepase el límite fijado para cada una. Se ha encontrado que 20 ppm de plomo en 50 ml de solución, es la concentración óptima, para comparar, usándolo como estándar para las muestras tratadas.

Reactivos.

-Amoniaco. - 400 ml de hidróxido de amonio y llevar el volumen a 1000 ml con agua destilada.

-Acido clorhídrico.

-Solución estándar de nitrato de plomo. - Pesar 159,8 mg de nitrato de -

plomo.

plomo, transvasarlo a un matraz volumétrico de 1000 ml , agregarle 1 - ml de ácido nítrico y diluir hasta el aforo.

-Solución estándar de plomo. - Diluir 10 ml de la solución anterior a 100 ml. Cada ml contiene 10 mcg del ión plomo.

Procedimiento.

Existen dos métodos que son los más importantes y están relacionados al tipo de sustancia.

1. - Para sustancias que son solubles en soluciones acuosas.
2. - Para aquellas sustancias de origen orgánico y en el que se tendrá que destruir la materia orgánica.

1. - Solución A. - Introducir en un tubo de Nessler un volúmen de la solución estándar de plomo, que contenga la cantidad especificada (20 ppm) y agregar agua aproximadamente a 25 ml . Ajustar el pH entre 3 y 4 con papel indicador por adición de ácido acético y amoníaco diluidos.

Solución B. - Poner en otro tubo de Nessler, la cantidad específica de muestra (en relación al estándar) y agregar agua para disolverlas. Ajustar el pH entre 3 y 4 también por adiciones también de ácido acético y amoníaco.

Existen algunas excepciones en las que no podrá usarse el ácido acético, por la precipitación que ocasiona y entonces se usará el ácido clorhídrico, por ejemplo las sales de calcio, magnesio, etc. En los dos casos, se diluye a 40 ml.

A cada tubo se le agregan 10 ml de la solución reciente de ácido sulfhídrico, mezclar y después de 5 minutos, se podrá observar a simple vista la opalescencia producida por la presencia de estos metales, al precipitar con el ácido sulfhídrico. Estos son comparados con el estándar.

2. - Es igual al anterior en cuanto a la solución A.

Solución B. - Se toma una cantidad específica de muestra, exactamente pesada en un crisol y se agrega suficiente ácido sulfúrico para cubrir la muestra y cuidadosamente se calcina a baja temperatura hasta llegar a las cenizas. Después se le agrega 2 ml de ácido nítrico concentrado y 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado; de nuevo se pone a calcinar y se lleva a la mufla a calcinar a 500°C, hasta que el carbón se haya oxidado. Enfriar y agregar 4 ml de ácido clorhídrico diluido (1:2), digerir en un baño de vapor por 10 minutos y después evaporar a sequedad. Posteriormente se humedece el residuo con una gota de ácido clorhídrico concentrado, se agregan 10 ml de agua caliente y se digiere por dos minutos más. Se ajusta al pH indicado (3 ó 4), se filtra si es necesario y se diluye a 40 ml, se mezcla y se compara.

Para este método existen algunas interferencias como son, el hierro, ; en el caso de las sustancias que lo contienen como elemento esencial, ejemplo, el sacarato de hierro, etc., ya que es también precipitado por el ácido sulfhídrico, presentando una opalescencia parecida. En estos casos es recomendable la determinación de plomo. (15). (37)

DETERMINACION DE PLOMO.

Principio.

Extracción del plomo de una solución ligeramente ácida por una solución de dietilamonio-dietilditio-carbamato (DDDC) en xileno. Recuperación específica en una solución ácida (formación de complejos del tipo de $PbCl_4^2-$) y determinación colorimétrica en un medio alcalino, pH 10 con piridil-azo-resorcina (PAR).

El hierro en grandes cantidades interfiere y las muestras de sales de hierro, deben tratarse especialmente.

Reactivos.

- Acido clorhídrico 2 N.
- Acido clorhídrico 6 N.
- Dietilamonio-dietil-ditio-carbamato (DDDC) en xileno al 1 %.
- Cianuro de potasio 1 g en 100 ml de agua destilada.
- Solución amortiguadora pH, 10 (26 g de NH_4Cl en agua destilada + 85 ml de amoníaco y llevar a 1 litro con agua destilada).
- 4-(2-piridil-azo) resorcina (PAR), 0.25 g en 100 ml.
- Solución patrón de plomo (Pb) de 10 ppm (10mcg/l).
- Solución concentrada (1000 ppm de Pb). - Disuélvanse exactamente 1.59 g de $PbNO_3$ en un matraz aforado de 1000 ml.
- Solución diluida (10 ppm de Pb). - Dilúyase 1 ml de la solución concentrada de plomo en un matraz aforado de 100 ml.

Procedimiento.

Toma de ensayo. - Pesar la cantidad de muestra de acuerdo a la norma especificada para la misma, en ppm.

El tratamiento de la muestra también está de acuerdo a su naturaleza, ejem:

1. - Compuestos inorgánicos.
2. - Compuestos insolubles en agua.
3. - Compuestos orgánicos.
4. - Compuestos que contienen hierro., etc.

1. - Compuestos inorgánicos.

Se pesa lo especificado de muestra, (ejem: si su norma es de 10 ppm, se pesa 1 g de muestra). Se disuelve en 5 ml de ácido clorhídrico 6 N, se transvasa con aproximadamente 25 ml de agua destilada a un embudo de separación de 125 ml. Se le agrega de 10 a 15 ml de solución de DDDC en xileno, se agita durante 1 minuto y se deja reposar a que se separen las dos capas. Posteriormente se pasa la parte inferior (acuosa) a un vaso y se desecha. Después se le añaden 10 ml de ácido clorhídrico 2 N, se agita nuevamente y se deja reposar otra vez a que se separen las dos capas. Se desecha la parte inferior y se lava el contenido del embudo 2 veces con agua destilada (enjuagando las paredes del embudo), sin agitar y al final se le agrega 5 ml de ácido clorhídrico 6 N, en el que se extraerá el plomo, agitando y dejando reposar a que se separen las fases. La solución ácida, (capa inferior), se transvasa a un vaso de pre-

cipitados de 100 ml, al que se le va agregar 7 ml de amoníaco concentrado y 1 ml de cianuro de potasio si es necesario, y se lleva a volúmen de 50 ml. Posteriormente, se agregan 3 gotas de la solución PAR, se agitan y se comparan con los estándares y con el blanco.

Preparación del blanco. - Se lleva a cabo todo el procedimiento, solo que la solución inicial es de 20 ml de ácido clorhídrico 2 N.

2. - Compuestos insolubles en ácido clorhídrico diluido y algunos orgánicos (lecitina, caseína, etc.)

Se incinera la muestra con destrucción de materia orgánica por vía seca ó por vía sulfonítrica. Las temperaturas no deben ser mayores de 450-500°C y después se agrega al crisol 5 ml de ácido clorhídrico 6 N para disolver las cenizas en baño maría a ebullición. Posteriormente se transvasan al embudo de separación con 25 ml de agua destilada y se sigue el procedimiento anterior.

3. - Compuestos orgánicos.

También se lleva a cabo la destrucción de materia orgánica por calcinación, y a las cenizas se les agregan 5 ml de ácido clorhídrico — 6 N y se sigue como posteriormente se describió.

4. - Compuestos que contienen hierro (Sacarato de hierro, etc.).

Estos compuestos se disuelven previamente en ácido clorhídrico diluido y con calentamiento. Posteriormente se les agrega el mismo peso de la muestra en ácido ascérbico, para evitar que el fierro sea extraído -

por el DDDC en xileno. Se trasvasan al embudo de separación y se sigue el método general.

Preparación de los estándares.

En 4 vasos de 100 ml, se introducen 0, 0.5, 1 y 2 ml de la solución diluida de plomo, que representarán respectivamente 0, 5, 10 y 20 ppm de plomo. Se llevan a un pH de 10 con la adición de 5 ml de solución amortiguadora, se aforan a 50 ml y se les agrega también 3 gotas de la solución PAR, se agitan y se comparan las coloraciones con las muestras. (15) (37)

ANÁLISIS GENERALES.

PERDIDA POR SECADO O DETERMINACION DE LA HUMEDAD.

Este procedimiento es usado para determinar la cantidad de materia volátil desprendida bajo condiciones específicas, dependiendo de la materia prima; entre las materias volátiles se encuentra el agua, (como humedad); esta prueba está designada para aquellos compuestos en los cuales, la pérdida por secado, es atribuida solo a la cantidad de agua existente en la muestra. Para aquellas sustancias que aparentemente tienen el agua formando parte de la molécula, existe otro procedimiento como el de Karl-Fischer, cuyo resultado se expresa como % de agua.

Procedimiento.

Como lo indique la monografía de cada materia prima, se pesan 1 ó 2 g de, previamente mezclada en una cápsula de níquel con tapa, la

cual ha sido puesta a peso constante, enfriada y tarada. Posteriormente, es introducida en una estufa de secado a la temperatura y tiempo especificados, y al final se pesan ya fría la cápsula y el porcentaje de pérdida por secado, se obtendrá por la diferencia de pesos antes y después de secada la muestra.

En compuestos en donde es más difícil extraer el agua por este procedimiento, se emplean estufas de presión reducida, ya que el agua puede encontrarse entre los tejidos, sobre todo en compuestos vegetales. (15)

DETERMINACION DE AGUA POR EL METODO DE KARL FISCHER.

En este método, la determinación de agua, está basada en el hecho de que el yodo y el dióxido de azufre reaccionan solo en la presencia de agua y la reacción entre el agua y la solución de dióxido de azufre, el yodo en piridina y el metanol, es estequiométrica.

Aparato. - La titulación con el reactivo de Karl-Fischer, puede ser conducida en cualquier aparato, el cual esté provisto de una atmósfera excluida de humedad y de un checador del punto final. El punto final de soluciones poco coloridas, puede ser detectado visualmente por el cambio de un color café luminoso ó amarillo canario a un color ambar. Cuando el punto final es oscuro, ó de soluciones coloridas, es mejor usar el método electrométrico para esta determinación. El aparato necesario para este caso, es el de un simple circuito eléctrico capaz de pasar de 5 a 10 microamperes de una corriente eléctrica entre un par de electro-

dos de platino, los cuales son sumergidos en la solución que va a ser titulada. A través de la titulación, el flujo de corriente no persiste durante los pocos microamperes, pero en el punto final, un ligero exceso de reactivo incrementa el flujo entre 50 y 150 microamperes, hasta por 30 segundos.

Los aparatos comerciales, consisten de un sistema cerrado con unos desecantes, buretas automáticas y un agitador magnético y dos electrodos.

Reactivo de Karl-Fischer.

Aunque ya se dispone del que existe en el comercio, se puede preparar de esta manera:

A una mezcla de 670 ml de metanol y 170 ml de piridina en un matraz, agregar 125 g de yodo, e inmediatamente taparlo y enfriar. Pasar una corriente de dióxido de azufre seco a través de 100 ml de piridina contenida en un matraz de 250 ml graduado y enfriar en un baño de hielo, hasta que el volumen de la solución esté en 200 ml. Posteriormente se agrega con lentitud esta solución a la mezcla de yodo fría, tapar inmediatamente y agítase hasta que el yodo se haya disuelto. Cada ml de este reactivo equivalente a 5 mg de agua. Así mismo, esta solución se deteriora continuamente y debe estandarizarse cuando menos 1 hora antes de su uso.

Estandarización del reactivo. - Titular aproximadamente 36 ml de meta-

nal que has sido vertidos en el recipiente del aparato con la solución de Karl-Fischer y así se elimina el agua presente en el metanol; inmediatamente agregar aproximadamente 200 mg de tartrato de sodio pesados — con exactitud y otra vez titular con agitación hasta el punto final. El factor de equivalencia del agua, F en mg de agua por ml de reactivo se representa por la fórmula:

$$0.1566 \frac{W}{V}$$

W = es el peso en mg del tartrato de sodio.

V = es el volúmen del reactivo en ml, consumido en la segunda titulación.

Procedimiento.

Verter alrededor de 25 ml de metanol en el recipiente del aparato y titular con el reactivo de Karl-Fischer hasta el punto final. Rápidamente transferir al recipiente una cantidad exactamente pesada ó medida de la muestra; es preferible que contenga de 10 a 50 mg de agua, agitar vigorosamente y otra vez titular hasta el punto final. El agua contenida en la muestra (en mg) es obtenida por la multiplicación del volúmen del reactivo usado en la titulación por el factor de equivalencia F , del reactivo. (15)

CENIZAS.

Dependiendo de la muestra, pesar de 2 a 3 g de la misma en un crisol puesto a peso constante, tarado y frfo, calcinar primero a baja tem

peratura y despues fuertemente (alrededor de 550°C), hasta que ya no haya carbón. Sacar de la mufla y poner en un desecador, enfriar y pesar. El porcentaje de cenizas, se obtiene por la diferencia de pesos, antes y despues de la calcinación. Cuando las cenizas no se han blanqueado, es necesario, agregarles unas gotas de ácido nítrico, calcinar nuevamente enfriar y pesar. (15) (16)

PUNTO DE FUSION.

El rango de fusión ó punto de fusión de un sólido, se define como la temperatura a la cual empieza a fundir y cuando está completamente fundido.

Cualquier método y aparato es capaz de una exactitud. Esta puede ser checada con frecuencia (los termómetros por estándares de referencia.

Los procedimientos para la determinación del punto de fusión, varían de acuerdo a la naturaleza de la sustancia, ejemplo: Reducir la muestra a un polvo muy fino y cuando contenga agua de hidratación, secarla a la temperatura especifica, ó cuando la muestra no contenga agua, se carla en un desecador por 16-24 horas.

Procedimiento.

Cargar un tubo capilar hasta la extremidad sellada, con suficiente muestra. Calentar alrededor de 30°C abajo del punto de fusión esperado y ajustar el capilar al nivel del bulbo del termómetro. Continuar el —

calentamiento con agitación del medio y elevar la temperatura aproximadamente 3°C por minuto, hasta que esté 3°C abajo del punto de fusión esperado y entonces cuidadosamente regular la temperatura y elevarla 1°C por minuto hasta llegar al punto de fusión. (12)

DETERMINACION POLARIMETRICA.

Muchas sustancias en estado puro ó en solución, son ópticamente activas, ó sea, que la luz polarizada que incide en ellos emerge en un plano, formando un ángulo perceptible con el plano de la luz incidente. Cuando este fenómeno es muy definido, se puede medir con suficiente precisión y aprovecharlo como base de algunas valoraciones, así como para ensayos de identidad. La rotación óptica se expresa en grados, ya sea, — como rotación angular (observada) ó como rotación específica (calculada con referencia a la concentración específica de un gramo de soluto en un mililitro de solución y medida bajo condiciones establecidas).

La rotación específica, se expresa generalmente mediante el término $\frac{t}{x}$, en el que t, es la temperatura en grados centígrados a la que se efectúa la determinación y x, representa la línea espectral característica ó longitud de onda de la luz empleada. A menos que se indique otra cosa, los valores citados se han determinado a 25°C, utilizando la línea D del espectro de sodio, ó sea, a 589.0 y a 589.6 nm.

El poder rotatorio varía apreciablemente con la temperatura, por lo que esta debe mantenerse fija durante la determinación.

Procedimiento.

Cuando la sustancia es un líquido, su temperatura se ajusta a 25°C , se pasa al tubo del polarímetro y se procede como se indicará más adelante, desde donde dice, "se efectúan cuando menos 5 lecturas.". La prueba en blanco, se verifica empleando un tubo seco y vacío. Cuando la sustancia es sólida, se pesa una porción adecuada, se deposita en un matraz volumétrico con la ayuda de agua ó de otro disolvente específico, reservando una porción adecuada del disolvente para la prueba en blanco. - Se agrega más disolvente hasta cerca de la línea de aforo y la temperatura del contenido del matraz se ajusta a 25°C sumergiendo el matraz en un baño maría a temperatura constante. Se agrega disolvente hasta el aforo y se mezcla. Enseguida, la solución se pasa al tubo del polarímetro, durante el término de 30 minutos a partir del momento de disolución total de la muestra, teniendo cuidado del tiempo transcurrido, cuando se trate de sustancias que se sabe experimenten racemización ó mutarrotación. Durante el tiempo transcurrido, la solución se mantiene a la temperatura de 25°C .

Se efectúan cuando menos 5 lecturas de la rotación observada a 25°C . Se sustituye el tubo que contiene la solución de la muestra, por el que contiene el disolvente y se efectúa con este un número igual de lecturas.

Para obtener la rotación observada corregida, el aparato se ajusta a cero, promediando las lecturas de la prueba en blanco y substrayen

do el promedio de las lecturas de la rotación observada, si las dos cifras son del mismo signo, ó agregándolo, si las cifras tienen signo opuesto.

Cálculos: La rotación específica se calcula (de una sustancia líquida ó de una solución), por medio de las siguientes fórmulas:

$$\text{Para sustancias líquidas } \left[\alpha \right]_x^t = \frac{a}{ld}$$

$$\text{Para sustancias sólidas en solución } \left[\alpha \right]_x^t = \frac{100a}{lpd} \quad \frac{100a}{lc}$$

donde:

a = Rotación observada, corregida, en grados a la

t = temperatura, a la

x = longitud de onda

l = longitud del tubo del polarímetro en cm.

d = densidad del líquido ó de la solución a la temperatura de observación.

p = es la concentración de la solución expresada en gramos por cada 100 g de solución.

c = concentración de la solución, expresada en g de la muestra por cada 100 ml de la solución. (12)

DETERMINACION DEL NITROGENO TOTAL.

Principio.

Oxidación de la muestra por el ácido sulfúrico en presencia de óxido de titánio como catalizador. Transformación del nitrógeno de los -

componentes orgánicos en nitrógeno amoniacal. Liberación del amoníaco por adición de hidróxido de sodio, destilación del mismo, recogiendo lo en una solución de ácido bórico y valoración.

Se emplea el óxido de titanio por su eficiencia e inocuidad. Generalmente el óxido de mercurio proporciona contenido en nitrógeno total más elevado, pero no se recomienda aplicarlo por su toxicidad y por los riesgos, en cuanto a la contaminación del ambiente. Tampoco se recomienda usar selenio por su toxicidad y por las pérdidas eventuales en nitrógeno durante la mineralización.

Reactivos.

- Hidróxido de sodio. - 330 g de hidróxido de sodio en agua hervida y llevar el volumen a 1000 ml.
- Solución de ácido bórico. - Disolver 40 g de ácido bórico en agua hervida y llevar el volumen a 1000 ml.
- Indicador. - 0.2g de rojo de metilo y 0.1 g de azul de metileno en alcohol metílico y llevar a 100 ml con alcohol.
- Acido clorhídrico 0.1 N.
- Muestra. - Pesar el equivalente a 0.02 g de nitrógeno.

Procedimiento.

Pesar la cantidad específica de muestra e introducirla a un matraz kjeldahl junto con los catalizadores, (0.2 g de titanio y 10 g de sulfato de potasio) y 20 ml de ácido sulfúrico concentrado.

Digerir hasta que el líquido permanezca claro (sobre parrilla a una temperatura no mayor de 550°C), dejar enfriar, y agregar 100 ml de agua destilada. Posteriormente, conectar el matraz al aparato de destilación por arrastre de vapor y destilar durante 10 minutos, empezando a contar desde el momento en que desciende la primera gota. El destilado se recibe en un vaso de precipitados que contenga 50 ml de solución de ácido bórico y 3 gotas de indicador.

Titular el destilado con ácido clorhídrico 0.1 N, hasta que el color de la solución pase de, verde a gris rosáceo.

Cálculos.

$$\% \text{ N}_2 \text{ Total} = \frac{\text{ml de HCl } 0.1 \text{ N} \times N \times 0.014 \times 100}{\text{P.M.}}$$

donde:

N = Normalidad exacta del ácido clorhídrico.

0.014 = miliequivalente del nitrógeno.

P.M. = Peso de la muestra.

$$\% \text{ Proteína} = \frac{\text{ml de HCl } 0.1 \text{ N} \times N \times 0.014 \times F \times 100}{\text{P.M.}}$$

donde:

F = Factor de conversión del nitrógeno a proteínas.

(6.38, si es un producto lácteo; 6.25, si el producto es vegetal y 5.7, si es un producto de trigo; 6.25, también, si es cualquier cosa). (12) (15)
(37)

LECHE DESCREMADA EN POLVO.

HUMEDAD.

La determinación de humedad, se realiza por el método (pag No90) a una temperatura de 99°C durante 7 horas.

NITROGENO DE LAS PROTEINAS DEL SUERO.

Reactivos.

-Polvos descremados estándares "low heat", suministrados por ADMI o determinados químicamente en cuanto al nitrógeno de las proteínas del suero. (Estos polvos estándares pueden obtenerse de American Dry Milk Institute, Inc., 221 North La Salle Street, Illinois 60601).

-Cloruro de sodio puro (sin adición).

-Solución saturada de cloruro de sodio.

-Solución saturada de cloruro de sodio acidificada con 4 ml de ácido acético glacial por litro de solución saturada de cloruro de sodio.

Procedimiento.

Pesar por duplicado, una cantidad lo más cercana posible a 2 g de leche descremada en polvo en un tubo de ensayo de 25 x 150 mm, añadir exactamente 20 ml de agua destilada. Tapar el tubo y agitar bien para disolver la leche en polvo. Colocar el tubo en un baño maría a 37°C durante media hora y agitar frecuentemente para asegurarse de la disolución completa.

Añadir 8 g de cloruro de sodio, agitar y volver a poner el tubo a 37°C durante media hora. Agitar 8-10 veces durante los quince primeros minutos y dejar reposar despues. Filtrar sobre un filtro, tapando con un vidrio de reloj, a fin de reducir la evaporación. Recoger unos 6 ml de filtrado.

Enfriar el filtrado a 20°C, pipetear de él 4 veces con mucha exactitud 1 ml, vertiendolos en 4 cubas ópticas (tipos de 19 mm x 150 mm Coleman, p. c.) antes que la sal se separe.

Blanco: Añadir, sirviendose de una pipeta, 10 ml de la solución saturada de cloruro de sodio en uno de los tubos que servirá de blanco para ajustar el cero del espectrofotómetro, regulado a la longitud de onda de 420 nm.

En los otros tres, pipetear 10 ml de la solución saturada de cloruro de sodio acidificada. Tapar, mezclar, invirtiendo tres veces los tubos. Esperar 5 minutos.

En un espacio comprendido entre 5 y 10 minutos, mezclar el contenido de cada tubo y medir inmediatamente la densidad óptica (extinción a 420 nm). Sacar la media de las 3 extinciones obtenidas y leer luego sobre la curva de calibración, la cantidad exacta de nitrógeno correspondiente (mg N/g Polvo).

Curva de calibración.

Pesar en dos erlenmeyers de 500 ml (con tapón esmerilado), 20-

g de cada polvo de leche descremada estándar (low heat y high heat). Añadir en cada erlenmeyer exactamente 200 ml de agua destilada. Agitar cuidadosamente para disolver. Colocarlos en un baño maría a 37°C durante media hora y agitar con frecuencia para que la disolución sea completa. Añadir después en cada erlenmeyer, 80 g de cloruro de sodio, agitar enérgicamente durante 1 minuto; colocar luego en baño maría a -37°C durante media hora. Agitar 8-10 veces durante los primeros 15 minutos, luego dejar reposar el resto del tiempo. Filtrar sobre un filtro plegado tapado con un vidrio de reloj para disminuir la evaporación. Si la primera parte del filtrado es turbia, volvería a filtrar sobre el mismo filtro. Recoger alrededor de 100 ml de filtrado.

Enfriar los dos filtrados a 20°C y pipetear las cantidades siguientes del mismo en los tubos con tapones esmerilados.

| Tubos No. | Filtrado "low heat" | Filtrado "high heat" |
|-------------|---------------------|----------------------|
| 1 mezcla de | 0 ml | 10 ml |
| 2 " | 2 | 8 |
| 3 " | 4 | 6 |
| 4 " | 6 | 4 |
| 5 " | 8 | 2 |
| 6 " | 10 | 0 |

Tapar los tubos, mezclar el contenido y pipetear de cada uno por cuatro veces con mucha exactitud 1 ml en las cubas (tubos de 19 x 150 - mm).

Continuar como dijimos antes, para la determinación. Tomar cada vez la media de 3 densidades ópticas leídas.

Sobre un papel milimétrico, graficar en las ordenadas la densidad óptica y en las abscisas los mg de N/g de polvo correspondientes. Se obtiene una recta que no pasa por el origen. (24)

DETERMINACION QUIMICA (Kjeldahl) DEL NITROGENO DE LAS PROTEINAS DEL SUERO (SPN).

Si no se pueden conseguir los polvos estándares ADMI, puede uno por si mismo obtener un polvo descremado "low heat" y un polvo descremado "high heat" y utilizarlos como estándares.

Reactivos.

-Cloruro de sodio puro, sin adición.

-Acido clorhídrico al 10 %. - 23 ml de ácido clorhídrico concentrado + 77 ml de agua destilada.

Procedimiento.

En un matraz aforado de 250 ml, pesar 25 g de leche descremada y disolver con cuidado en unos 150-200 ml de agua destilada. Colocar el matraz en un baño maría a 37°C durante media hora y agitar con frecuencia para conseguir una disolución completa. Enfriar a 20°C y enrasar con agua destilada (destruir la espuma mediante 3 gotas de alcohol octílico).

En un matraz erlenmeyer (con tapón esmerilado) de 500 ml, pe-

sar 100 g de cloruro de sodio e introducir luego los 250 ml de leche descremada reconstituida. Agitar vigorosamente durante 1 minuto; colocarla en el baño maría a 37°C durante media hora. Agitar 8-10 veces durante los primeros 15 minutos y luego dejar reposar. Filtrar sobre un filtro plegado, tapado con un vidrio de reloj. Recoger unos 150 ml de filtrado claro y enfriarlo a 20°C.

Para la determinación (por duplicado) del nitrógeno no-caseínico (NCN), pipetear 20 ml del filtrado en un matraz de 300 ml, añadir 20 ml de ácido sulfúrico con los catalizadores para nitrógeno y determinarlo cuidadosamente según Kjeldahl.

Para la determinación de nitrógeno no-proteínico (NPN), pipetear 100 ml del filtrado en un erlenmeyer de 200 ml (esmerilado). Añadir exactamente 1.5 ml de ácido clorhídrico al 10%. Agitar y dejar reposar. Filtrar sobre el filtro plegado, tapando con un vidrio de reloj. Llevar el filtrado a 20°C y pipetear por dos veces 20 ml del mismo para hacer las determinaciones del nitrógeno según Kjeldahl.

En el cálculo hay que tener en cuenta un factor de corrección de 0.887, pues la sal disuelta hasta la saturación en la leche, aumenta el volumen de 1.0 a 1.1267.

En el caso de NPN, hay que considerar además, el factor suplementario de 0.985 a causa de la adición de 1.5 ml de ácido clorhídrico al 10% a 100 ml del suero,

Ejemplos:

"low heat" Declaración ADMI : 7.57 mg/g

NCN : 20 ml del filtrado contienen $2 \times 0.887 = 1.774$ g

Mtra. para 1/4 valorado : 3.26 y 3.24 ml de HCl

0.1 N : media : 3.25 ml de HCl 0.1 N, lo que da :

10.26 mg N/g.

NPN : 20 ml del filtrado contienen $2 \times 0.887 \times 0.985 =$

1.747 g de Mtra., 1/4, valorado 0.84 y 0.835 ml de HCl

0.1 N : media 0.84 ml de HCl 0.1 N, lo que da :

2.69 mg N/g.

SPN : $10.26 - 2.69 = 7.57$ mg N/g

..

"high heat" Declaración ADMI : 0.91 mg/g

NCN : para 1/2 valorado 2.085 y 2.095, media 2.09 ml

HCl 0.1 N, lo que da : 3.30 mg N/g.

NPN : para 1/2 valorado 1.525 y 1.535, media 1.53 ml

HCl 1 N, lo que da : 2.45 mg N/g.

SPN : $3.30 - 2.45$ mg N/g.

ACIDEZ.

Determinación de la acidez valorable según ADMI,

Reactivos.

-Solución de hidróxido de sodio 0.1 N.

-Indicador. - Solución de fenolftaleína al 1 % (disolver 1 g de fenolftaleína en 50 ml de alcohol etílico al 95 %, neutralizar y diluir a 100 ml con agua destilada).

Procedimiento.

Sirviéndose de un agitador magnético, disolver y dispersar 10 g de leche descremada en polvo en 100 ml de agua destilada hervida.

Dejar reposar esta dispersión durante 1 hora aproximadamente, removerla suavemente y pipetear 17.6 ml en la cápsula de porcelana (vaso - de precipitados).

Añadir 0.5 ml de fenolftaleína (indicador) y valorar con hidróxido de sodio 0.1 N hasta que aparezca una ligera coloración rosa que persista 30 segundos.

El número de ml de hidróxido de sodio 0.1 N utilizados en la valoración, dividido por 20, indica el porcentaje de acidez valorable (expresado en ácido láctico) de la muestra reconstituida. (24)

CENIZAS.

Se sigue el método (pag. No. 93).

GRASA.

Se pesa aproximadamente 1.5 g de muestra. La primera extracción se hace igual que para el suero, solamente que hay que agregar an-

tes de todo de 8 a 9 ml de agua destilada a 60°C, agitar fuertemente y dejar enfriar; despues, proseguir agregando el amoniaco.

Segunda extracción. - Se agregan 5 ml de etanol al 95 %, agitar - 20 segundos, despues 15 ml de eter etílico, agitar durante 20 segundos - y finalmente agregar 15 ml de eter de petróleo y agitar nuevamente 20 segundos. Seguir como el método de sueros. (37)

SUERO DE LECHE.

MATERIAS SOLIDAS.

Utilizar cápsulas de níquel de fondo plano, provistas de una tapa. Secar las cápsulas durante 10 minutos en un horno a 135°C, bajo presión reducida ó durante 1 hora en la estufa a 99°C. Enfriarlas tapadas durante 30 minutos en el desecador y pesarlas.

Pipetear en una cápsula secada y tarada 25 ml de suero de leche a 20°C, evaporar a sequedad sobre un baño maría hirviente y secar luego durante 7 horas en la estufa a 99°C. Enfriar las cápsulas tapadas durante 30 minutos en el desecador y pesarlas

Cálculos.

A = Peso de la cápsula vacía.

B = Peso de la cápsula + suero líquido, después del secado.

Cantidad en g de materia sólida en 100 ml = $(B-A) \times 4$.
(25)

CENIZAS.

Calentar al rojo una cápsula ó crisol de cuarzo; enfriarlo luego a la temperatura ambiente en desecador y pesarlo. (A).

Pipetear 50 ml de suero de leche a 20°C, verterlos en la cápsula tarada y colocarla sobre un baño maría hirviente hasta evaporación a sequedad.

Calcinar primero sobre una llama pequeña hasta que no se desprendan

da más humo. Terminar la incineración en una mufla a 550°C, hasta la obtención de cenizas tan claras como sea posible (blancas). Enfriar la cápsula a temperatura ambiente en un desecador y pesar. (B).

$$(25) \quad \text{Cantidad de cenizas en gramos/100 ml} = (B/A) \times 2.$$

NITROGENO TOTAL.

Pipetear 25 ml de suero de leche en un matraz kjeldahl de 300 ml añadir 20 ml de ácido sulfúrico y el catalizador (óxido de titanio y sulfato de potasio) y seguir el método (pag. No. 97).

Cálculos.

$$\frac{\text{ml de HCl } 0.1 \text{ N} \times \text{N} \times 0.014 \times 100}{50 \times 100}$$

DESNATURALIZACION DE LAS PROTEINAS SGUN ROWLAND.

NCN = Nitrógeno no caseínico.

Pipetear 10 ml de suero de leche en un matraz aforado de 100 ml; añadir 70 ml de agua destilada a 40°C y acidificar luego con 1 ml de solución de ácido acético al 10%. Agitar y dejar reposar durante 10 minutos antes de añadir 1 ml de una solución normal de acetato sódico. Enfriar y enrasar a 100 ml (20°C) con agua destilada. Agitar, filtrar sobre un filtro plegado de papel.

Pipetear 15 ml del filtrado en un matraz kjeldahl, añadir 5 ml de ácido sulfúrico, el indicador y determinar el nitrógeno total conforme al método habitual.

NPN = Nitrógeno no proteínico.

Pipetear 10 ml de suero de leche en un amatrax aforado de 50 ml. Enrasar con una solución al 15 % de ácido tricloroacético. Agitar y dejar reposar durante 10 minutos, antes de filtrar sobre un filtro plegado. Pipetear 15 ml del filtrado y determinar el nitrógeno como el método general.

Expresar todos los resultados en mg de nitrógeno por 10 ml de muestra (suero de leche).

Conociendo :

TN = nitrógeno total

NCN = nitrógeno no caseínico

NPN = nitrógeno no proteínico, :

se puede calcular :

SPN = nitrógeno en las proteínas del suero : $NCN - NPN$

CN = nitrógeno caseínico : $TN - NCN$

y por último : $(CN/CN + SPN) \times 100 = \%$ de proteínas desnaturalizadas, en relación a las proteínas totales.

NITROGENO AMONIACAL

(Control de la ausencia de sales amoniacales).

Seguir la técnica general de destilación, descrita anteriormente, pero con las siguientes modificaciones:

Pipetear 25 ml de suero de leche en el aparato de destilación, a

gregar 0.5 ml de hidróxido de sodio (al 33 %) y algunas gotas de alcohol octílico (antiespumante). Entre las adiciones, lavar con un poco de agua destilada y hervida.

Si se desprende amoníaco, esto se nota por el vire del indicador del vaso receptor, del rojo al amarillo (en este caso, agua con rojo de metilo).

Cálculos.

a = ml de ácido clorhídrico 0.1 N, utilizado.

b = ml de ácido clorhídrico 0.02 N, utilizado.

$$\begin{aligned} \text{gramos de Nitrógeno amoniacal/100 ml} &= a \times 0.0014 \times 4 \quad 6 \\ (25) &= b \times 0.00028 \times 4 \end{aligned}$$

COBRE.

Finalidad del análisis. - Determinar el contenido de cobre en — 100 ml de suero de leche.

Principio del método.

Evaporar a sequedad la muestra e incinerar después (100 ml). Disolver las cenizas en ácido clorhídrico diluido. Tratar esta solución con ácido tártrico (para acomplejar el hierro) e hidroxilamina (para reducir el cobre II a cobre I). Ajustar el pH entre 4 y 7, agitar luego energicamente con el reactivo 2, 2'-diquinolilo disuelto en alcohol amílico.

El cobre I, forma un complejo púrpura en la fase alcoholica.

Si la reacción coloreada es positiva, medir la extinción de la fase alcohólica en contraste con un blanco (reactivos solos) preparado de la misma manera. Leer la cantidad de cobre correspondiente, sobre la curva de calibrado trazada previamente.

Reactivos.

- Ácido clorhídrico, purísimo para análisis (37 %).
- Solución de ácido tártrico al 50 %, - Disolver 50 g de ácido tártrico en agua destilada y enrasar a 100 ml.
- Solución de hidroxilamina, pura en agua y llevar el volumen a 100 ml.
- Solución de hidróxido de sodio al 30 %.
- Solución de 2, 2'- diquinolilo 0,02 %, - Disolver 100 mg de 2, 2'-diquinolilo en alcohol isoamílico. Llevar el volumen de la solución a 500 ml con el mismo disolvente. Esta solución es estable por lo menos tre meses.

La edad del alcohol isoamílico y su pureza, desempeñan un papel en el desarrollo del color. Se recomienda que se destile el alcohol, antes de preparar la solución.

- Solución patrón de cobre (2 mcg de cobre por ml). - Pesar con exactitud, 1,5 g de cobre aproximadamente, de pureza garantizada y disolverlos en el mínimo de ácido nítrico (1:2) . Llevar a 1 litro con agua destilada. pipetear 25 ml de esta solución, introducirlos en un matraz aforado de 1 litro y enrasar con agua. Poner en un matraz aforado de 250 ml mediante una bureta graduada:

$$\frac{20}{\text{peso exacto de muestra inicial de Cu (g)}} \text{ ml}$$

de esta última solución y enrasar con agua. Esta solución contiene exactamente 2 mcg de cobre por ml.

Procedimiento.

Evaporar a sequedad 100 ml de suero de leche en una cápsula de cuarzo (no de platino), colocada sobre un baño maría hierviente. Calcinar el residuo sobre una llama pequeña y terminar la incineración en una mufla a 550°C, hasta que las cenizas sean lo más blancas posible. Enfriar la cápsula en un desecador. Humedecer las cenizas con unos 5 ml de agua y añadir luego 2 ml de ácido clorhídrico al 37%. Colocar la cápsula sobre un baño maría hierviente durante media hora para asegurar la disolución. Mantener el volumen del líquido en 10 ml aproximadamente añadiendo agua. Si queda poco carbón, no es necesario filtrar (quedará retenido en el sulfato de sodio utilizado para secar la fase alcohólica). Si queda mucho, lo mejor es filtrar la solución sobre un crisol, utilizando como medio filtrante, una placa de vidrio poroso G 3 y lavar con un poco de agua de modo que el volumen total no exceda de 20-25 ml.

Añadir directamente en la cápsula de cuarzo ó directamente en el pequeño erlenmeyer de filtrado: 2 ml de ácido tártrico, mezclar; 2 ml de hidroxilamina, mezclar; Llevar el pH a 4-7, mediante la adición de hidróxido de sodio al 30% y controlar con papel indicador universal.

Introducir el líquido en un embudo de separación, lavar con agua hasta el volumen de 50 ml y dejar reposar 10 minutos. Añadir 6 ml de la

solución de 2, 2'-diquinolilo, agitar energicamente durante 3 minutos y dejar reposar 10 mas.

Hacer un ensayo en blanco paralelo, de la misma manera.

Si el cobre está ausente en la determinación, si los reactivos y el material de vidrio no tienen cobre, la capa alcohólica que sobrenada es — incolora, tanto en la muestra como en el blanco.

Cuando la coloración de dicha capa en la muestra, es de un rosa — más ó menos acentuado, es preferible leer la extinción en el espectrofotómetro contrastado con el blanco.

Eliminar la capa acuosa, recoger la capa alcohólica en un tubo de ensaye y secarla agregando un poco de sulfato sódico anhidro. Introducir la fase alcohólica secada, en una caba semi-micro de 4 cm de longitud y medir la extinción en el espectrofotómetro a la longitud de onda de 546 — nm, contrastando con el blanco preparado de la misma manera. Leer so bre la curva de calibrado la cantidad de cobre que corresponda a la extinción obtenida.

Curva de calibrado.

Dejar caer de una bureta en una serie de embudos de separación las cantidades siguientes de la solución patrón de cobre que contenga 2 — mcg de Cu/ml:

0 1 2 3 4 5 ml

lo que corresponde a :

0 2 4 6 8 10 mcg de Cu

Completar el volúmen con agua a 10 ml. Añadir 2 ml de ácido tártrico, —

mezclar; luego 2 ml de hidroxilamina, mezclar; ajustar el pH entre 4 y 7 con hidróxido de sodio al 30 % (verificar con papel indicador universal). - Completar el volúmen a 50 ml con agua. Dejar reposar durante 10 minutos. Añadir 6 ml, medidos con exactitud, de solución de 2, 2'-diquinolilo y agitar enseguida fuertemente durante 3 minutos. Decantar, secar la capa alcohólica con un poco de sulfato sódico anhidro y medir la extinción con el espectrofotómetro como se dijo antes, para la determinación.

La coloración es estable durante 72 horas por lo menos, en recipiente tapado.

Observaciones importantes.

El agua utilizada en esta determinación para las soluciones, para el análisis y para el lavado final del material de vidrio, ha de ser agua bi destilada.

Todo el material de vidrio y las cpsulas que se utilizan en esta determinación, deben haber sido lavadas previamente con ácido nítrico, enjuagadas despues abundantemente, con agua bidestilada y secadas en la es tufa al abrigo de toda contaminación de cobre. (31)

PIERRO.

Finalidad del análisis.

Determinar el contenido en fierro en 100 ml de suero de leche.

Principio del método.

Evaporar a sequedad e incinerar despues, 100 ml de suero. Disol-

ver las cenizas en ácido clorhídrico diluido. Reducir el hierro III a hierro II, mediante ácido ascórbico. Ajustar el pH, entre 2.5 y 3 con amoníaco. Añadir la ort-fenantrolina, agitar y dejar que se forme el complejo coloreado durante 1 hora. Medir la extinción, mediante un espectrofotómetro a la longitud de onda de 508 nm en una cuba de 4 cm. Leer la cantidad de hierro que correspondía a la extinción, sobre una curva de calibrado, previamente trazada.

Reactivos.

- Ácido clorhídrico al 37 % puro.
- Ácido l-ascórbico para análisis.
- Amoníaco, - 1 volumen de densidad de 0.910 + 1 volumen de agua (bidestilada).
- Solución al 1.2 % de clorhidrato de orto-fenantrolina en agua bidestilada.

Procedimiento.

Evaporar a sequedad 100 ml del suero en una cápsula de cuarzo, colocada sobre un baño maría hirviente. Calcinar los residuos sobre una llama pequeña y terminar la incineración en una mufla a 550°C hasta que las cenizas sean lo más claras posible. A continuación enfriar la cápsula en un desecador. Humedecer las cenizas con poca agua, añadir 2 ml de ácido clorhídrico concentrado (1) y luego unos 20 ml de agua. Colocar la cápsula sobre un baño maría hirviente durante media hora para asegurar la disolución completa. Mantener el volumen alrededor de 10-20 ml con adiciones de agua destilada. Filtrar la solución sobre un crisol, utilizando co-

mo medio filtrante una placa de vidrio poroso G 3, a fin de eliminar el carbono. Lavar cuidadosamente, hasta que el volumen del filtrado sea de 50 ml aproximadamente.

Añadir directamente en el relenmeyer pequeño de filtración, una punta de espátula de ácido ascórbico, para reducir el fierro III a fierro II. Llevar el pH entre 2.5 y 3, mediante la adición de amoníaco diluido (1:1), controlando el pH con papel indicador (2). Añadir 1 ml de la solución de orto-fenantrolina, transvasar cuidadosamente y enjuagar, pasando a un matraz aforado de 100 ml. Agitar el matraz, y dejarlo reposar durante 1 hora para permitir el máximo desarrollo de color y enrasar.

Preparar un ensayo en blanco en un matraz aforado de 100 ml.

Si los reactivos están en orden, el blanco es prácticamente incoloro.

Sirviéndose de un espectrofotómetro, regulado a la longitud de onda de 508 nm, y utilizando cubas de 4 cm, medir la extinción de la solución que se determina, contrastando con el blanco.

Curva de calibrado.

Reactivos.

-Sal de Mohr. - $(\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2 + 6\text{H}_2\text{O})$ Merck.

-Acido sulfúrico al 10 %.

Disolver en un matraz aforado de 1 litro, 0,7022 g de sulfato ferroso amónico (sal de Mohr P.M., 392.16) en agua a la que se le adiciona 50 ml de ácido sulfúrico al 10%. Enrasar a 20°C con agua. Pipetear 10 ml de esta solución y diluir a exactamente a 200 ml. Esta segunda dilución contiene exactamente 5 mcg de fierro por ml.

| | | | | | | | | |
|------------------------|---|---|----|----|----|----|-----|------------------|
| Pipetear : | 0 | 1 | 3 | 5 | 10 | 15 | 20 | ml de la 2a dil. |
| lo que corresponde a : | 0 | 5 | 15 | 25 | 50 | 75 | 100 | mcg de fierro. |

Diluir cada toma con agua a un volumen de unos 50 ml. Reducir el fierro, mediante ácido ascórbico, ajustar el pH, desarrollar las coloraciones y medir las extinciones, exactamente como se hizo antes para la determinación.

Trazar la curva de calibrado, poniendo en las abscisas los microgramos de fierro y en las ordenadas, los valores de las extinciones.

Observaciones importantes.

El agua utilizada en esta determinación, para las soluciones, el análisis y el lavado final del material de vidrio, es agua bidestilada. Está enteramente proscrita el agua desionizada por cambiadores de iones.

Todo el material utilizado en esta determinación, debe haber sido previamente lavado con ácido nítrico, enjuagado con agua bidestilada y secada en la estufa al abrigo de toda contaminación de fierro.

Nota 1. - En el caso del suero, es mejor que se emplee ácido clorhídrico

que ácido sulfúrico, para la disolución de las cenizas, debido a la poca solubilidad del sulfato cálcico.

Nota 2. - En lugar de controlar el ajuste del pH con un papel indicador, se puede emplear también un electrodo combinado de vidrio, lavado previamente con ácido nítrico 1:1 y con agua bidestilada. (27) (28) (29)

GRASA.

En este método, la determinación del % de grasa existente, se realiza por extracción, por medio de solventes adecuados y por secado de la misma a la temperatura especificada en cápsulas a peso constante.

Procedimiento.

1. - Pesar alrededor de 10 g de la muestra, exactamente pesados y pasarlos a la ampolleta de extracción.
2. - Agregar 1.5 ml de amoníaco al 25 % y agitar fuertemente varias veces.
3. - Adicionar 10 ml de etanol al 95 % y agitar suavemente durante 30 segundos.
4. - Posteriormente, agregar 25 ml de éter etílico y agitar suavemente por el tiempo de 20 segundos. (Agregar 1 ó 2 gotas de solución de rojo congo al 0,2 %).
5. - Agregar 25 ml de éter de petróleo y agitar suavemente durante 20 segundos.
6. - Después, centrifugar la ampolleta de extracción a 1500 rpm y decanar.

tar en una cápsula de níquel, la cual ha sido secada y puesta a peso constante en un horno a presión reducida y evaporar a sequedad.

Segunda extracción.

- 1.- Agregar a lo que queda en la ampollita de extracción, 5 ml de etanol al 95 % y agitar por 20 minutos.
- 2.- Adicionar posteriormente 25 ml de eter etílico y agitar suavemente - 20 segundos.
- 3.- Agregar 25 ml de eter de petróleo y agitar también suavemente.
- 4.- Después de lo anterior, centrifugar nuevamente, durante 1 minuto.
- 5.- Agregar agua hasta la parte superior del cuello inferior de la ampollita.
- 6.- Centrifugar otra vez por 1 minuto.
- 7.- Decantar el sobrenadante sobre el residuo anterior de la cápsula de níquel.
- 8.- Evaporar a sequedad.
- 9.- Meter las cápsulas en el horno a 135°C por 5 minutos (a presión reducida).
- 10.- Poner las cápsulas en el compartimiento frío del aparato por el espacio de 7 minutos (también a presión reducida).
- 11.- Pesar las cápsulas.

Cálculos.

El peso del residuo por 100, entre el peso de la muestra, nos da, el % de grasa.

pH.

Llevar la temperatura de la muestra de suero líquido, a 20°C y medir el pH, mediante un potenciómetro y un electrodo de vidrio combinado. El potenciómetro es checado previamente con una solución de pH conocido, cercano al pH del lactosuero. (solución amortiguadora). (37)

SUERO EN POLVO, ENTERO Y PARCIALMENTE DESMINERALIZADO.

DETERMINACION DE LA HUMEDAD.

Se sigue el procedimiento general (pag. No.90), pero a 99°C durante 7 horas.

CENZAS.

Se sigue el procedimiento general (pag. No.93).

DESATURALIZACION DE PROTEINAS (Según Rowland).

Principio.

Precipitación de la caseína con ácido acético y acetato de sodio y determinación del nitrógeno no caseínico en el filtrado.

Precipitación de todas las proteínas (caseína, globulina, lactoalbúmina), con ácido tricloroacético y determinación del nitrógeno no proteínico, en el filtrado.

Conociendo el nitrógeno total, se calculan las diferentes fracciones nitrogenadas y el porcentaje de proteínas desnaturalizadas.

Reactivos.

Son iguales a los de la determinación anterior de desnaturalización de proteínas en el suero líquido.

Procedimiento.

Nitrógeno no caseínico. (Productos en polvo).

En un matraz aforado de 100 ml, pésense aproximadamente 1 g de producto. Disuélvanse en 70 ml de agua destilada a 40°C y compruébese que la disolución sea completa.

Productos líquidos.

En un matraz aforado de 100 ml, viértase con la pipeta, 10 ml del producto. Añádanse aproximadamente 60 ml de agua destilada a 40°C

Acidifíquese con 1 ml de ácido al 10 %. Agítese y dejese reposar durante 10 minutos en un baño maría a 40°C, luego, añádase 1 ml de solución de acetato de sodio 1 N. Enfrésese y enrásese con agua destilada. Agítese y fíltrese sobre un filtro plisado seco. El filtrado debe estar absolutamente claro, si no fíltrese de nuevo sobre el mismo filtro ó incluso sobre dos filtros secos superpuestos.

Determinése el nitrógeno según el método general en 25 ml de filtrado. Expresese el resultado en mg de NCN/g (6 ml de producto).

Nitrógeno no proteínico.

Productos en polvo.

En un matraz aforado de 50 ml, pésense aproximadamente 1 g de producto. Disuélvanse cuidadosamente en 9 ml de agua destilada a 40°C. Enfrésese a 20°C.

Productos líquidos.

En un matraz aforado de 50 ml, viértanse con la pipeta 10 ml del producto. Enrásese con ácido tricloroacético al 15 %, agítese, déjese re

posar durante 10 minutos a 20°C, luego, filtrese sobre un filtro plegado seco.

Determinese el nitrógeno, según el método general en 25 ml de filtrado. Exprésense los resultados en mg de NPN/g (6 ml) de producto.

Cálculos.

TN = Nitrógeno total.

NCN = Nitrógeno no caseínico.

NPN = Nitrógeno no proteínico.

SPN = Nitrógeno de las proteínas del suero = NCN - NPN.

CN = Nitrógeno caseínico = TN - NCN.

T = Porcentaje de desnaturalización = $(CN/CN + SPN) \times 100$
(24)

GRASA.

El procedimiento es el mismo que para el suero líquido (pag. No.119) solo que se pesa el equivalente a 10 g de suero líquido.

CLORUROS.

Principio. - Valoración potenciométrica directa de la solución acidificada del producto, con una solución valorada de nitrato de plata, que precipita los halogenuros, hasta un potencial final preestablecido. La diferencia de potencial entre los dos electrodos sumergidos en la solución a valorar, cambia claramente cerca del punto de equivalencia.

Reactivos.

-Nitrato de plata 0,1 N.

-Solución de cloruro de sodio 0.1 N.

-Solución de sulfato de potasio (10 g/100 ml).

Procedimiento,

Toma de ensayo y disolución, -

Productos líquidos: Viértanse con la pipeta 50 ml de la muestra, en un vaso de precipitados de 150 ml (si fuera necesario, pésense al 0.01 g más próximo),

Suero entero en polvo: En un vaso de de 150 ml pésense, aproximadamente 2 g de producto,

Suero en polvo parcialmente desmineralizado: En un vaso de 150 ml, pésense 5 g de producto. Disuélvase en agua destilada sobre un agitador magnético y diluyanse a 50 ml.

Mediante una pipeta automática, introduzcase 1 ml de ácido nítrico concentrado en la solución de suero y mézclase.

Preparación del aparato, - Enciéndase el potenciómetro y déjelo estabilizar según las instrucciones del fabricante. Conecte los electrodos y suméjense en un vaso de 150 ml que contenga 50 ml de agua destilada y 1 ml de ácido nítrico concentrado , colocado sobre un agitador magnético. Asegúrese una agitación suficiente para una buena mezcla, sin riesgo de salpicaduras durante las valoraciones. Ajustese la escala de los milivoltios mediante una contratensión, hasta colocar la aguja en medio de la escala. Esta posición corresponde al potencial de fin de la valoración.

Valoración.

Sumérjense los electrodos en el vaso que contiene la solución acídíficada de la toma de ensayo. Agítese a la misma velocidad que la anterior. Introduzcase la extremidad de la bureta (capilar de teflón) a la altura de la punta del electrodo de plata, a aproximadamente 1 cm delante de este, en el sentido de la rotación del mismo. Agitando y sin tocar los electrodos, - valórese con la solución de nitrato de plata 0.1 N, primero rápidamente - hasta aproximadamente 100 mv antes del potencial final, luego lentamente con porciones más pequeñas hasta llegar al potencial final, que debe permanecer estable por lo menos durante 10 segundos. Enjuague los electrodos.

Después de cada valoración, enjuágense los electrodos con agua - destilada. Si es necesario, elimínese la materia grasa sumergiendola rápidamente en acetona.

Verificación del potencial de fin de reacción. - Después de cada determinación, sumérjense los electrodos en el vaso que contiene 50 ml de agua destilada y 1 ml de ácido nítrico concentrado, agítese si es necesario y corrijáse el potencial. Una diferencia notable (más de 10 mv), significa que los electrodos están sucios.

Verificación del método. - De vez en cuando, la solución de cloruro de sodio 0.1 N ó diluciones de toma de ensayo, pesados al 0.1 g más próximo de 100 mg de cloruro de sodio previamente secado durante 2 horas.

Calculos y expresión de los resultados.

$$\frac{V \times f \times 0,3545}{m} = \text{g de cloruro/100 g ó ml de producto}$$

V = volúmen de la solución de nitrato de plata 0,1 N utilizado, en ml.

f = posible factor de corrección de la solución de nitrato de plata 0,1 N.

m = toma de ensayo en gramos (ó ml).

Exprésense los resultados en gramos de cloruro (Cl^-) por 100 g de producto ó para los productos líquidos, en gramos por 100 ml.

Reproducibilidad.- La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas por el mismo analista, sobre la muestra para ensayo, inmediatamente una tras otra, utilizando el mismo material, no debe exceder de 0,005 g de cloruro (Cl^-) por 100 g de muestra. (25) (26)

NITRITOS Y NITRATOS.

Principio.

Eliminación de las materias grasas y proteicas por defecación de la solución del producto.

En una primera porción del producto ya defecado, formación de un colorante azoico rojo, por diazotación de los nitritos con sulfanilamida y copulación con dicloruro de N-(1-naftil) etilendiamonio en medio de ácido fosfórico. Medida espectrofotométricamente, la intensidad de la coloración y cálculo de los nitritos.

En una segunda porción de la solución defecada, reducción de los

nitratos a nitritos, pasándolos sobre espuma de cadmio. Determinación de los nitritos totales como la anterior.

Cálculos de los nitratos por diferencia entre los dos contenidos en nitritos obtenidos.

Reactivos.

-Hidróxido de sodio 2 N.

-Sulfato de aluminio en solución.- Disuélvase 33 g de sulfato de aluminio en 167 ml de agua destilada y fíltrese. Por valoración previa con rojo de metilo como indicador, determínese que cantidad de esta solución de sulfato de aluminio neutraliza exactamente 3.5 ml de hidróxido de sodio 2 N. A base de esta valoración, ajústese la solución de sulfato de aluminio, de manera que 5 ml neutralicen exactamente 3.5 ml de hidróxido de sodio 2 N. Compruébese con otra valoración la exactitud de la correspondiente.

-Solución de rojo de metilo.- Disuélvase 50 mg de rojo de metilo en — 1.9 ml de hidróxido de sodio 0.1 N y 50 ml de alcohol. Complétese a 100 ml con agua destilada.

-Solución patrón concentrada de nitrito.- En un desecador provisto de — gel de sílice seco, bajo presión reducida durante 4 horas, séquese el nitrito de sodio.

Pésense exactamente 0.150 g de nitrito de sodio seco, , disuélvase en agua destilada y dilóyase a 1000 ml a 20°C en un matraz aforado. Transvásese inmediatamente a un frasco de vidrio ambar. 1 ml —

contiene 100 mcg de NO_2^- . (La solución es estable dos días al abrigo de la luz.

-Solución diluida de nitrito. - Viértase con la pipeta 10 ml de la solución patrón concentrada en un matraz aforado de 100 ml. Enrásese a 20°C - con agua destilada, 1 ml contiene 10 mcg de NO_2^- . Debe prepararse antes de usarla.

-Solución amortiguadora concentrada, pH entre 9.6 y 9.7. - Mézclense 500 ml de agua destilada, 22 ml de ácido clorhídrico concentrado y 48 ml de amoníaco al 25 %. Mézclase el pH con un medidor apropiado y si — es necesario, ajústese con ácido clorhídrico ó amoníaco.

-Solución amortiguadora diluida. - Mézclase un volúmen de la solución amortiguadora concentrada con 9 volúmenes de agua destilada.

-Reactivo de diazotación. - En un matraz aforado de 500 ml, disuélvase 20 g de sulfanilamida y 1 g de dicloruro de N-(1-naftil)-etilendiamonio en 50 ml de ácido orto-fosfórico al 85 %. Enrásese con agua destilada.

-Ácido clorhídrico 1 N. - En un matraz aforado de 1000 ml, dilóyase, — el contenido equivalente de ácido clorhídrico.

-Reductor de espuma de cadmio. - (Para una columna). Disuélvase 30 g de sulfato de cadmio en agua destilada y dilóyase a 150 ml en un vaso de 250 ml, forma baja. Introduzcanse 3 barritas de zinc. De vez en cuando, ráspense con cuidado la espuma de cadmio que se forma con una varilla de vidrio. Continúese, hasta que casi todo el cadmio esté precipitado. — La espuma de cadmio debe permanecer siempre bajo el agua; un contacto con el aire, la harfa inactiva.

Retfrense las barritas de zinc, decántese la solución agotada, sin descubrir la espuma, añádanse 100 ml de ácido clorhídrico 1 N y mézclase. Redúzcanse las partículas de cadmio a 0.5-1 mm, agitando (máx. 1-2 segundos) con una batidora de cuchillas. Decántese. Lávese con agua destilada y decántese hasta que el agua decantada ya no de reacción ácida. Colóquese una capa de lana de vidrio en el fondo de la columna. Transvásese la espuma con agua y cúbrase con un tapón de lana de vidrio también no comprimido. El agua debe cubrir el tapón superior (véase el croquis). Verifíquese periódicamente, la fuerza reductora de la columna de cadmio haciendo pasar una cantidad conocida de nitrato de sodio a través de dicha columna. La reducción debe ser prácticamente de 100 %.

-Solución patrón concentrada de nitrato de sodio. - Pésense exactamente 1.847 g de nitrato de sodio, previamente secado durante 4 horas. Disuélvase en agua destilada y enrásese en un matraz aforado de 1000 ml. 1 ml de esta solución contiene 1348 mcg de nitrato (NO_3^-), correspondiente a 1000 mcg de nitrito (NO_2^-). Esta solución es estable aproximadamente 2 meses, al abrigo de la luz.

-Solución patrón diluida de nitrato de sodio. - En un matraz aforado de 100 ml, dilóyanse 10 ml de la solución concentrada. Esta solución, contiene 13.48 mcg de nitrato, correspondiente a 10 mcg de nitrito. Debe prepararse antes de usarse.

Procedimiento.

Pésense con exactitud aproximadamente 1 g de muestra en un ma-

traz aforado de 50 ml. Añádanse 10 ml de agua destilada y agítese suavemente para disolver, sin formar espuma. Si es necesario, sumérjase el matraz en un baño maría a 40-45°C para facilitar la disolución. Enfréese a 20°C antes de defecar.

Defecación.

Mediante una bureta, introduzcase 3.5 ml de solución de hidróxido de sodio 2 N y mézclase bien. Déjese reposar a temperatura ambiente durante 2 - 3 minutos. Añádanse 20 ml de agua destilada. Mediante una bureta, agréguese gota a gota y removiendo sin cesar, 5 ml de solución de sulfato de aluminio (ó la cantidad que corresponda exactamente a 3.5 ml de hidróxido de sodio 2 N, si no se ha ajustado la solución). Enfréese con agua destilada. Filtrese sobre un filtro plisado seco y recójase el filtrado en un matraz erlenmeyer de 100 ml. Si el filtrado no está claro, hágalo pasar varias veces sobre el mismo filtro ó acaso sobre dos filtros superpuestos. Si sigue turbio, hay que clarificarlos haciéndolos pasar sobre celita.

Filtración sobre celita.

Aplástese un tapón de algodón hidrófilo, en el fondo de un tubo de vidrio de 17 mm de diámetro interior y de aproximadamente 120 mm de largo, provisto en su base de un grifo y viértase cuidadosamente el filtrado turbio en la columna. Recojase el filtrado limpio en un matraz erlenmeyer de 50 ml. Si al principio de la filtración, el filtrado arrastra un poco de celita y no está claro, hágalo pasar de nuevo sobre la colum-

Curva de calibración.

Mediante una bureta, introduzcanse en 5 matraces aforados de - 100 ml: 1, 2, 3, 4, 5 ml de solución patrón diluida de nitrito. Añádanse a cada matraz 5 ml de solución concentrada y enrásese con agua destilada.

Mediante una pipeta, introdúzcanse 10 ml de la solución de cada matraz a un tubo de ensayo, para obtener 5 tubos con 1, 2, 3, 4 y 5 mcg de nitrito (NO_2^-).

Con una pipeta agréguese a cada tubo 10 ml del reactivo de diazotación. mézclase bién mediante un agitador para tubos de ensayo. Déjese reposar 15 minutos a temperatura ambiente.

Ensayo en blanco,

Procédase de la misma manera, pero reemplácese la solución de nitrito por una mezcla de 0,5 ml de solución amortiguadora concentrada y 9,5 ml de agua destilada.

Medida espectrofotométrica.

Mídanse las absorvancias en una celda de vidrio de 1 cm, a 583 - nm de longitud de onda contra el blanco.

Trácese la curva de calibración (recta que pase por el origen), - llevando en la abscisa los mcg de nitrito (NO_2^-) y en la ordenada los valores de las absorvancias a 538 nm.

Determinación de los nitritos.

Introduzcanse en un tubo de ensayo una parte alcuota del filtrado

claro, obtenido bajo la defecación ó filtración con celite que contenga de 1 a 5 mcg de NO_2^- y de un volúmen no superior a 9.5 ml. Agréguese — 0,5 ml de solución amortiguadora concentrada y complétese exactamente a 10 ml con agua destilada. Con una pipeta, agréguese 10 ml de reactivo de diazotación, mézclase bien sobre el agitador para tubos de ensayo. Déjese reposar 15 minutos a temperatura ambiente.

Ensayo en blanco: como el anterior.

Lectura en el espectrofotómetro: se realiza como el caso anterior.

Determinación de nitratos + nitritos.

Reducción.

Con una pipeta, viértase una parte alcuota de la solución clara, obtenida de la defecación ó filtrado con celite en un vaso de 100 ml. Esta parte alcuota, debe contener de 10 a 15 mcg de nitrito despues de la reducción y su volúmen no debe excoder de 20 ml. Complétese a 20 con agua destilada y agréguese 5 ml de solución amortiguadora concentrada.

Acondíonese la columna de cadmio inmediatamente antes de la reducción, enjuagándola con 25 ml de solución amortiguadora diluida.

Viértase la solución con el amortiguador de nitratos y nitritos en la columna de cadmio y recójala en el mismo vaso. Repítase 4 veces la operación de paso a través de la columna y la quinta vez, recójase el líquido en un matraz aforado de 100 ml. Enjuáguese el vaso 3 veces con 20 ml de agua destilada cada vez y viértanse las aguas de lavado en la

columna. Espérese cada vez a que los 20 ml hayan atravesado la columna, antes de añadir los otros 20 ml. Enrásese con agua destilada y mézclese.

Regeneración de la columna de cadmio.

Después de cada reducción, regenérse la columna de cadmio con 25 ml de ácido clorhídrico 1 N y enjuáguese con 50 ml de agua destilada. Se realiza la determinación de los nitritos sobre 10 ml de la solución, — después de la reducción.

Cálculos y expresiones de los resultados.

Conviértanse los valores de absorvancia obtenidos antes y después de la reducción, en mcg de nitrato (NO_2^-) mediante la curva de calibración.

Exprésense los resultados en mcg de nitrato y de nitrato, con respecto a 1 g de muestra (ppm).

$$\text{Contenido en Nitrato, } (\text{NO}_2^-) \text{ en ppm. } \frac{A \times 50}{m \times a} = X$$

A = Cantidad de nitrato, obtenida antes de la reducción, en mcg.

a = Parte alícuota del filtrado, en ml, tomada para la determinación de los nitritos.

m = Toma de muestra en gramos.

$$\text{Contenido en Nitrato, } (\text{NO}_3^-) \text{ + Nitritos, } (\text{NO}_2^-), \text{ como nitrato. } \frac{B \times 50 \times 100}{m \times b \times 10} = Y$$

B = Cantidad de nitrito, obtenida despues de la reducción, en mcg.

b = Patre alcuota del filtrado, en ml, tomada para la determinación de la suma nitrato + nitrito.

m = Muestra.

Contenido en Nitrato, (NO_3^-) en ppm. $(Y - X) \times 1.348$

Si durante el análisis, se han hecho otras dilusiones, no se olvide de tenerlas en cuenta para el cálculo.

Notas: En un matraz aforado de 100 ml, pésense 10 ml del suero líquido. Agréguese 7 ml de hidróxido de sodio 2 N, 20 ml de agua destilada y precipítese con 10 ml de solución de sulfato de aluminio, como anteriormente se mencionó. (22) (23)

DETERMINACION DEL POTASIO Y DEL SODIO CON EL FOTOMETRO DE FLAMA.

Principio del método.

Pulverización de una solución del producto a examinar en la zona no luminosa de una llama. En estas condiciones, el sodio y el potasio, emiten espectros característicos cuya intensidad es en un campo determinado, proporcional a la concentración.

Reactivos.

-Solución de cloruro de potasio, que contenga 10 mg de potasio por litro. Disolver en agua destilada 0,3814 g de cloruro de potasio. Transvasar-

lo a un matraz de un litro y enrasar a 20°C. Diluir 50 ml de esta solución a 1 lt y agitar.

-Solución de cloruro de sodio, que contenga 5 mg de sodio por litro. - Disolver en agua destilada 0,2542 g de cloruro de sodio. Transvasarlo a un matraz de un litro y enrasar a 20°C. Diluir 50 ml de esta solución a un litro y agitar.

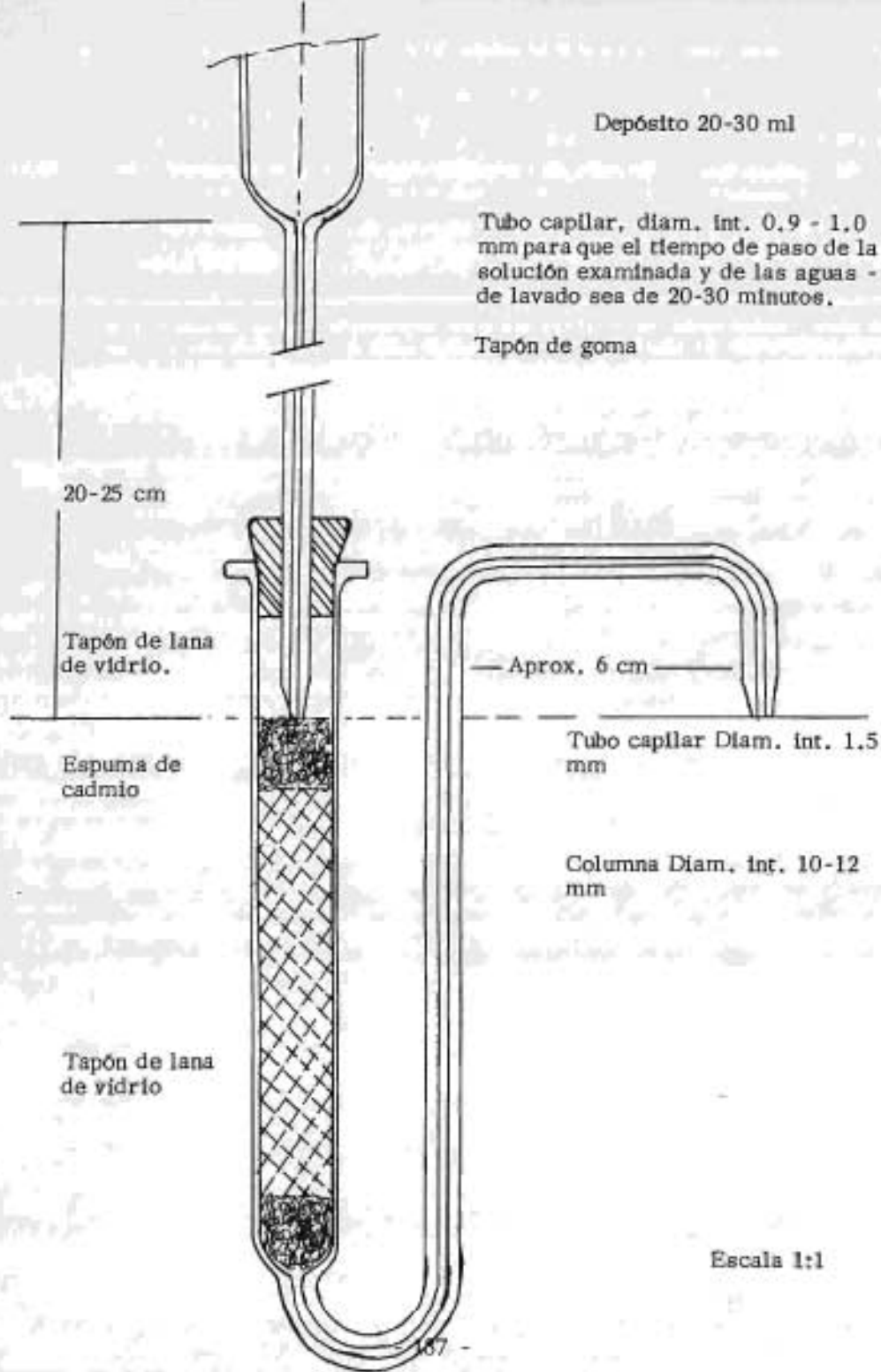
Antes de preparar las soluciones estándares, se recomienda secar las sales durante 30 minutos a 125°C, dejándolas enfriar en un desecador.

Procedimiento.

(La descripción dada a continuación, concierne al aparato EEL y las cifras entre parentesis, se refieren a la fotografía).

Colocar el instrumento sobre una mesa horizontal y estable, al abrigo de todo polvo y en un local en donde la luminosidad sea lo menos variable posible.

Enchufar el fotómetro y el compresor a la red eléctrica (1), conectar el gas (2) y el aire comprimido (3). Fijar un tubo de goma al tubo de goma al tubo de evacuación (4). La extremidad del tubo debe introducirse en el agua para evitar emanaciones de gas. (Columna de agua aproximadamente 8 cm). El nivel del líquido debe encontrarse por debajo del nivel del tubo de evacuación. Aflojar el tornillo de inmovilización del galvanómetro (5) hacia adelante (FREE).



Conectar el conmutador (6). Manipular el botón (7) para asegurarse que la mancha luminosa esté bien a punto sobre la escala del galvanómetro (8). Colocar el filtro apropiado (9), de sodio ó potasio. Conectar el compresor (10). Abrir un poco la válvula de aire comprimido (11), (la presión indicada por el manómetro (12), debe ser apenas visible). Abrir completamente la válvula del gas (13) y encender enseguida (14). Regular la presión de aire a 10 Lb/Sq in (10 libras por pulgada cuadrada) ó a 0.7 atm (12) con la válvula (11).

Llenar un pequeño recipiente de vidrio con agua destilada (15). Luego, colocar el recipiente de vidrio con agua destilada, de manera que el tubo capilar de paladio (16), esté sumergido completamente en el agua. Cerrar la válvula de gas (13) hasta que el cono central azul de llama, se fragmente en 10 pequeños conos separados (altura aproximadamente de cada cono : 5 a 6 cm).

Llenar un segundo recipiente pequeño de vidrio con la solución estándar (sodio ó potasio). Atomizar la solución y ajustar al mismo tiempo la mancha del galvanómetro, aproximadamente al máximo de la escala (100) con el botón (6). Retirar el pequeño recipiente de vidrio que contiene la solución estándar y poner de nuevo el que contiene el agua destilada. Poner a cero la mancha del galvanómetro (8) mediante el botón (7). Repetir estas dos últimas operaciones, hasta que el cero y el 100 permanezcan estables.

Atomizar la solución de concentración desconocida y hacer las lecturas sobre la escala del galvanómetro (8). Enjuagar inmediatamente con agua destilada el tubo de paladio.

Una vez terminado el análisis, cerrar la entrada de gas y parar el compresor (10). Seguidamente cerrar las válvulas (11 y 13). Desenchufar las tomas de corriente de la red eléctrica (1). Bloquear el galvanómetro mediante el botón (5). Posición Clamp. Girar el botón (7) sobre el botón (6) en Off. Sacar el filtro (9). Dejar enfriar el aparato, cubriéndolo seguidamente con una funda.

Calculos.

$$\text{SODIO, Fórmula} \quad \% \text{ Na} = \frac{5}{1000} \times \frac{a \times t}{p}$$

a = Lectura efectuada sobre el aparato.

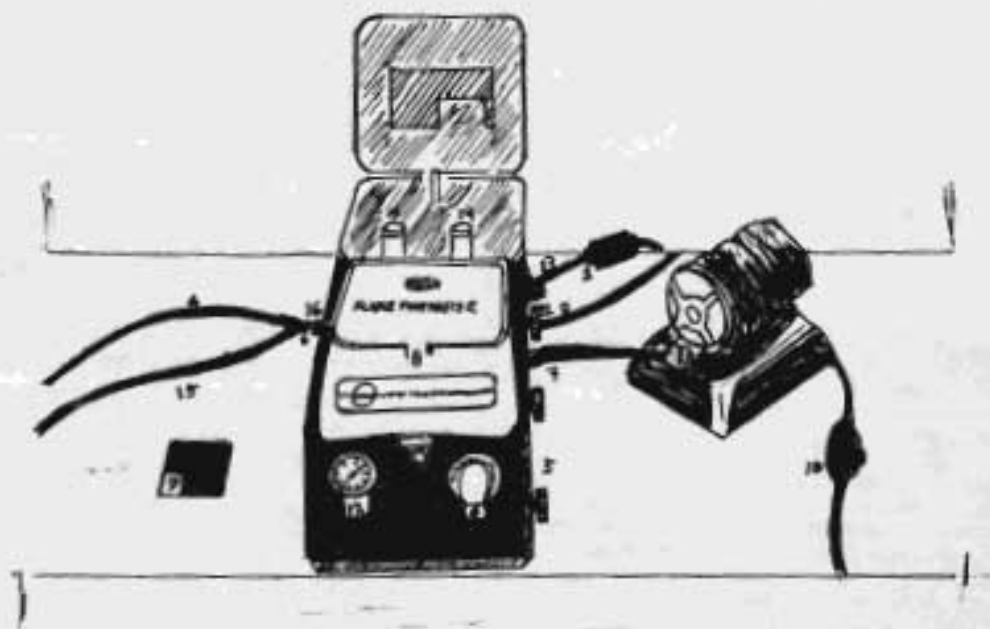
t = Proporción de dilución (relación entre la dilución final y la toma de la solución de base para esta dilución).

p = Pesada del producto examinado.

Ejemplo: 5 g de producto se diluyen con agua destilada en un matraz de 1 litro (solución base). 50 ml de esta solución, se diluyen a su vez a 250 ml (solución atomizada).

$$t = \frac{250}{50} = 5 \quad p = 5 \quad a = 36.0$$

$$\% \text{ Na} = \frac{5 \times 36 \times 5}{1000 \times 5} = 0.18$$



POTASIO, Fórmula:
$$\% K = \frac{10}{1000} \times \frac{b \times t}{p}$$

b = Lectura efectuada sobre el aparato.

t = Proporción de dilusión.

p = Pecada del producto examinado.

Ejemplo: 5 g de producto se diluyen con agua destilada en un matraz de 1 litro. 50 ml de esta solución, se diluyen a su vez a 200 ml (solución atomizada).

$$t = \frac{200}{50} = 4$$

$$p = 5$$

$$b = 70$$

$$\% K = \frac{10 \times 70 \times 4}{1000 \times 5} = 0,56$$

Nota: El máximo de sensibilidad, se obtiene en las concentraciones siguientes:

SODIO 0 a 5 ppm

POTASIO 0 a 10 ppm

CALCIO Y MAGNESIO.

Principio.

Determinación del calcio y del magnesio por complejometría. — Las materias grasas, las proteínas y el ión fosfato interfieren y deben ser eliminados. Existen dos métodos.

1. - Método de incineración, que se aplica a la mayoría de los productos

alimenticios.

2. - Método rápido, que se aplica al suero y a ciertas clases de leches en polvo, donde se pueden eliminar todas las sustancias que interfieren, - por simple defecación.

Principio.

Determinación selectiva del calcio en su primera toma de muestra; luego del calcio y del magnesio en una segunda toma de muestra. - Cálculo del magnesio por diferencia.

Reactivos.

-Solución de hidróxido de sodio 2 N.

-Solución de sulfato de aluminio. - (Recristalización del sulfato de aluminio). Disuélvase 1 Kg de sulfato de aluminio en la menor cantidad de agua destilada hirviente, fíltrese inmediatamente a través de un filtro - plisado. Agréguese a la solución suficiente etanol, para asegurar una buena cristalización del sulfato de aluminio. Fíltrese sobre un embudo Buchner provisto de un papel filtro, enjuáguese con alcohol y séquese - bien. Acábase de secar bajo presión reducida a una temperatura inferior de 50°C . Cuando el alcohol esté eliminado, póngase en unas cápsulas de porcelana y séquese a la estufa a una temperatura entre 80 y 150°C, enfriese y tritúrese hasta hacer un polvo. De esta manera el sulfato de aluminio ha perdido agua de cristalización.

Preparación de la solución. - Pesar 32 g de sulfato de aluminio, -

disolverlo en agua hervida y llevarlo a un volúmen de 200 ml. Por valoración preliminar con rojo de metilo, determinar que cantidad de esta solución neutraliza exactamente 3,5 ml de hidróxido de sodio 2 N. A base de esta valoración, ajústese la solución de sulfato de aluminio, de manera que 5 ml neutralicen exactamente 3,5 ml de hidróxido de sodio 2 N.

-Solución de hidróxido de sodio 0,25 N

-Rojo de metilo. - Disolver 50 mg de rojo de metilo en 0,8 ml de hidróxido de sodio 0,25 N y 50 ml de alcohol, llevarla a 100 ml con agua hervida y fría.

-Azul de hidroxinaftol. - Pesar 0,1 g de azul de hidroxinaftol y mezclarlo con 9,9 g de cloruro de sodio.

-Solución de EDTA 0,02 M. - Disolver 7,444 g de EDTA y llevarlo a 1000 ml con agua hervida.

-Ácido clorhídrico 1 N.

-Solución amortiguadora. - Pesar 2 g de EDTA (sal de magnesio), 54 g de cloruro de amonio, agregarle 350 ml de amoníaco al 25 % y llevarlo a 1000 ml con agua hervida.

-Indicador negro de ereocromo T. - Mezclar 0,1 g del indicador con 20 g de cloruro de sodio.

Procedimiento.

Toma de la muestra. - Para suero líquido, en un vaso de 50 ml, pésese la cantidad correspondiente a 1 g de materia seca e introduzcalo con agua destilada a un matraz aforado de 500 ml y llevar el volúmen a

100 ml aproximadamente.

Para el producto en polvo, pesar 1 g de muestra y transvasarlo a un matraz aforado de 500 ml.

Defecación.

Con una pipeta, agréguese exactamente 14 ml de hidróxido de sodio 2 N y mézclese, enfréese a 20°C y añádase gota a gota 20 ml de la solución de sulfato de aluminio con agitación. Enrásese al aforo con agua destilada. Filtrese en un matraz erlenmeyer de 750 ml, refase la filtración hasta perfecta nitidez.

Determinación del calcio.

Con una pipeta de 100 ml, tomarlos del filtrado y transvasarlos a un matraz erlenmeyer de 250 ml. Añádase solución de hidróxido de sodio 0,25 N hasta un pH de 12-12,5 (12 ml). Agréguese 0,2 g de indicador de azul de hidroxinaftol. Valórese con solución de EDTA 0,02 M, agitando hasta el primer viraje del rojo-violáceo al azul-celeste. Anótese la cantidad de ml (V).

Determinación del magnesio + calcio.

Tomar 100 ml del filtrado con una pipeta volumétrica y transvasarla a un matraz erlenmeyer de 250 ml + 5 ml de ácido clorhídrico 1 N + 25 ml de solución amortiguadora. Agregar una pizca de negro de erio cromo T, caliéntese la solución a 50°C y valórese con la solución de EDTA 0,02 M, hasta el primer viraje del rojo-violáceo al azul-celeste.

Anótese la cantidad de ml (V').

En los casos en que se trate de sueros parcial ó totalmente desmineralizados, varían las tomas de la muestra y la alícuota, de acuerdo a las cantidades existentes de calcio y magnesio.

Determinaciones en blanco. - V_0 y V_0' , en general son 0,15 ml.

Cálculos.

$$\% \text{ Calcio} = \frac{(V - V_0) \times K \times 0,8016}{m}$$

$$\% \text{ Magnesio} = \frac{((V' - V_0') - (V - V_0)) \times K \times 0,4864}{m}$$

$K = 0,4$ (cuando se trata de productos parcialmente desmineralizado)

$K = 0,5$ (cuando se trata de productos preconcentrados y totalmente desmineralizados).

0,8016 = mg de calcio correspondientes a 1 ml de EDTA 0,02 M.

0,4864 = mg de magnesio correspondientes a 1 ml de EDTA 0,02 M.

m = Muestra.

(37)

MALTO DEXTRINA

HUMEDAD.

Como el descrito anteriormente (pag. No.90), solo que es a una temperatura de 103°C por 4 horas.

PROTEINAS.

Se sigue el método general (pag. No.97) de la determinación de nitrógeno total.

$$\text{Cálculos: } \% \text{ Proteínas} = \frac{\text{ml de HCl} \times \text{N} \times 0,014 \times 6,38 \times 100}{m}$$

HIERRO Y COBRE.

Se sigue el método como en el suero de leche (pag. No.111 y 115)

CENIZAS.

La determinación es por el método general (pag. No. 93).

DETERMINACION DE AZUCARES REDUCTORES.

Reactivos.

- Solución de Fehling I. - 70 g de sulfato de cobre pentahidratado por litro.
- Solución de Fehling II. - 350 g de tartrato doble de sodio y potasio y 100 g de hidróxido de sodio por litro.

Las dos soluciones deben conservarse separadas y mezclarlas cuando lo indiquen.

- Hidróxido de sodio 0,25 N.
- Ácido nítrico 1:1.
- Urea cristalizada.

-Yoduro de potasio al 30 %.

-Tiosulfato de sodio N/14 aproximadamente.

-Solución de almidón. - Pesar 140 g de cloruro de sodio en 375 ml de agua disolverlos y agregar 5 g de almidón soluble en agua, calentar a ebullición durante 2 minutos, enfriar y filtrar.

Procedimiento.

Pesar 5 g de muestra en un vaso pequeño y transvasarla a un matraz de 250 ml, llevar a 200 ml con agua destilada. Si la solución es límpida, no es necesario precipitar y entonces, se lleva el matraz hasta 250 ml con agua destilada. Si es turbia, se trata con 10 ml de hidróxido de sodio 0,25 N. Agitar bien, enrasar a 20°C con agua destilada y filtrar.

En un vaso de precipitados de 600 ml cubierto con un vidrio de reloj, calentar a ebullición 25 ml de solución de Fehling I, 25 ml de solución de Fehling II y 50 ml de agua destilada.

Pipetear 25 ml de filtrado y verterlo en el agua hirviente. A partir de que la ebullición comienza de nuevo, contar 4 minutos, apartar el vaso y enfriar, enjugando el vidrio de reloj con agua destilada.

Filtrar el óxido cuproso que se ha formado, en un tubo de Allihn 15a G4 con un diámetro de 20 mm, conectado a una trompa de agua. Enjuagar varias veces con agua caliente el vaso que contiene los restos del precipitado y el filtro para eliminar toda traza de solución cúprica

y verter la mayor parte del precipitado sobre el filtro. Colocar el filtro de Allihn sobre un matraz erlenmeyer de 300 ml, tapado con un tapón de goma atravesado por dos orificios.

Calentar en un tubo de ensaye, 5 ml de ácido nítrico 1:1, verter con cuidado la mitad en el vaso para disolver totalmente el óxido cuproso y enjuagar varias veces con agua caliente para acabar de disolverlo.

Poner a calentar el matraz durante 10 minutos y al terminar el tiempo, agregar aproximadamente 1.5 g de urea cristalizada y enfriar la solución. (La urea sirve para destruir las trazas de ácido nítrico).

Posteriormente titular la solución, agregando primero, 10 ml de yoduro de potasio al 30 % el yodo liberado, con una solución de tiosulfato de sodio N/14 y añadir hacia el final de la titulación, solución de almidón.

Cálculos.

Maltosa hidratada. - Multiplicar los mililitros de la valoración por el título de la solución de tiosulfato de sodio N/14, para obtener los mg correspondientes de Cu_2O . Buscar en la tabla de azúcares adjunta, la cantidad correspondiente de hidrato de maltosa.

Ejemplo.

Valoración = 22,2 ml de tiosulfato de sodio N/14

Título de la solución = 5,626

$22,2 \times 5,626 = 124,9$ mg de $Cu_2O = 0,1052$ g de hidrato de maltosa.

$0.1052 \times 200 = 21.04 \%$ de hidrato de maltosa.

Factor de la solución.

Pesar con exactitud 0.25 g de cobre metálico limpio + 5 ml de ácido nítrico 1:1 + 50 ml de agua destilada, llevar a ebullición, agregar 1 g de urea y concluir la determinación como se indicó antes. Calcular los mg de óxido cuproso que correspondan a 1 ml de tiosulfato de sodio sabiendo que 1 g de cobre = 1.1258 g de óxido cuproso.

TABLA PARA LA DETERMINACION DE GLUCOSA (2), DE SACAROSA - INVERTIDA (3), DE SACAROSA (4), DE HIDRATO DE LACTOSA (5), Y DE HIDRATO DE MALTOSA (6), POR VIA GRAVIMETRICA, PARTIENDO DEL OXIDO CUPROSO (1) PESO. (37)

(Manuel Suisse des Denrées Alimentaires, 4eme édition, 1939).

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|----|------|------|------|------|------|----|------|------|------|------|------|
| mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg |
| 10 | 5.6 | 4.6 | 4.4 | 5.1 | 6.8 | 28 | 13.4 | 12.8 | 12.2 | 16.8 | 22.3 |
| 11 | 6.0 | 5.1 | 4.8 | 5.8 | 7.7 | 29 | 13.9 | 13.3 | 12.6 | 17.5 | 23.1 |
| 12 | 6.4 | 5.6 | 5.3 | 6.4 | 8.5 | 30 | 14.3 | 13.7 | 13.0 | 18.1 | 24.0 |
| 13 | 6.8 | 6.0 | 5.7 | 7.1 | 9.4 | 31 | 14.8 | 14.2 | 13.5 | 18.7 | 24.9 |
| 14 | 7.2 | 6.4 | 6.1 | 7.7 | 10.2 | 32 | 15.2 | 14.7 | 13.9 | 19.4 | 25.7 |
| 15 | 7.7 | 6.9 | 6.6 | 8.4 | 11.1 | 33 | 15.6 | 15.1 | 14.3 | 20.0 | 26.6 |
| 16 | 8.1 | 7.3 | 6.9 | 9.0 | 12.0 | 34 | 16.1 | 15.6 | 14.8 | 20.7 | 27.4 |
| 17 | 8.6 | 7.8 | 7.4 | 9.7 | 12.8 | 35 | 16.5 | 16.1 | 15.3 | 21.3 | 28.3 |
| 18 | 9.0 | 8.3 | 7.9 | 10.3 | 13.7 | 36 | 16.9 | 16.5 | 15.7 | 22.0 | 29.2 |
| 19 | 9.5 | 8.7 | 8.3 | 11.0 | 14.5 | 37 | 17.4 | 17.0 | 16.1 | 22.6 | 30.0 |
| 20 | 9.9 | 9.2 | 8.7 | 11.6 | 15.4 | 38 | 17.8 | 17.4 | 16.5 | 23.3 | 30.9 |
| 21 | 10.4 | 9.6 | 9.1 | 12.3 | 16.3 | 39 | 18.3 | 17.9 | 17.0 | 23.9 | 31.7 |
| 22 | 10.8 | 10.0 | 9.5 | 12.9 | 17.2 | 40 | 18.7 | 18.4 | 17.5 | 24.6 | 32.6 |
| 23 | 11.2 | 10.5 | 10.0 | 13.6 | 18.0 | 41 | 19.2 | 18.8 | 17.9 | 25.2 | 33.5 |
| 24 | 11.7 | 11.0 | 10.5 | 14.2 | 18.8 | 42 | 19.6 | 19.3 | 18.3 | 25.9 | 34.3 |
| 25 | 12.1 | 11.4 | 10.9 | 14.8 | 19.7 | 43 | 20.0 | 19.8 | 18.8 | 26.5 | 35.2 |
| 26 | 12.5 | 11.9 | 11.3 | 15.5 | 20.6 | 44 | 20.4 | 20.2 | 19.2 | 27.2 | 36.0 |
| 27 | 13.0 | 12.4 | 11.8 | 16.2 | 21.4 | 45 | 20.9 | 20.7 | 19.7 | 27.8 | 36.9 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|----|------|------|------|------|------|-----|------|------|------|------|-------|
| mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg |
| 46 | 21.3 | 21.1 | 20.0 | 28.5 | 37.8 | 89 | 40.3 | 41.1 | 38.9 | 56.3 | 74.5 |
| 47 | 21.7 | 21.6 | 20.5 | 29.1 | 38.6 | 90 | 40.7 | 41.6 | 39.4 | 57.0 | 75.4 |
| 48 | 22.2 | 22.1 | 21.0 | 29.8 | 39.5 | 91 | 41.2 | 42.0 | 39.8 | 57.6 | 76.3 |
| 49 | 22.6 | 22.5 | 21.4 | 30.4 | 40.3 | 92 | 41.6 | 42.5 | 40.3 | 58.2 | 77.1 |
| 50 | 23.1 | 23.0 | 21.9 | 31.1 | 41.2 | 93 | 42.1 | 43.0 | 40.8 | 58.9 | 78.0 |
| 51 | 23.5 | 23.5 | 22.3 | 31.7 | 42.1 | 94 | 42.6 | 43.5 | 41.2 | 59.5 | 78.8 |
| 51 | 24.0 | 23.9 | 22.7 | 32.4 | 42.9 | 95 | 43.0 | 43.9 | 41.6 | 60.2 | 79.7 |
| 53 | 24.4 | 24.4 | 23.2 | 33.0 | 43.8 | 96 | 43.4 | 44.4 | 42.1 | 60.8 | 80.6 |
| 54 | 24.8 | 24.9 | 23.6 | 33.7 | 44.6 | 97 | 43.9 | 44.8 | 42.5 | 61.4 | 81.4 |
| 55 | 25.3 | 25.3 | 24.0 | 34.3 | 45.5 | 98 | 44.3 | 45.3 | 42.9 | 62.1 | 82.3 |
| 56 | 25.7 | 25.8 | 24.5 | 34.9 | 46.4 | 99 | 44.8 | 45.8 | 43.4 | 62.8 | 83.1 |
| 57 | 26.2 | 26.2 | 24.9 | 35.6 | 47.2 | 100 | 45.2 | 46.3 | 43.9 | 63.4 | 84.0 |
| 58 | 26.6 | 26.9 | 25.3 | 36.2 | 48.1 | 101 | 45.7 | 46.7 | 44.3 | 64.0 | 84.9 |
| 59 | 27.1 | 27.2 | 25.7 | 36.9 | 48.9 | 102 | 46.1 | 47.2 | 44.7 | 64.6 | 85.7 |
| 60 | 27.5 | 27.6 | 26.1 | 37.5 | 49.8 | 103 | 46.6 | 47.6 | 45.1 | 65.3 | 86.6 |
| 61 | 27.9 | 28.1 | 26.6 | 38.2 | 50.7 | 104 | 47.0 | 48.0 | 45.6 | 66.0 | 87.4 |
| 62 | 28.4 | 28.6 | 27.0 | 38.8 | 51.5 | 105 | 47.5 | 48.5 | 46.0 | 66.6 | 88.3 |
| 63 | 28.8 | 29.0 | 27.4 | 39.4 | 52.4 | 106 | 47.9 | 49.0 | 46.5 | 67.2 | 89.1 |
| 64 | 29.2 | 29.5 | 27.9 | 40.1 | 53.2 | 107 | 48.4 | 49.5 | 46.9 | 67.9 | 90.0 |
| 65 | 29.7 | 30.0 | 28.4 | 40.8 | 54.1 | 108 | 48.8 | 49.9 | 47.3 | 68.6 | 90.8 |
| 66 | 30.1 | 30.4 | 28.8 | 41.4 | 54.9 | 109 | 49.3 | 50.4 | 47.8 | 69.2 | 91.7 |
| 67 | 30.6 | 30.9 | 29.3 | 42.0 | 55.8 | 110 | 49.7 | 50.9 | 48.3 | 69.9 | 92.5 |
| 68 | 31.0 | 31.4 | 29.7 | 42.7 | 56.6 | 111 | 50.2 | 51.4 | 48.7 | 70.5 | 93.3 |
| 69 | 31.4 | 31.8 | 30.1 | 43.3 | 57.1 | 112 | 50.6 | 51.8 | 49.1 | 71.2 | 94.2 |
| 70 | 31.9 | 32.3 | 30.5 | 44.0 | 58.3 | 113 | 51.1 | 52.3 | 49.6 | 71.9 | 95.0 |
| 71 | 32.3 | 32.7 | 31.0 | 44.6 | 59.1 | 114 | 51.5 | 52.8 | 50.1 | 72.5 | 95.9 |
| 72 | 32.8 | 33.1 | 31.4 | 45.3 | 60.0 | 115 | 52.0 | 53.2 | 50.4 | 73.2 | 96.7 |
| 73 | 33.2 | 33.6 | 31.8 | 45.9 | 60.8 | 116 | 52.4 | 53.7 | 50.9 | 73.8 | 97.6 |
| 74 | 33.7 | 34.1 | 32.3 | 46.6 | 61.7 | 117 | 52.9 | 54.2 | 51.5 | 74.5 | 98.4 |
| 75 | 34.1 | 34.5 | 32.7 | 47.2 | 62.5 | 118 | 53.3 | 54.7 | 51.9 | 75.1 | 99.3 |
| 76 | 34.5 | 35.0 | 33.1 | 47.9 | 63.4 | 119 | 53.8 | 55.2 | 52.3 | 75.8 | 100.1 |
| 77 | 35.0 | 35.5 | 33.6 | 48.5 | 64.3 | 120 | 54.2 | 55.7 | 52.8 | 76.5 | 101.0 |
| 78 | 35.4 | 35.9 | 34.0 | 49.2 | 65.1 | 121 | 54.7 | 56.1 | 53.2 | 77.1 | 101.9 |
| 79 | 35.9 | 36.4 | 34.5 | 49.8 | 65.9 | 122 | 55.1 | 56.5 | 53.6 | 77.7 | 102.7 |
| 80 | 36.3 | 36.8 | 34.9 | 50.4 | 66.8 | 123 | 55.6 | 57.0 | 54.1 | 78.4 | 103.6 |
| 81 | 36.8 | 37.3 | 35.3 | 51.1 | 67.7 | 124 | 56.0 | 57.5 | 54.5 | 79.1 | 104.4 |
| 82 | 37.2 | 37.8 | 35.8 | 51.8 | 68.5 | 125 | 56.5 | 58.0 | 55.0 | 79.8 | 105.3 |
| 83 | 37.6 | 38.2 | 36.2 | 52.4 | 69.4 | 126 | 56.9 | 58.5 | 55.5 | 80.4 | 106.1 |
| 84 | 38.1 | 38.7 | 36.7 | 53.1 | 70.2 | 127 | 57.4 | 59.0 | 55.9 | 81.0 | 107.0 |
| 85 | 38.5 | 39.2 | 37.2 | 53.7 | 71.1 | 128 | 57.8 | 59.4 | 56.3 | 81.7 | 107.8 |
| 86 | 39.0 | 39.7 | 37.6 | 54.4 | 72.0 | 129 | 58.3 | 59.9 | 56.8 | 82.3 | 108.7 |
| 87 | 39.4 | 40.2 | 38.1 | 55.0 | 72.8 | 130 | 58.7 | 60.3 | 57.2 | 83.0 | 109.5 |
| 88 | 39.8 | 40.6 | 38.5 | 55.7 | 73.7 | 131 | 59.2 | 60.8 | 57.7 | 83.7 | 110.3 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|-----|------|------|------|-------|-------|-----|------|-------|------|-------|-------|
| mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg |
| 132 | 59.6 | 61.3 | 58.1 | 84.4 | 111.2 | 175 | 79.3 | 81.9 | 77.7 | 113.0 | 147.7 |
| 133 | 60.1 | 61.8 | 58.6 | 85.0 | 112.0 | 176 | 79.7 | 82.4 | 78.2 | 113.6 | 148.6 |
| 134 | 60.5 | 62.3 | 59.1 | 85.6 | 112.9 | 177 | 80.2 | 82.8 | 78.6 | 114.3 | 149.4 |
| 135 | 61.0 | 62.7 | 59.5 | 86.3 | 113.7 | 178 | 80.7 | 83.3 | 79.0 | 115.0 | 150.3 |
| 136 | 61.5 | 63.2 | 59.9 | 87.0 | 114.6 | 179 | 81.1 | 83.8 | 79.5 | 115.6 | 151.1 |
| 137 | 61.9 | 63.7 | 60.4 | 87.7 | 115.4 | 180 | 81.6 | 84.3 | 80.0 | 116.3 | 152.0 |
| 138 | 62.4 | 64.1 | 60.8 | 88.3 | 116.3 | 181 | 82.1 | 84.7 | 80.4 | 117.0 | 152.9 |
| 139 | 62.8 | 64.6 | 61.3 | 89.0 | 117.1 | 182 | 82.5 | 85.2 | 80.8 | 117.6 | 153.7 |
| 140 | 63.3 | 65.1 | 61.7 | 89.6 | 118.0 | 183 | 82.9 | 85.7 | 81.3 | 118.3 | 154.6 |
| 141 | 63.7 | 65.6 | 62.2 | 90.3 | 118.8 | 184 | 83.4 | 86.2 | 81.8 | 119.0 | 155.4 |
| 142 | 64.2 | 66.0 | 62.6 | 91.0 | 119.7 | 185 | 83.9 | 86.6 | 82.2 | 119.7 | 156.3 |
| 143 | 64.6 | 66.5 | 63.1 | 91.6 | 120.5 | 186 | 84.4 | 87.1 | 82.6 | 120.3 | 157.1 |
| 144 | 65.0 | 67.0 | 63.6 | 92.2 | 121.4 | 187 | 84.8 | 87.6 | 83.1 | 121.0 | 158.0 |
| 145 | 65.5 | 67.5 | 64.0 | 92.9 | 122.2 | 188 | 85.3 | 88.1 | 83.6 | 121.7 | 158.8 |
| 146 | 66.0 | 67.9 | 64.4 | 93.6 | 123.0 | 189 | 85.7 | 88.5 | 84.0 | 122.4 | 159.7 |
| 147 | 66.4 | 68.4 | 64.9 | 94.3 | 123.9 | 190 | 86.2 | 89.0 | 84.5 | 123.0 | 160.5 |
| 148 | 66.9 | 68.9 | 65.4 | 94.9 | 124.7 | 191 | 86.6 | 89.5 | 84.9 | 123.7 | 161.3 |
| 149 | 67.4 | 69.3 | 65.8 | 95.6 | 125.6 | 192 | 87.1 | 90.0 | 85.4 | 124.3 | 162.2 |
| 150 | 67.8 | 69.8 | 66.2 | 96.2 | 126.4 | 193 | 87.6 | 90.4 | 85.8 | 125.0 | 163.0 |
| 151 | 68.2 | 70.3 | 66.7 | 96.9 | 127.3 | 194 | 88.0 | 90.9 | 86.3 | 125.6 | 163.9 |
| 152 | 68.7 | 70.8 | 67.2 | 97.6 | 128.1 | 195 | 88.5 | 91.4 | 86.7 | 126.3 | 164.7 |
| 153 | 69.2 | 71.2 | 67.5 | 98.2 | 129.0 | 196 | 88.9 | 91.9 | 87.2 | 127.0 | 165.6 |
| 154 | 69.6 | 71.7 | 68.0 | 98.8 | 129.8 | 197 | 89.4 | 92.3 | 87.6 | 127.7 | 166.4 |
| 155 | 70.0 | 72.2 | 68.5 | 99.5 | 130.9 | 198 | 89.9 | 92.8 | 88.1 | 128.4 | 167.3 |
| 156 | 70.5 | 72.7 | 69.0 | 100.2 | 131.5 | 199 | 90.3 | 93.3 | 88.5 | 129.1 | 168.1 |
| 157 | 71.0 | 73.2 | 69.4 | 100.8 | 132.4 | 200 | 90.8 | 93.8 | 89.0 | 129.7 | 169.0 |
| 158 | 71.4 | 73.6 | 69.8 | 101.5 | 133.2 | 201 | 91.3 | 94.2 | 89.4 | 130.4 | 169.9 |
| 159 | 71.9 | 74.1 | 70.3 | 102.2 | 134.1 | 202 | 91.7 | 94.6 | 89.9 | 131.1 | 170.7 |
| 160 | 72.3 | 74.6 | 70.8 | 102.8 | 134.9 | 203 | 92.2 | 95.2 | 90.3 | 131.8 | 171.6 |
| 161 | 72.8 | 75.1 | 71.2 | 103.5 | 135.7 | 204 | 92.7 | 95.7 | 90.8 | 132.4 | 172.4 |
| 162 | 73.2 | 75.5 | 71.6 | 104.2 | 136.6 | 205 | 93.2 | 96.2 | 91.3 | 133.1 | 173.3 |
| 163 | 73.7 | 76.0 | 72.1 | 104.9 | 137.4 | 206 | 93.6 | 96.6 | 91.7 | 133.8 | 174.1 |
| 164 | 74.2 | 76.5 | 72.6 | 105.6 | 138.3 | 207 | 94.1 | 97.1 | 92.1 | 134.5 | 175.0 |
| 165 | 74.6 | 76.9 | 73.0 | 106.2 | 139.1 | 208 | 94.5 | 97.6 | 92.6 | 135.2 | 175.8 |
| 166 | 75.1 | 77.4 | 73.5 | 106.9 | 140.0 | 209 | 95.0 | 98.1 | 93.1 | 135.8 | 176.7 |
| 167 | 75.6 | 77.9 | 73.9 | 107.6 | 140.8 | 210 | 95.5 | 98.6 | 93.6 | 136.5 | 177.5 |
| 168 | 76.0 | 78.4 | 74.4 | 108.2 | 141.7 | 211 | 95.9 | 99.1 | 94.0 | 137.2 | 178.3 |
| 169 | 76.5 | 78.9 | 74.9 | 108.9 | 142.5 | 212 | 96.4 | 99.6 | 94.5 | 137.9 | 179.2 |
| 170 | 77.0 | 79.4 | 75.3 | 109.6 | 143.4 | 213 | 96.9 | 100.1 | 95.0 | 138.6 | 180.0 |
| 171 | 77.4 | 79.9 | 75.8 | 110.2 | 144.3 | 214 | 97.4 | 100.6 | 95.5 | 139.3 | 180.9 |
| 172 | 77.9 | 80.4 | 76.3 | 110.9 | 145.1 | 215 | 97.8 | 101.1 | 96.0 | 140.0 | 181.7 |
| 173 | 78.3 | 80.9 | 76.8 | 111.6 | 146.0 | 216 | 98.3 | 101.6 | 96.5 | 140.6 | 182.6 |
| 174 | 78.8 | 81.4 | 77.2 | 112.3 | 146.8 | 217 | 98.7 | 102.1 | 97.0 | 141.3 | 183.4 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|
| mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg |
| 217 | 98.7 | 102.1 | 97.0 | 141.3 | 183.4 | 260 | 119.0 | 123.1 | 117.5 | 170.0 | 220.0 |
| 218 | 99.2 | 102.6 | 97.5 | 142.0 | 184.3 | 261 | 119.4 | 124.2 | 118.0 | 170.7 | 220.9 |
| 219 | 99.7 | 103.1 | 97.9 | 142.6 | 185.1 | 262 | 119.9 | 124.7 | 118.5 | 171.3 | 221.7 |
| 220 | 100.1 | 103.6 | 98.4 | 143.3 | 186.0 | 263 | 120.4 | 125.2 | 118.9 | 172.0 | 222.6 |
| 221 | 100.6 | 104.1 | 98.9 | 144.0 | 186.9 | 264 | 120.9 | 125.7 | 119.4 | 172.6 | 223.4 |
| 222 | 101.1 | 104.6 | 99.4 | 144.7 | 187.7 | 265 | 121.4 | 126.2 | 119.9 | 173.3 | 224.3 |
| 223 | 101.5 | 105.1 | 99.8 | 145.4 | 188.6 | 266 | 121.8 | 126.7 | 120.4 | 174.0 | 225.1 |
| 224 | 102.0 | 105.6 | 100.3 | 146.1 | 189.4 | 267 | 122.3 | 127.2 | 120.9 | 174.7 | 226.0 |
| 225 | 102.5 | 106.1 | 100.8 | 146.8 | 190.3 | 268 | 122.8 | 127.8 | 121.4 | 175.4 | 226.8 |
| 226 | 103.0 | 106.6 | 101.3 | 147.5 | 191.1 | 269 | 123.3 | 128.3 | 121.9 | 176.1 | 227.7 |
| 227 | 103.5 | 107.1 | 101.7 | 148.1 | 192.0 | 270 | 123.7 | 128.8 | 122.4 | 176.8 | 228.5 |
| 228 | 103.9 | 107.6 | 102.2 | 148.8 | 192.8 | 271 | 124.2 | 129.3 | 122.8 | 177.5 | 229.3 |
| 229 | 104.4 | 108.1 | 102.7 | 149.4 | 193.7 | 272 | 124.7 | 129.8 | 123.3 | 178.2 | 230.2 |
| 230 | 104.8 | 108.6 | 103.2 | 150.1 | 194.5 | 273 | 125.2 | 130.3 | 123.8 | 178.8 | 231.0 |
| 231 | 105.3 | 109.1 | 103.6 | 150.8 | 195.3 | 274 | 125.6 | 130.8 | 124.3 | 179.5 | 231.9 |
| 232 | 105.8 | 109.6 | 104.1 | 151.4 | 196.2 | 275 | 126.1 | 131.3 | 124.7 | 180.2 | 232.7 |
| 233 | 106.3 | 110.1 | 104.6 | 152.1 | 197.0 | 276 | 126.6 | 131.8 | 125.2 | 180.9 | 233.6 |
| 234 | 106.8 | 110.6 | 105.1 | 152.8 | 197.9 | 277 | 127.1 | 132.3 | 125.7 | 181.6 | 234.4 |
| 235 | 107.2 | 111.1 | 105.5 | 153.4 | 198.7 | 278 | 127.6 | 132.8 | 126.2 | 182.3 | 235.3 |
| 236 | 107.7 | 111.6 | 106.0 | 154.1 | 199.6 | 279 | 128.0 | 133.3 | 126.7 | 183.0 | 236.0 |
| 237 | 108.2 | 112.1 | 106.5 | 154.8 | 200.4 | 280 | 128.5 | 133.8 | 127.2 | 183.6 | 237.0 |
| 238 | 108.6 | 112.6 | 107.0 | 155.4 | 201.3 | 281 | 129.0 | 134.4 | 127.7 | 184.3 | 237.9 |
| 239 | 109.1 | 113.1 | 107.5 | 156.1 | 202.1 | 282 | 129.4 | 134.9 | 128.2 | 185.0 | 238.7 |
| 240 | 109.6 | 113.6 | 108.0 | 156.8 | 203.0 | 283 | 129.9 | 135.4 | 128.6 | 185.7 | 239.6 |
| 241 | 110.0 | 114.2 | 108.5 | 157.4 | 203.9 | 284 | 130.4 | 135.9 | 129.1 | 186.4 | 240.4 |
| 242 | 110.5 | 114.7 | 109.0 | 158.1 | 204.7 | 285 | 130.8 | 136.4 | 129.6 | 187.1 | 241.2 |
| 243 | 111.0 | 115.2 | 109.4 | 158.7 | 205.6 | 286 | 131.3 | 136.9 | 130.1 | 187.8 | 242.2 |
| 244 | 111.4 | 115.7 | 109.9 | 159.4 | 206.4 | 287 | 131.8 | 137.4 | 130.5 | 188.5 | 243.0 |
| 245 | 111.9 | 116.2 | 110.4 | 160.1 | 207.3 | 288 | 132.3 | 137.9 | 131.0 | 189.1 | 243.9 |
| 246 | 112.4 | 116.7 | 110.9 | 160.7 | 208.1 | 289 | 132.8 | 138.4 | 131.5 | 189.8 | 244.7 |
| 247 | 112.8 | 117.2 | 111.3 | 161.4 | 209.0 | 290 | 133.2 | 138.9 | 132.0 | 190.5 | 245.6 |
| 248 | 113.3 | 117.7 | 111.8 | 162.0 | 209.8 | 291 | 133.7 | 139.4 | 132.5 | 191.2 | 246.5 |
| 249 | 113.8 | 118.2 | 112.3 | 162.7 | 210.7 | 292 | 134.2 | 140.0 | 133.0 | 191.9 | 247.3 |
| 250 | 114.2 | 118.7 | 112.8 | 163.4 | 211.5 | 293 | 134.7 | 140.5 | 133.5 | 192.6 | 248.2 |
| 251 | 114.7 | 119.2 | 113.2 | 164.0 | 212.3 | 294 | 135.2 | 141.0 | 134.0 | 193.3 | 249.0 |
| 252 | 115.2 | 119.7 | 113.7 | 164.7 | 213.2 | 295 | 135.6 | 141.5 | 134.4 | 194.0 | 249.9 |
| 253 | 115.6 | 120.2 | 114.2 | 165.4 | 214.0 | 296 | 136.1 | 142.0 | 134.9 | 194.7 | 250.8 |
| 254 | 116.1 | 120.7 | 114.7 | 166.0 | 214.9 | 297 | 136.6 | 142.5 | 135.4 | 195.4 | 251.6 |
| 255 | 116.6 | 121.2 | 115.1 | 166.7 | 215.7 | 298 | 137.1 | 143.0 | 135.9 | 196.0 | 252.5 |
| 256 | 117.0 | 121.7 | 115.6 | 167.3 | 216.6 | 299 | 137.6 | 143.5 | 136.3 | 196.7 | 253.3 |
| 257 | 117.5 | 122.2 | 116.1 | 168.0 | 217.4 | 300 | 138.1 | 144.0 | 136.8 | 197.4 | 254.2 |
| 258 | 118.0 | 122.7 | 116.6 | 168.7 | 218.3 | 301 | 138.5 | 144.5 | 137.3 | 198.1 | 255.1 |
| 259 | 118.5 | 123.2 | 117.0 | 169.4 | 219.1 | 302 | 139.0 | 145.0 | 137.8 | 198.8 | 255.9 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|
| mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg |
| 303 | 139.5 | 145.3 | 138.3 | 199.5 | 256.8 | 346 | 160.5 | 168.0 | 159.7 | 230.0 | 293.7 |
| 304 | 140.0 | 146.1 | 138.8 | 200.2 | 257.6 | 347 | 161.0 | 168.6 | 160.2 | 230.7 | 294.6 |
| 305 | 140.5 | 146.6 | 139.3 | 200.9 | 258.5 | 348 | 161.5 | 169.1 | 160.6 | 231.4 | 295.4 |
| 306 | 141.0 | 147.1 | 139.7 | 201.6 | 259.4 | 349 | 162.0 | 169.6 | 161.1 | 232.1 | 296.3 |
| 307 | 141.5 | 147.6 | 140.2 | 202.3 | 260.2 | 350 | 162.4 | 170.1 | 161.6 | 232.8 | 297.1 |
| 308 | 142.0 | 148.1 | 140.7 | 203.0 | 261.1 | 351 | 162.9 | 170.6 | 162.1 | 233.5 | |
| 309 | 142.5 | 148.6 | 141.2 | 203.7 | 261.9 | 352 | 163.4 | 171.2 | 162.6 | 234.2 | |
| 310 | 143.0 | 149.1 | 141.6 | 204.4 | 262.8 | 353 | 163.9 | 171.7 | 163.1 | 234.9 | |
| 311 | 143.4 | 149.6 | 142.1 | 205.2 | 263.7 | 354 | 164.4 | 172.3 | 163.7 | 235.6 | |
| 312 | 143.9 | 150.1 | 142.6 | 205.9 | 264.5 | 355 | 164.9 | 172.8 | 164.2 | 236.3 | |
| 313 | 144.4 | 150.6 | 143.1 | 206.6 | 265.4 | 356 | 165.4 | 173.3 | 164.7 | 237.0 | |
| 314 | 144.9 | 151.2 | 143.6 | 207.3 | 266.2 | 357 | 165.9 | 173.9 | 165.2 | 237.7 | |
| 315 | 145.4 | 151.7 | 144.1 | 208.0 | 267.1 | 358 | 166.4 | 174.4 | 165.7 | 238.4 | |
| 316 | 145.8 | 152.3 | 144.7 | 208.7 | 268.0 | 359 | 166.9 | 174.9 | 166.2 | 239.1 | |
| 317 | 146.3 | 152.8 | 145.2 | 209.5 | 268.8 | 360 | 167.4 | 175.4 | 166.7 | 239.8 | |
| 318 | 146.8 | 153.3 | 145.7 | 210.2 | 269.7 | 361 | 167.9 | 176.0 | 167.2 | 240.5 | |
| 319 | 147.3 | 153.9 | 146.2 | 210.9 | 270.5 | 362 | 168.4 | 176.5 | 167.7 | 241.2 | |
| 320 | 147.8 | 154.4 | 146.7 | 211.6 | 271.4 | 363 | 168.9 | 177.0 | 168.2 | 241.8 | |
| 321 | 148.2 | 154.9 | 147.2 | 212.3 | 272.3 | 364 | 169.4 | 177.5 | 168.6 | 242.5 | |
| 322 | 148.7 | 155.4 | 147.7 | 213.0 | 273.1 | 365 | 169.9 | 178.0 | 169.1 | 243.2 | |
| 323 | 149.2 | 155.9 | 148.2 | 213.7 | 274.0 | 366 | 170.4 | 178.6 | 169.6 | 243.9 | |
| 324 | 149.7 | 156.5 | 148.7 | 214.4 | 274.8 | 367 | 170.9 | 179.1 | 170.1 | 244.6 | |
| 325 | 150.2 | 157.0 | 149.2 | 215.2 | 275.7 | 368 | 171.4 | 179.6 | 170.6 | 245.2 | |
| 326 | 150.7 | 157.5 | 149.6 | 215.9 | 276.6 | 369 | 171.9 | 180.2 | 171.2 | 245.9 | |
| 327 | 151.2 | 158.0 | 150.1 | 216.6 | 277.4 | 370 | 172.4 | 180.7 | 171.7 | 246.6 | |
| 328 | 151.7 | 158.6 | 150.6 | 217.3 | 278.3 | 371 | 172.4 | 180.7 | 171.7 | 246.6 | |
| 329 | 152.2 | 159.1 | 151.1 | 218.0 | 279.1 | 372 | 173.4 | 181.8 | 172.7 | 248.0 | |
| 330 | 152.7 | 159.6 | 151.6 | 218.8 | 280.0 | 373 | 173.9 | 182.3 | 173.2 | 248.7 | |
| 331 | 153.2 | 160.1 | 152.1 | 219.5 | 280.9 | 374 | 174.4 | 182.9 | 173.8 | 249.4 | |
| 332 | 153.6 | 160.7 | 152.6 | 220.2 | 281.7 | 375 | 174.9 | 183.5 | 174.3 | 250.1 | |
| 333 | 154.1 | 161.2 | 153.1 | 220.9 | 282.6 | 376 | 175.3 | 184.0 | 174.8 | 250.8 | |
| 334 | 154.6 | 161.8 | 153.7 | 221.6 | 283.4 | 377 | 175.8 | 184.5 | 175.3 | 251.6 | |
| 335 | 155.1 | 162.3 | 154.2 | 222.4 | 284.3 | 378 | 176.3 | 185.1 | 175.8 | 252.3 | |
| 336 | 155.6 | 162.8 | 154.7 | 223.1 | 285.2 | 379 | 176.8 | 185.6 | 176.3 | 253.0 | |
| 337 | 156.1 | 163.4 | 155.2 | 223.8 | 286.0 | 380 | 177.3 | 186.1 | 176.8 | 253.7 | |
| 338 | 156.6 | 163.9 | 155.7 | 224.5 | 286.9 | 381 | 177.8 | 186.7 | 177.3 | 254.4 | |
| 339 | 157.1 | 164.4 | 156.2 | 225.2 | 287.7 | 382 | 178.3 | 187.2 | 177.8 | 255.1 | |
| 340 | 157.6 | 165.0 | 156.7 | 225.9 | 288.6 | 383 | 178.8 | 187.9 | 178.4 | 255.8 | |
| 341 | 158.0 | 165.5 | 157.2 | 226.6 | 289.5 | 384 | 179.3 | 188.4 | 179.0 | 256.6 | |
| 342 | 158.5 | 166.0 | 157.7 | 227.2 | 290.3 | 385 | 179.8 | 188.9 | 179.5 | 257.3 | |
| 343 | 159.0 | 166.5 | 158.2 | 227.9 | 291.2 | 386 | 180.3 | 189.4 | 180.0 | 258.0 | |
| 344 | 159.5 | 167.0 | 158.7 | 228.6 | 292.0 | 387 | 180.8 | 190.0 | 180.5 | 258.7 | |
| 345 | 160.0 | 167.5 | 159.2 | 229.3 | 292.9 | 388 | 181.3 | 190.5 | 181.0 | 259.5 | |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|-----|-------|-------|-------|-------|----|-----|-------|-------|-------|-------|----|
| mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg | mg |
| 389 | 181.8 | 191.0 | 181.5 | 260.2 | | 432 | 203.5 | 214.7 | 203.9 | 292.2 | |
| 390 | 182.3 | 191.6 | 182.0 | 260.9 | | 433 | 204.0 | 215.2 | 204.4 | 293.0 | |
| 391 | 182.8 | 192.1 | 182.5 | 261.6 | | 434 | 204.5 | 215.8 | 205.0 | 293.8 | |
| 392 | 183.3 | 192.6 | 183.0 | 262.3 | | 435 | 205.0 | 216.3 | 205.5 | 294.5 | |
| 393 | 183.8 | 193.2 | 183.5 | 263.5 | | 436 | 205.5 | 216.9 | 206.0 | 295.3 | |
| 394 | 184.3 | 193.7 | 184.0 | 263.8 | | 437 | 206.1 | 217.4 | 206.5 | 296.0 | |
| 395 | 184.8 | 194.2 | 184.5 | 264.5 | | 438 | 206.6 | 218.0 | 207.1 | 296.8 | |
| 396 | 185.2 | 194.8 | 185.0 | 265.2 | | 439 | 207.1 | 218.5 | 207.6 | 297.6 | |
| 397 | 185.7 | 195.3 | 185.5 | 265.9 | | 440 | 207.6 | 219.1 | 208.1 | 298.4 | |
| 398 | 186.2 | 195.8 | 186.0 | 266.7 | | 441 | 208.1 | 219.6 | 208.6 | 299.2 | |
| 399 | 186.7 | 196.4 | 186.6 | 267.4 | | 442 | 208.6 | 220.2 | 209.2 | 299.9 | |
| 400 | 187.2 | 196.9 | 187.1 | 268.1 | | 443 | 209.1 | 220.8 | 209.7 | 300.7 | |
| 401 | 187.7 | 197.4 | 187.6 | 268.8 | | 444 | 209.6 | 221.3 | 210.2 | 301.4 | |
| 402 | 188.3 | 198.0 | 188.1 | 269.6 | | 445 | 210.2 | 221.9 | 210.8 | 302.2 | |
| 403 | 188.8 | 198.5 | 188.6 | 270.3 | | 446 | 210.7 | 222.4 | 211.3 | 303.0 | |
| 404 | 189.3 | 199.0 | 189.1 | 271.0 | | 447 | 211.2 | 223.0 | 211.9 | 303.7 | |
| 405 | 189.8 | 199.6 | 189.6 | 271.8 | | 448 | 211.7 | 223.6 | 212.4 | 304.5 | |
| 406 | 190.3 | 200.1 | 190.1 | 272.5 | | 449 | 212.2 | 224.1 | 212.9 | 305.2 | |
| 407 | 190.8 | 200.7 | 190.6 | 273.2 | | 450 | 212.7 | 224.7 | 213.5 | | |
| 408 | 191.3 | 201.2 | 191.1 | 274.0 | | 451 | 213.2 | 225.3 | 214.1 | | |
| 409 | 191.9 | 201.8 | 191.7 | 274.7 | | 452 | 213.7 | 226.0 | 214.7 | | |
| 410 | 192.4 | 202.4 | 192.3 | 275.5 | | 453 | 214.3 | 226.6 | 215.3 | | |
| 411 | 192.9 | 203.0 | 192.9 | 276.2 | | 454 | 214.8 | 227.2 | 215.8 | | |
| 412 | 193.4 | 203.5 | 193.4 | 276.9 | | 455 | 215.3 | 227.8 | 216.4 | | |
| 413 | 193.9 | 204.1 | 193.9 | 277.7 | | 456 | 215.8 | 228.4 | 217.0 | | |
| 414 | 194.4 | 204.6 | 194.4 | 278.4 | | 457 | 216.3 | 229.1 | 217.6 | | |
| 415 | 194.9 | 205.2 | 194.9 | 279.1 | | 458 | 216.8 | 229.8 | 218.3 | | |
| 416 | 195.4 | 205.7 | 195.4 | 279.9 | | 459 | 217.4 | 230.4 | 218.9 | | |
| 417 | 195.9 | 206.3 | 196.0 | 280.6 | | 460 | 217.9 | 231.0 | 219.5 | | |
| 418 | 196.4 | 206.8 | 196.5 | 281.4 | | 461 | 218.4 | 231.7 | 220.1 | | |
| 419 | 196.9 | 207.4 | 197.0 | 282.2 | | 462 | 218.9 | 232.3 | 220.7 | | |
| 420 | 197.4 | 208.0 | 197.6 | 283.0 | | 463 | 219.4 | 232.9 | 221.3 | | |
| 421 | 197.9 | 208.5 | 198.1 | 283.7 | | 464 | 219.9 | 233.5 | 221.8 | | |
| 422 | 198.4 | 209.1 | 198.6 | 284.5 | | 465 | 220.4 | 234.2 | 222.5 | | |
| 423 | 198.5 | 209.6 | 199.1 | 285.2 | | 466 | 220.9 | 234.8 | 223.1 | | |
| 424 | 199.4 | 210.2 | 199.7 | 286.0 | | 467 | 221.5 | 235.5 | 223.7 | | |
| 425 | 199.9 | 210.7 | 200.2 | 286.8 | | 468 | 222.0 | 236.1 | 224.3 | | |
| 426 | 200.5 | 211.3 | 200.7 | 287.6 | | 469 | 222.5 | 236.7 | 224.9 | | |
| 427 | 201.0 | 211.9 | 201.3 | 288.3 | | 470 | 223.0 | 237.4 | 225.5 | | |
| 428 | 201.5 | 212.5 | 201.9 | 289.1 | | 471 | 223.5 | 238.0 | 226.1 | | |
| 429 | 202.0 | 213.0 | 202.4 | 289.9 | | 472 | 224.1 | 238.6 | 226.7 | | |
| 430 | 202.5 | 213.6 | 202.9 | 290.7 | | 473 | 224.6 | 239.2 | 227.2 | | |
| 431 | 203.0 | 214.1 | 203.4 | 291.4 | | 474 | 225.1 | 239.9 | 227.9 | | |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|-----|-------|-------|-------|----|
| mg | mg | mg | mg | mg |
| 475 | 225.6 | 240.5 | 228.5 | |
| 476 | 226.1 | 241.1 | 229.0 | |
| 477 | 226.6 | 241.7 | 229.6 | |
| 478 | 227.2 | 242.3 | 230.2 | |
| 479 | 227.7 | 242.9 | 230.8 | |
| 480 | 228.2 | 243.5 | 231.3 | |
| 481 | 228.7 | 244.2 | 232.0 | |
| 482 | 229.2 | 244.9 | 232.7 | |
| 483 | 229.7 | 245.5 | 233.2 | |
| 484 | 230.2 | 246.2 | 233.9 | |
| 485 | 230.8 | 246.9 | 234.6 | |
| 486 | 231.3 | | | |
| 487 | 231.8 | | | |
| 488 | 232.3 | | | |
| 489 | 232.9 | | | |
| 490 | 233.4 | | | |
| 491 | 234.0 | | | |
| 492 | 234.5 | | | |
| 493 | 235.0 | | | |
| 494 | 235.5 | | | |
| 495 | 236.0 | | | |
| 496 | 236.6 | | | |
| 497 | 237.1 | | | |
| 498 | 237.6 | | | |
| 499 | 238.1 | | | |
| 500 | 238.7 | | | |
| 501 | 239.2 | | | |
| 502 | 239.7 | | | |
| 503 | 240.2 | | | |
| 504 | 240.7 | | | |
| 505 | 241.2 | | | |
| 506 | 241.8 | | | |
| 507 | 242.3 | | | |
| 508 | 242.9 | | | |
| 509 | 243.4 | | | |
| 510 | 243.9 | | | |

ALMIDON DE MAIZ.

IDENTIFICACION.

Con un gramo de almidón y 2 ml de agua, se prepara una mezcla homogénea, se agita con 15 ml de agua hirviente, se hierva suavemente durante 2 minutos y se enfría; se obtiene una jalea blanquecina y translúcida. A una porción de la suspensión anterior, se agrega una solución de yodo, se colorea azul-violeta, que varía a azul intenso.

También se identifica al microscópio. Los gránulos de almidón de maíz, son generalmente redondos u ovalados ligeramente (en un portaobjetos con una gota de agua y una gota de solución diluida de yodo).

PERDIDA AL SECADO.

Se deseca a 120°C durante 4 horas, siguiendo el procedimiento ya mencionado de humedad. (pag. No. 90).

CENIZAS

Se sigue el procedimiento general de cenizas descrito anteriormente. (pag. No. 93).

DETERMINACION DE FIERRO.

En un matraz de 50 ml con tapón esmerilado, se depositan 500 mg de almidón. Se agregan 20 ml de ácido clorhídrico diluido 1:5, se coloca el tapón y se agita fuertemente durante 5 minutos. Se filtra la suspensión, se lava con unos mililitros de agua, se diluye a 50 ml y se agregan aproximadamente 50 mg de persulfato de amonio y 3 ml de sulfocianuro de amonio (grado reactivo). Cualquier coloración roja produ-

cida, no es más oscura que la de un control que contiene 1 ml de solución tipo de hierro. Se diluye a una concentración de 0,005 mg de Fe/ml en un volumen igual de solución.

Solución tipo. - Se disuelven 863,4 mg de sulfato férrico amónico en agua. Se agregan 10 ml de ácido sulfúrico diluido. Se diluye con agua hasta 1000 ml y se mezcla. Cada ml contiene 0,10 mg de Fe.

SUSTANCIAS OXIDANTES.

A 5 g de la muestra, se agregan 10 ml de agua y 1 ml de ácido acético; se agita hasta obtener una suspensión homogénea, se agregan — 0,5 ml de solución saturada de yoduro de potasio, se mezcla y se deja reposar durante 5 minutos. No se observa coloración azul, café o violeta.

DIOXIDO DE AZUFRE.

Se mezclan 20 g de almidón con 200 ml de agua, hasta obtener una suspensión uniforme y se filtra. A 100 ml del filtrado, se agrega almidón (grado reactivo) y se titula con solución 0,01 N de yodo, hasta obtener coloración azul permanente.; se consumen cuando más 2,7 ml — (80 ppm).

DETERMINACION DEL PH.

En un recipiente adecuado, se depositan 20 g de almidón y se agregan 100 ml de agua. Se agita continuamente a velocidad moderada durante 5 minutos. Inmediatamente se determina el pH, potenciométricamente -

SACAROSA.

METALES PESADOS.

Se sigue el método general para la determinación de compuestos orgánicos, (pag. No. 84).

CENIZAS.

Se sigue el proceso general (pag. No. 93).

AZUCAR INVERTIDO.

Se disuelven 20 g de sacarosa en suficiente agua y la solución se diluye hasta 100 ml, se filtra si es necesario.

En un vaso de precipitados de 250 ml, se pasan 50 ml del líquido claro y 50 ml de tartrato cúprico (grado reactivo) alcalino. Se tapa el vaso de precipitados con un vidrio de reloj y se calienta la mezcla de manera que se necesiten aproximadamente 4 minutos para alcanzar el punto de ebullición y se hierve durante 2 minutos exactamente. Enseguida, se agregan 100 ml de agua recién hervida y fría, e inmediatamente se recoge el precipitado de óxido de cobre en un crisol tarado y cubierto con una capa de amianto, la que previamente se ha lavado con agua caliente y después con 10 ml de alcohol y 10 ml de eter sucesivamente.

El crisol se seca a 105°C durante 30 minutos y se pesa antes de recoger el óxido cuproso. Se lava el residuo en el filtro con agua caliente, enseguida con 10 ml de alcohol y finalmente con 10 ml de eter. Se seca a 105°C durante 1 hora. El peso del óxido cuproso, es cuando más

de 112 mg.

CLORUROS.

A 10 ml de una solución 1:10 de sacarosa, se le agrega ácido nítrico diluido hasta obtener un pH de 1, se agrega 1 ml de nitrato de plata al 5 %. No debe existir opalescencia en el término de 1 minuto.

SULFATOS.

En 5 g de sacarosa, la cantidad de sulfato encontrada, es cuando más, la que corresponde a 0.3 ml de una solución de ácido sulfúrico 0.2 N (60 ppm).

(15) (16)

LACTOSA.

SOLUCION ESTANDAR.

Disolver 4 g de lactosa en 25 ml de agua destilada. La solución debe ser límpida, incolora y de reacción neutra al papel tornasol.

REACCION DE IDENTIDAD.

Calentar 2 ml de la solución estándar con 2 ml de solución de Fehling. Se produce un precipitado rojo ladrillo.

METALES PESADOS.

Reactivos.

-Ácido acético diluido. - 12 ml de acético concentrado, son diluidos con agua a un volumen de 100 ml.

-Solución de sulfuro de sodio. - Disolver 12 g de sulfuro de sodio de fórmula $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, con 25 ml de agua a un volumen de 100 ml completándolo con glicerina. Si al cabo de algunos días se forma un ligero depósito de sulfuro ferroso, filtrar la solución sobre algodón hidrófilo humedecido con agua. Conservarlo en un frasco bien cerrado. Para el control de esta solución, añadir una gota de esta, a una mezcla de 5 ml de agua y tres gotas de ácido acético diluido; no debe producirse enturbiamiento en el intervalo de 10 minutos.

A 3 ml de la solución estándar, añadir 3 gotas de ácido acético diluido, agitar, e introducir 3 gotas de solución de sulfuro de sodio. La mezcla debe permanecer ácida.

No debe producirse en un intervalo de 2 minutos, ni coloración, ni enturbiamiento pronunciado, ni precipitado, pero como máximo una opalescencia gris-amarillenta ó azulada, debido a la formación de azufre coloidal; en este caso, hay ausencia de metales pesados. Si por el contrario, se produce una coloración ó un precipitado, esto demuestra la presencia de uno ó varios metales pesados.

LACTOSA.

Se sigue el método de azúcares (pag. No.146, solo que en las tablas, se toma el número correspondiente al de la lactosa.

IMPUREZAS.

CLORUROS.

A 1 ml de solución estándar, añadir 1 ml de ácido nítrico diluido al 10 % y 4 gotas de solución al 5 % de nitrato de plata. No debe producirse ni precipitado blanco coposo, ni enturbiamiento.

SULFATOS.

A 1 ml de solución estándar, se añade 1 ml de ácido nítrico diluido al 10 % y 1 ml de nitrato de bario (6.5 g de $Ba(NO_3)_2$, disueltos en agua destilada en un volumen de 100 ml), No debe producirse, ni precipitado blanco, ni enturbiamiento.

DEXTRINAS Y ALMIDON.

Si se agrega a 2 ml de solución estándar, 1 gota de solución de

yodo (aprox. N/20), no debe producirse coloración roja-oscura ó azul.

DOSIFICACION DEL COBRE Y DEL FIERRO.

Principio. - El cobre y el fierro, son dosificados de las cenizas, despues de la incineración completa de la lactosa.

A partir de las cenizas, la solución acidificada con ácido clorhídrico, se precipita el cobre, filtrando, reoxidando y dosificando yodométricamente. El fierro es dosificado yodométricamente en el filtrado.

Procedimiento.

Humedecer con algunas gotas de agua destilada las cenizas obtenidas; despues, disolver completamente con 7 ml de ácido clorhídrico concentrado. Seguidamente, agregar de 20 a 25 ml de agua destilada y - transvasar la solución sin pérdida, en un erlenmeyer de 100 ml. Lavar bien las cápsulas de platino. El volúmen total debe ser alrededor de 70 ml. Llevar a ebullición, despues de hacer pasar de hidrógeno sulfurado lenta y regular, en la solución, hasta que esté fría, necesitando aproximadamente 2 horas. Cerrar el erlenmeyer con un tapón y dejarlo reposar hasta el día siguiente para facilitar el depósito de sulfuro de cobre y de azufre, en forma de un precipitado filtrable no coloidal. Filtrar — con un filtro que no produzca cenizas y lavar varias veces con una cantidad total de 70 ml de ácido acético al 4 % saturado con hidrógeno sulfurado. Durante la filtración, el filtro debe estar siempre cubierto de solución, a fin de evitar la pérdida de sulfuro de cobre por oxidación del aire. Recoger el filtrado y el líquido de lavado, para la dosificación del

hierro, en una cápsula de porcelana y ponerla a evaporar en un baño maría instalado dentro de una campana de presión reducida (de extracción). Situar inmediatamente el filtro contenido del sulfuro de cobre dentro de un crisol de platino. Incinerar cuidadosamente, mediante un mechero. Los sulfuros existentes se transforman en óxidos. Enfrir y añadir 6 gotas de ácido nítrico semi-concentrado (libre de cobre y fierro), calentar ligeramente, añadir 2 ml de agua destilada, calentar aun, añadir la punta de una espátula de urea, calentar de nuevo y enfriar rápidamente. Añadir seguidamente 3 ml de yoduro de potasio al 30 % y 3 gotas de solución estabilizada de almidón al 1 %. Valorar mediante una bureta (micro) con una solución N/100 de tiosulfato de sodio, hasta que desaparezca la coloración azul.

Algunas veces, el yoduro de potasio contiene trazas de yodo, — por lo que es necesario hacer un ensayo en blanco. Añadir 6 gotas de ácido nítrico semi-concentrado, 2 ml de agua destilada y la punta de una espátula de urea en el mismo crisol. Calentar y después enfriar. Añadir 3 ml de yoduro de potasio al 30 % y 3 gotas de una solución de almidón estabilizada al 1 %; después, valorar con una solución N/100 de tiosulfato de sodio.

Cálculos.

a = Número de ml de tiosulfato de sodio N/100 empleados en la valoración del cobre.

b = Número de ml de tiosulfato de sodio N/100 empleados en la valoración

ción del blanco.

f = Factor de la solución de tiosulfato de sodio N/100.

p = Peso de la lactosa.

El porcentaje de cobre en la lactosa es el siguiente.

$$\text{mg de cobre en 100 mg de lactosa} = \frac{0,6357 \times (a-b) \times f \times 100}{p}$$

Cuando el hidrógeno sulfurado es enteramente eliminado, se de
cir, después de la evaporación de la mitad del líquido, enfriar la cápsu
la, añadir 2 gotas de bromo para oxidar el fierro, agitar bien y evapo
rar hasta sequedad. Redisolver con 2 ml de ácido clorhídrico concentra
do, 20 ml de agua destilada y transvasarlo sin pérdida en un erlenmeyer
de 100 ml. Lavar cuidadosamente la cápsula de porcelana, segúdamen
te añadir 2 g de yoduro de potasio y cerrar el erlenmeyer con un tapón.
Agitar y dejar reposar durante 30 minutos al abrigo de la luz. Valorar
el yodo liberado mediante una microbureta con una solución N/100 de -
tiosulfato de sodio en presencia de algunas gotas de solución estabiliza
da de almidón al 1 %.

Es necesario igualmente, hacer un blanco. - En un erlenmeyer-
de 100 ml, se introducen 2 ml de ácido clorhídrico concentrado, 20 ml
de agua destilada, 2 g de yoduro de potasio. Cerrar el erlenmeyer con
un tapón, agitar y dejar reposar en la oscuridad exactamente 30 minu-
tos. Añadir algunas gotas de una solución de almidón al 1 % y valorar
con tiosulfato de sodio N/100.

Esta valoración debe hacerse lentamente, ya que el viraje de azul a incoloro, se manifiesta gradualmente, con el riesgo de sobrepasar la valoración.

Cálculos.

c = Número de ml de tiosulfato de sodio N/100 empleados para la valoración del fierro.

d = Número de ml de tiosulfato de sodio N/100 empleados para la dosificación del blanco.

f = Factor de la solución de tiosulfato de sodio.

p = Peso de la lactosa.

El porcentaje de fierro en la lactosa será:

Mg de fierro en 100 mg de lactosa :

$$\frac{0,5585 \times (c-d) \times f \times 100}{p}$$

Existen también métodos colorimétricos para el cobre, pero estos métodos son igual de exactos y conducen a resultados concordantes con los del método yodométrico.

SOLUBILIDAD EN AGUA.

En agua fría. - Disolver una parte de lactosa con una parte de agua. Generalmente es necesario calentar al baño maría para disolverse, después enfriar. A temperatura ordinaria, la lactosa debe permanecer en solución.

En agua caliente, - Disolver una parte de lactosa con una parte -
de agua en ebullición. La lactosa debe permanecer disuelta totalmente -
en caliente. La lactosa, naturalmente, cristaliza cuando se enfría la so-
lución. (37)

MIEL DE ABEJA.

DETERMINACION DEL % DE AZUCARES REDUCTORES.

Fundamento.

Está basado en una titulación que se hace en el punto de ebullición para efectuar la reducción del licor de Fehling modificado por Soxhlet. — La solución que está hirviendo, contiene la solución de miel, el licor de Fehling y azul de metileno como indicador.

Para obtener una precisión en las titulaciones, es necesario que la reducción de estos azúcares, se haga a volumen constante, por lo que es necesario hacer una titulación preliminar, con el fin de determinar el volumen de agua necesario para la titulación.

Reactivos.

-Solución A. - Disolver 69.28 g de sulfato de cobre pentahidratado en agua destilada, completar a 1 litro y dejar reposar un día antes de la titulación.

-Solución B. - Disolver 346 g de tartrato de sodio y potasio tetrahidratado y 100 g de hidróxido de sodio en agua destilada; completar a 1 litro y filtrarla.

-Patrón de azúcar invertido. - Pesar con precisión 9.5 g de sacarosa y adicionar 5 ml de ácido clorhídrico concentrado y diluir con agua justo a 100 ml. Guardar la solución acidificada durante algunos días a temperatura ambiente y diluir a 1 litro. (La solución acidificada de azúcar inver

tido al 1 %, es estable durante 1 mes. Neutralizar un volúmen conveniente de esta solución con una de hidróxido de sodio 0,1 N, inmediatamente antes de usarla y diluirla a un valor de 2 g/litro para la determinación.)
-Solución de azul de metileno. - Disolver 2 g de azul de metileno en agua y diluir a 1 litro.

Miel líquida ó en pasta.

A. - La miel que trae gránulos, se debe licuar en un baño maría a una temperatura de 60-65°C y hacer una mezcla homogénea. Esta muestra ya no servirá para hacer la determinación del % de índice diastásico. Si la miel trae materias extrañas como por ejemplo, cera, se puede calentar en un baño maría a 40°C y filtrar en un embudo con una tela doble de gasa, calentando con circulación de agua,

Procedimiento.

B. - Pesar con precisión, 2 g de la muestra de miel homogénea, disolver con agua destilada y diluir a 200 ml en un matraz aforado (solución de miel).

Solución diluida de miel. - Diluir 50 ml de la solución de miel, a un volúmen de 100 ml en un matraz aforado.

Para probar la solución de Fehling modificada por Soxhlet, se ponen 5 ml de la solución A con 5 ml de la solución B y deberán reaccionar completamente con 0,05 g de azúcar invertido, contenida en un solución diluida de azúcar invertido en un volúmen de 25 ml (2g/l).

Titulación preliminar.

El volúmen total de los reactivos al final de la titulación por reducción, deberá de ser de 35 ml; este volúmen se obtiene por adición del volúmen conveniente de agua.

Es necesario hacer una titulación preliminar para establecer el volúmen de agua que se añade a la muestra a fin de lograr una reducción a volúmen constante. El volúmen de agua que se añade, se calcula restando de 25 ml, el volúmen de solución diluida de miel gastado en la titulación.

Introducir con un pipeta de 5 ml el mismo volúmen de Fehling A y 5 ml de solución B en un erlenmeyer de 250 ml, añadir 7 ml de agua destilada y 6 perlas de vidrio. Poner 10 ml de la solución diluida de miel (medidas con bureta), calentar la muestra justo a ebullición durante 2 minutos añadir 1 ml de solución acuosa de azul de metileno durante la ebullición y titular en un tiempo total de 3 minutos por medio de adiciones repetidas de la solución diluida de miel, (colocada en la bureta) justo a hasta la decoloración del indicador; es conveniente observar el color en el líquido sobrenadante, anotar el volúmen total de la solución de miel.

$\text{ml de H}_2\text{O} = 25 - \text{volúmen total de la solución diluida de miel.}$

Dosificación.

Introducir con una pipeta, 5 ml de la solución A de Fehling y 5 ml de la solución B de Fehling en un erlenmeyer de 250 ml (ó de 125), añadir el agua destilada (25-x) y 6 perlas de ebullición; adicionar con una bu

reta, el volúmen de solución diluida de miel determinada en la titulación anterior, menos 1,5 ml. Calentar la muestra a ebullición durante 2 minutos y adicionar 1 ml de azul de metileno y terminar la titulación en un tiempo total de 3 minutos como máximo, hasta la decoloración del indicador. Los resultados de las dosificaciones repetidas no deberán variar - de 0,1 ml.

Cálculos.
$$C = \frac{2000}{p \times v}$$

C = g de azúcar invertido por 100 g de la miel.

p = peso de la muestra de miel.

v = volúmen de la solución diluida de miel, usada en la titulación.

SACROSA APARENTE,

Reactivos.

- Lícor de Fehling modificado por Soxhlet.
- Solución patrón de azúcar invertido.
- Ácido clorhídrico 6,34 N.
- Solución de hidróxido de sodio 5 N.
- Solución de azul de metileno al 0,2 ‰.

Preparación de la muestra. - Se disuelven 2 g de miel en 200 ml de agua, (matraz aforado).

Se introducen 50 ml de la solución de miel en un matraz aforado de 100 ml que contenga 25 ml de agua destilada y se pone la solución a u

na temperatura de 65°C en un baño maría. Se adicionan 10 ml de ácido clorhídrico 6.34 N y se deja enfriar la solución a temperatura ambiente durante 15 minutos; después se pone a una temperatura de 20°C y se neutraliza con sosa 5 N, usando un papel tornasol como indicador. Se deja enfriar nuevamente y se afora a 100 ml.

Titulación. - La titulación es igual a la anterior, se hace la preliminar para obtener el volúmen de agua y después la final.

Cálculos,
$$C = \frac{2000}{p \times v}$$

5 de Sacarosa aparente = $\left(\frac{\% \text{ sacarosa aparente después de la inversión}}{\% \text{ sacarosa antes de la inversión}} \right) \times 0,95$

Los resultados se expresan en gramos de sacarosa aparente/100 gramos de miel.

AGUA.

Esta se determina refractométricamente. Se usa la muestra de miel que se preparó primero (la que se filtró sin ninguna dilución). Se determina a 20°C.

DETERMINACION GRAVIMETRICA DEL $\%$ DE MATERIAS INSOLUBLES EN AGUA.

La miel se prepara como se indica en el paso A, se pesan 20 g de miel y se disuelven con agua a 80°C, se pasa a un filtro a peso constante (que tenga una porosidad de 15-40 micrones) y se lava con agua a 80°C

hasta la eliminación de azúcares; se seca durante 1 hora a 135°C, se deja enfriar y se pesa. Se reporta en % de materias insolubles.

CENIZAS.

Pesar de 5-10 g de miel en una cápsula de platino ó de sílice tarada. Se pone a calcinar la muestra con unas gotas de aceite de olivo para evitar desbordamientos. Se puede usar una lámpara de infra-rojo para carbonizar la muestra antes de meterla a calcinar en la mufla en la mufla a 600°C. Las cenizas se sacan cuando están blancas, se dejan enfriar en el desecador y se pesan. Se reporta en % de cenizas.

ACIDEZ.

La muestra se prepara como en (A).

Reactivos.

-Hidróxido de sodio 0.1 N.

-Agua destilada hervida.

Se pesan 10 g de la muestra con precisión y se disuelven en 75 ml de agua destilada hervida. Se hace la titulación con fenolftaleína ó en el potenciómetro. Se neutraliza la muestra con hidróxido de potasio hasta que el vire de la fenolftaleína dure 10 segundos.

Cálculos.

Se expresa en miliequivalentes de NaOH/Kg de miel.

$$\text{Acidez} = 10 \times v$$

v = Número de mililitros de NaOH 0.1 N, usados para la neutralización de 10 g de miel.

INDICE DIASTASICO.

Reactivos.

-Solución concentrada de yodo. - Disolver 8,8 g de yodo en 30-40 ml de agua, conteniendo 22 g de yoduro de potasio y diluir a 1 litro con agua.

-Solución de yodo 0,0007 N. - Disolver 20 g de yoduro de potasio en 30-40 ml de agua en un matraz aforado de 500 ml, añadir 5 ml de la solución concentrada de yodo y aforar. Preparar esta solución cada vez que se use (solo durante 2 días).

-Solución de acetato, pH = 5,3 (1.59 M). - Disolver 87 g de acetato de sodio trihidratado (52,46 g anhidro) en 400 ml de agua; añadir 10,5 ml de ácido acético gálcial y poner agua hasta un volumen de 500 ml y ajustar el pH a 5,3 con solución de acetato de sodio ó con ácido acético en un potenciómetro.

-Solución de cloruro de sodio. - 14,5 g de cloruro de sodio en agua destilada (recién hervida) y completar el volumen a 500 ml. La conservación de esta solución, no es por mucho tiempo.

-Engrudo de almidón. - Usar almidón, cuyo índice de azulamiento esté entre 0,5 - 0,55 para una cuba de 1 cm. Se determina en la forma siguiente:

Pesar el equivalente a 2 g de almidón anhidro + 90 ml de agua, llevar a ebullición agitando la solución. Dejar hervir durante 3 minutos, cubrir y dejar enfriar a temperatura ambiente. Poner el contenido en un matraz aforado de 100 ml y aforar a 40°C (no se afora hasta saber la de-

terminación del engrudo de almidón.)

Métodos de la determinación del índice de azulamiento.

Se disuelve la cantidad equivalente a 1 g de almidón anhidro como se indicó antes. Se enfría y se ponen 2.5 ml de solución amortiguadora de acetato antes de aforar a 100 ml.

En un matraz aforado de 100 ml, se ponen 75 ml de agua y 1 ml de ácido clorhídrico 1 N y 1.5 ml de solución de yodo 0.02 N. Añadir 0.5 ml del engrudo de almidón y aforar con agua, dejar reposar una hora en la oscuridad y hacer la lectura en una cuba de 1 cm a 660 nm a 20°C y comparar con un blanco preparado en la misma forma, pero sin engrudo de almidón. La lectura en la escala de absorción, es igual al índice de azulamiento.

Procedimiento.

Solución de miel. - Pesar 10 g de miel en un vaso de 50 ml y poner 5 ml de solución amortiguadora de acetato y 20 ml de agua para disolver la muestra. (Disolver en frío).

Poner 3 ml de la solución de cloruro de sodio en un matraz aforado de 50 ml y pasar a éste la miel disuelta y aforar.

Nota. - Es indispensable que la miel tenga la solución amortiguadora antes que el cloruro de sodio.

Determinación del engrudo de almidón. - Calentar el engrudo de almidón

a 40°C e introducir 5 ml de esta solución en 10 ml de agua a 40°C y mezclar. Pasar 1 ml de esta solución en 10 ml de una solución de yodo 0.007 N, diluir con 35 ml de agua, mezclar y leer a color visible a 660 nm, usando un blanco de agua. La absorción deberá ser de 0.760 ± 0.02 , si no añadir agua (al engrudo de almidón) para obtener la lectura correcta.

Determinación de la absorción.

Poner 10 ml de la solución de miel en un cilindro graduado de 50 ml, colocar el vaso y el matraz con el engrudo de almidón en un baño a 40°C, al término de 15 minutos, poner 5 ml de la solución de engrudo de almidón en la solución de miel y mezclar; poner un cronómetro que marque el tiempo. Sacar unas fracciones de 1 ml cada 5 minutos y poner 12 ml de la solución de yodo 0.0007 N, mezclar y diluir hasta 50 ml. Determinar la absorción a 660 nm inmediatamente y proseguir sacando fracciones de 1 ml a intervalos regulares, hasta que la absorción se haga inferior a 0.235. Graficar estos valores en una gráfica de: Absorción — contra tiempo.

Determinar el tiempo (QI), necesario para que la mezcla alcance un valor de la absorción de 0.235.

$$\text{Índice diastásico} = \frac{300}{(QI)}$$

(1) (2) (3) (4) (5) (6) (7) (8) (9) (10) (11)

ACEITE DE MANTEQUILLA.

DETERMINACION DE LA GRASA.

Método butirométrico Roeder.

Aparatos.

-Butirómetro Roeder de doble abertura con graduación de 70 a 90, provisto de un recipiente de vidrio especial, en el cual se pesa la muestra. Este recipiente tiene en su parte inferior, un tallo que sirve para fijarlo a una tapa de hule.

Reactivos.

-Acido sulfúrico (1.520-1.525): Medir un volumen de ácido concentrado y agregar cuidadosamente a un volumen de agua destilada.

Verificar el peso específico después de enfriar la mezcla a 20°C.

-Alcohol amílico de peso específico 0.815 y punto de ebullición de 128-138°C, exento de grasa, furfural ó cualquier otra sustancia que pueda aparecer en la columna de grasa después de la centrifugación.

Tarar el recipiente de vidrio del butirómetro (con la tapa de hule) y en él pesar 5 g de la muestra exactamente.

Adaptar el recipiente al butirómetro fijándolo bien por medio de la tapa de hule; en seguida, medir con una pipeta 17.5 ml de ácido sulfúrico y pasarlo al butirómetro echándolo con cuidado por la boca más angosta. Cerrar el butirómetro y calentarlo a baño maría a 80-85°C has

ta que la muestra quede completamente disuelta. Agitar ligeramente y agregar 1 ml de alcohol amílico, vaciándolo por la boca más angosta y cerrar fuertemente el butirómetro. Con las precauciones debidas en el caso, agitar el butirómetro en la palma de la mano, haciendo ligeros movimientos de un lado para otro. Observar bien si toda la mezcla está homogénea y calentar en baño maría durante 10 minutos, agitando el butirómetro de vez en cuando.

Antes de centrifugar, verificar si la capa de grasa sobrenadante se encuentra enteramente en la escala del butirómetro. Si esto no ocurre, hacer subir el nivel elevando la tapa de la boca más ancha; si todavía esa medida no resulta eficaz, agregar ácido sulfúrico gota a gota — por la boca más angosta, hasta que la columna de grasa quede completamente recubierta por la escala. Centrifugar a 1000 rpm durante 10 minutos, colocando la parte ensanchada hacia el exterior de la centrifuga. Calentar en baño maría a 65°C (temperatura medida exactamente), teniendo el cuidado de que toda la escala del butirómetro quede completamente sumergida. Después de 10 minutos, hacer la lectura de la manera común y corriente.

Controlar el resultado obtenido, colocando el butirómetro, una vez más en el baño maría por algunos instantes, repitiendo la lectura.

Limpieza del butirómetro. - Mientras el butirómetro se encuentra aun caliente, vaciar su contenido en un vaso especial para recibir la mezcla

ácida y lavar el butirómetro con agua caliente, empleando un cepillo especial y finalmente lavarlo abundantemente con agua caliente y después secarlas al aire (no en estufa).

ACIDEZ.

Reactivos.

- Solvente. - Mezclar un volumen de alcohol etílico (96 %) con un volumen de éter etílico. En el momento de utilizarlo, neutralizar con algunas gotas de hidróxido de sodio 0,1 N, empleando fenolftaleína como indicador.
- Solución alcohólica de fenolftaleína al 2 % neutralizada.
- Solución de hidróxido de sodio 0,1 N.

Procedimiento.

Pesar con exactitud, 5 g de la grasa de mantequilla y pasar a un matraz erlenmeyer de 250 ml. Adicionar 150 ml de solvente y calentar moderadamente (en baño maría ó placa de calentamiento) hasta que toda la grasa quede disuelta. Agregar algunas gotas de la solución de fenolftaleína y titular con hidróxido de sodio 0,1 N hasta coloración rosa claro persistente.

Cálculos. $^{\circ}\text{SH} = \text{ml de NaOH } 0,1 \text{ N} \times 8$

Grado de acidez = ml de NaOH 0,1 N x 2

Definiciones. $^{\circ}\text{SH}$ (Saxhlet-Henkel), es el número de ml de NaOH 0,25 para neutralizar 100 g de la grasa.

1 ml de NaOH 0,25 N = 2,5 ml de NaOH 0,1 N y 1 ml de NaOH 0,1 N =

0.4 ml de NaOH 0.25 N.

Grado de acidez, es el número de ml de NaOH para neutralizar 100 g de la grasa.

INDICE DE PEROXIDO.

Reactivos.

- Solvente constituido de una mezcla de ácido acético glacial y cloroformo en la proporción 3:2 en volumen.
- Solución saturada de yoduro de potasio. - Disolver 14 g de yoduro de potasio en 10 ml de agua destilada recién hervida.
- Solución de tiosulfato de sodio 0.01 N recién preparada.
- Solución estabilizada de almidón al 1%. - Mezclar 5 g de almidón con 5 ml de agua. Agregar la pasta resultante a una solución de 140 g de cloruro de sodio en 375 ml de agua. Calentar hasta ebullición y dejar hervir por 2-3 minutos. Enfriar, completar el volumen a 500 ml y filtrar.

Procedimiento.

Pesar con exactitud, 1 g de la grasa bien homogenizada y pasar al matraz bola con tapón esmerilado. Agregar 10 ml de la mezcla ácida y agitar hasta que la grasa se disuelva completamente. (En caso de difícil disolución en frío, calentar en baño maría tibia).

A la disolución fría, agregar 0.2 ml de la solución de yoduro de potasio, empleando una bureta marrón (no usar pipeta). Agitar con la mano durante 1 minuto exactamente (emplear un cronómetro).

Añadir 20 ml de agua, 0.5 ml de la solución de almidón y titular inmediatamente con la solución de tiosulfato 0.01 N.

En separado, hacer un ensayo en blanco con las mismas cantidades de solvente, agua y reactivos, pero sin la grasa.

Cálculos.

$$\text{INDICE DE PEROXIDO} = \frac{(a - b) \times 5}{p}$$

a = ml de tiosulfato de sodio 0.01 N para la titulación de la muestra.

b = ml de tiosulfato de sodio 0.01 N para el ensayo en blanco.

p = peso de la muestra.

5 = factor para convertir la solución 0.01 N en 0.002 N.

Definición: El índice de peróxido es el número de ml de una solución de tiosulfato de sodio 0.002 N equivalente a la cantidad de yodo liberado por 1 g de grasa.

Observación. - Siendo la determinación del índice de peróxido, un método yodométrico, es menester evitar trabajar en la luz solar. La solución de yoduro de potasio es especialmente sensible a la luz, razón por la cual se utiliza una bureta marrón.

INDICE DEL ACIDO TICBARBITURICO.

Material.

-Aparato de destilación por arrastre de vapor de agua.

-Probeta graduada de 25 ml.

- Tubos de ensaye Pyrex, aproximadamente 200 x 25 mm.
- Baño maría.
- Espectrofotómetro.
- Pipetas graduadas de 5 ml.
- Matraz ambar volumétrico de 50 ml.

Reactivos.

- Ácido clorhídrico concentrado.
- Ácido acético glacial.
- Ácido 2-tioarbitúrico. - Debe tener el aspecto de polvo blanco y guardarse perfectamente al abrigo de la luz.
- Reactivo TBA. - Prepararlo recientemente antes de usarlo. Pesar 0.335 del ácido 2-tioarbitúrico en balanza analítica y pasarlos a un matraz aforado ambar de 50 ml y agregar unos 35 ml de ácido acético glacial, calentar sobre una baño maría hirviendo durante algunos minutos, retirar, añadir 1 ml de ácido clorhídrico concentrado, enfriar y enrasar con ácido acético glacial. Filtrar la solución final y conservarla al abrigo de la luz.
- Ácido clorhídrico 3 N. - Diluir 25 ml de ácido clorhídrico concentrado a 100 ml en un matraz aforado.
- Nitrato de cobalto hexahidratado $(Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)$.

Procedimiento.

Pesar en el aparato de destilación, 50 g de aceite de mantequilla y añadir 4 ml de ácido clorhídrico 3 N.

Hacer circular durante algunos minutos el vapor, por el aparato de destilación, manteniendo la llave de regulación abierta. Introducir el tubo con la grasa, conectar el refrigerante y cerrar la llave. Regular la velocidad de arrastre de manera, que se recojan en una probeta graduada, 20 ml de destilado en 4 minutos.

Si se desean realizar varias determinaciones, puede dejarse reposar el destilado y desarrollar el color simultáneamente en varias muestras.

Transvasar los destilados en tubos de ensaye (200 x 25 mm). Poner también un tubo con 20 ml de agua destilada que servirá como blanco. Agregarles 2 ml de reactivo "TBA" y sumergirlos durante 35 minutos exactamente en un baño maría hirviendo.

Después del calentamiento, enfriar con agua corriente a la temperatura ambiente, pasar a la celda del espectro y medir la densidad óptica contra el blanco a una longitud de onda de 530 nm. Con las lecturas obtenidas, encontrar en la curva estándar el índice de TBA correspondiente o reportar simplemente la densidad óptica.

Curva estándar.

La curva estándar se prepara mediante una solución de nitrato de cobalto, empleando agua destilada como referencia.

Solución de nitrato de cobalto. - Pesar exactamente 20 g de nitrato de cobalto. Disolverlos en un poco de agua, transvasarlos a un matraz aforado de

100 ml y enrasar a 20°C con agua destilada.

| ml de sol. de Cobalto | ml de H ₂ O | I. de TBA | Densidad óptica a 530 nm | |
|-----------------------|------------------------|-----------|--------------------------|---|
| 0 | + | 20.0 | 0.00 | — |
| 0.1 | + | 19.9 | 0.05 | — |
| 0.2 | + | 19.8 | 0.10 | — |
| 0.3 | + | 19.7 | 0.15 | — |
| 0.4 | + | 19.6 | 0.20 | — |
| 0.5 | + | 19.5 | 0.25 | — |
| 0.6 | + | 19.4 | 0.30 | — |
| 0.7 | + | 19.3 | 0.35 | — |
| 0.8 | + | 19.2 | 0.40 | — |
| 0.9 | + | 19.1 | 0.45 | — |

Trazar una gráfica de densidad óptica contra Índice de TBA.

Si la muestra de una solución muy coloreada, se parte de una muestra más pequeña y se hace la relación a 50 g.

DETERMINACION DE AGUA

Se sigue la técnica del método de Karl-Fischer (Pag. No.), por disolviendo la muestra en 20 ml de cloroformo, además del metanol.

(36)

ACEITE DE MAIZ Y ALGODON.

INDICE DE YODO.

El valor del índice de yodo, es una medida de la insaturación de la grasa y es expresado como el número de gramos de yodo absorbido, bajo condiciones prescritas por 100 g de la sustancia de prueba.

Método de Hanus.

Reactivos.

-Iodo-bromuro. - Disolver 13,615 g de yodo en 825 ml de ácido acético glacial que no muestre reducción con dicromato y ácido sulfúrico. Enfrir y titular 25 ml de la solución con tiosulfato de sodio 0,1 N. Registrar el volumen requerido como B. Preparar otra solución que contenga 3 ml (alrededor de 9 g) de bromo en 200 ml de ácido acético glacial. A 5 ml de esta solución, agregar 10 ml de yoduro de potasio (grado reactivo) y titular con tiosulfato de sodio 0,1 N, registrando el volumen requerido como C. Calcular la cantidad A de la solución de bromo requerida para el doble halógeno contenido de los 800 ml restantes de la solución de yodo por la fórmula $800/5C$. Mezclar el volumen calculado A de la solución de bromo con la solución de yodo y ponerlo en frasco al abrigo de la luz.

Procedimiento.

Pesar exactamente la cantidad de muestra especificada para cada materia prima, trasvasarla a un matraz de yodo y disolverla con 10 ml de cloroformo. Agregar 25 ml de la solución de yodo-bromo, tapar el -

matraz y dejar estar en la oscuridad exactamente por 30 minutos. Agregar 30 ml de yoduro de potasio al 15 % y enseguida 100 ml de agua destilada y titular el yodo liberado con tiosulfato de sodio 0,1 N, agitando fuertemente despues de cada adición. Cuando el color del yodo al amarillo paja, agregar 1 ml de almidón al 1 % y continuar la titulación hasta que el color azul sea descargado.

Hacer una determinación en blanco y calcular el valor de yodo por la fórmula:

$$(B - S) \times 12.69 N/p$$

(B - S) = Representa la diferencia entre los volúmenes de tiosulfato de sodio 0,1 N utilizados por el blanco y la muestra.

N = La normalidad exacta de la solución de tiosulfato de sodio 0,1 N.

p = El peso de la muestra.

INDICE DE SAPONIFICACION.

El valor de saponificación, se define como el número de miligramos de hidróxido de potasio, necesarios para neutralizar los ácidos libres y saponificar los ésteres en 1 g de sustancia.

Procedimiento.

Fundir la muestra si es necesario y filtrarla a través de un filtro de papel seco para remover cualquier trozo de humedad, si no, directamente pesar en un matraz de 250 ml, una muestra tal, que la titulación de la solución de la muestra, despues de la saponificación requiera

entre 45 y 55 % del volumen de ácido clorhídrico 0,5 N. Conectar a un condensador de aire de 65 cm de longitud al matraz, y reflujar hasta que la muestra esté completamente saponificada (usualmente de 30 minutos a 1 hora). Enfriar ligeramente y lavar el condensador con pocos ml de agua, agregar 1 ml de fenolftaleína (grado reactivo) y titular el exceso de hidróxido de potasio con ácido clorhídrico 0,5 N. Calentar el contenido del matraz a ebullición otra vez y titular hasta la desaparición del color rosa que se desarrolló y finalmente registrar el volumen total de ácido requerido.

Hacer una determinación en blanco, usando la misma cantidad de hidróxido de potasio alcohólico 0,5 N.

Calcular el valor de la saponificación, por la fórmula:

$$56.1 (B - S) N/W$$

(B - S) = La diferencia entre los volúmenes de ácido clorhídrico 0,5 N, utilizados para el blanco y la muestra, respectivamente.

N = Normalidad del ácido clorhídrico.

W = Peso en gramos de la muestra tomada.

MATERIA INSAPONIFICABLE.

Este procedimiento se aplica a sustancias que frecuentemente están disueltas en los materiales grasos, los cuales no pueden ser saponificados por hidróxidos alcalinos, pero que son solubles en solventes de grasas ordinarios.

Procedimiento.

Pesar exactamente alrededor de 5 g de la muestra, en un matraz de 250 ml y agregar una solución hecha por 2 g de hidróxido de potasio en 40 ml de alcohol y hervir bajo un condensador de reflujo por una hora ó hasta que la saponificación sea completa. Transvasar el contenido del matraz a un cilindro graduado con tapa, para extracción (aproximadamente de 30 cm de longitud por 3.5 cm de diámetro). Lavar el matraz con suficiente alcohol para hacer un volumen de 40 ml en el cilindro y completar la transferencia con agua tibia y enfriar hasta que el volumen sea de 80 ml. Finalmente lavar el matraz con unos cuantos mililitros de eter de petróleo y agregar los lavados al cilindro. Enfriar el contenido a temperatura ambiente y agregar 50 ml de eter de petróleo, ponerle el tapón y agitar el cilindro fuertemente durante 1 minuto. Destapar y dejar que se separen las capas. Sifonear la capa superior y colectarla a un embudo de separación de 500 ml. Repetir la extracción y separación, 6 veces cada una, con 50 ml de eter de petróleo, agitando vigorosamente. Lavar los extractos combinados con porciones de 25 ml de alcohol al 10 %, hasta que el agua de lavado sea neutral a la fenolftaleína y descargar los lavados. Transferir el extracto etéreo a un matraz tarado y lavar el embudo con 10 ml de eter, agregando los líquidos de lavado al matraz. Evaporar el eter en un baño de vapor a sequedad y secar el residuo a peso constante, de preferencia a 75°C a presión no mayor de 200 mm de mercurio. Enfriar en un desecador y pesar para obtener el peso de la materia insaponificable.

Determinar la cantidad de ácidos grasos en el residuo, como sigue: Disolver el residuo en 50 ml de alcohol caliente (que tenga fenoltaleína) y previamente neutralizado con hidróxido de sodio 0,02 N a ligero color rosa, y titular con hidróxido de sodio 0,02 N al mismo color.

Cada ml de hidróxido de sodio 0,02 N, es equivalente a 5,659 mg de ácidos grasos, calculados como ácido oléico.

Sustraer el peso de los ácidos grasos del peso del residuo, para obtener el peso correcto de la materia insaponificable en la muestra.

VALORACION DE ACETILO.

El valor de acetoilo, se define como el número de mg de hidróxido de potasio, necesarios para neutralizar el ácido acético obtenido por saponificación de 1 g de muestra acetilada.

Acetilación.

Hervir 50 ml de aceite ó grasa fundida con 50 ml de anhídrido acético recién destilado durante 2 horas bajo un condensador de reflujo. Poner la mezcla dentro dentro de un matraz que contenga 500 ml de agua y hervir por 15 minutos, burbujeando con una corriente de nitrógeno ó de dióxido de carbono a través de la mezcla, para evitar que se proyecte. Enfriar ligeramente, agitar el agua y adicionar otros 500 ml de agua; remover el agua nuevamente; la solución debe ser neutra al papel tornasol. -- Transferir la grasa acetilada a un embudo de separación y lavar 2 veces con porciones de 200 ml de agua tibia, separando cada vez lo más posible

el agua de lavado. Transvasar la muestra ya lavada a un matraz, agregar 5 g de sulfato de sodio anhidro y dejarlo reposar durante 1 hora, agitando ocasionalmente, para secar la muestra. Filtrar el aceite, a través de un filtro de papel seco, de preferencia en un horno a 100°C y dejar el aceite hasta que esté seco. El producto acetilado, debe ser un aceite claro y brillante.

Saponificación.

Pesar exactamente de 2 a 2.5 g de cada uno de los aceites acetilados y del original e introducirlos en unos matraces. Agregar a cada matraz 25 ml de hidróxido de potasio alcohólico y continuar como en la descripción del valor de saponificación, pero en un condensador de aire. Registrar los valores de la muestra como tal, "S" y del aceite acetilado como S' y calcular el valor de aceto de la muestra, como:

$$(S' - S)/(1000 - 0.00075 (S)).$$

VALOR DE RICHERT-MEISSL.

El valor de Richert-Meissl, es una medida de los ácidos grasos solubles, principalmente butírico y capríco. Está expresado en términos del número de mililitros de hidróxido de sodio 0.1 N, necesarios para neutralizar los ácidos grasos obtenidos de una muestra de 5 g sometida a condiciones especiales.

Reactivos.

-Solución de hidróxido de sodio, - Preparar una solución que contenga 50 -

% de hidróxido de sodio. Protegerla del contacto con dióxido de carbono, - dejar que la solución aclare y usar solo el líquido claro.

-Mezcla de hidróxido de sodio y glicerina. - Agregar 20 ml de la solución de hidróxido de sodio, en 180 ml de glicerina.

Procedimiento.

Pesar exactamente 5 g de muestra fundida si es necesario, dentro de un matraz de destilación de 300 ml. Agregar 20 ml de la mezcla de hidróxido de sodio con glicerina y calentar hasta que la muestra esté completamente saponificada (solución clara). Agitar el matraz, agregar 135 ml de agua fría recién hervida gota a gota para evitar la formación de espuma; entonces agregar, 6 ml de ácido sulfúrico diluido 1:5 y unos trozos de piedra pomez ó sílice. Apoyar el matraz en una base de asbesto (ó canasta de calentamiento) y regular la destilación, de manera que se recolecten 110 ml en 32 minutos, controlando que la temperatura no pase de 20°C. Después, estos, en un matraz, se sumergen por 15 minutos en un baño de agua a 15°C.

Filtrar el destilado a través de un filtro de papel seco, agregar fenolftaleína y titular 100 ml del filtrado con hidróxido de sodio 0,1 N, hasta que la aparición del color rosa, permanezca de 2 a 3 minutos. Hacer una determinación en blanco, usando la misma cantidad de reactivos.

Cálculos. $1,1 (S - B)$

S = Volúmen de hidróxido de sodio 0,1 N, gastados en la muestra.

B = Volúmen de hidróxido de sodio 0,1 N, gastados en el blanco.

PESO ESPECIFICO.

El peso específico de una grasa ó aceite, se determina a 25°C, excepto cuando la grasa está sólida a esa temperatura y entonces, se realizará a otra especificada.

Procedimiento.

Llenar el picnómetro limpio con agua hervida fría y llevarlo a una temperatura de 25°C, después de 30 minutos de ajustado el nivel de agua, tapar el picnómetro y pesar. Pesarse también el picnómetro vacío y seco.

Filtrar el aceite ó la muestra fundida, para eliminar las impurezas y las trazas de humedad y enfriarla a unos grados menos de la temperatura de la determinación. Llenar el picnómetro con la muestra y ponerlo a temperatura constante. Después de 30 minutos, ajustar el nivel del aceite, taparlo y pesarlo exactamente a 25°C. (36)

Restar el peso del picnómetro vacío del peso del picnómetro lleno con la muestra y dividir la diferencia por el peso del agua a 25°C. La cantidad resultante, es el peso específico a la temperatura de observación, referida al agua a 25°C.

INDICE DE REFRACCION.

El índice de refracción de una sustancia translúcida, es la relación del valor de la velocidad de la luz en el aire, a la velocidad en el material, bajo ciertas condiciones.

Es igual a la relación del seno del ángulo de incidencia del rayo -

de luz en el aire, sobre el seno del ángulo de refracción hecho por el rayo en el material de prueba.

Los valores de refracción más conocidos, son los de la línea D de sodio (589 nm).

La determinación puede ser realizada a una temperatura específica ó a 25°C, si no la específica la norma.

Esta constante física, es una identificación de sustancias ó también sirve para la detección de impurezas en aceites volátiles y otras sustancias.

El método consiste en poner una gota del material a examinar en el aparato y ajustar en el campo observado el punto de cruce de las líneas en la división del campo. (36)

LECITINA DE SOYA.

Reacciones de identificación.

ACIDOS GRASOS.

Saponifíquese 1 g de lecitina con 10 ml de solución alcohólica de hidróxido de potasio al 10 %, por calentamiento a reflujo, durante 30 minutos en un baño maría hirviente. Evapórese el alcohol, añádanse 10 ml de agua, seguidos de ácido nítrico al 10 % hasta reacción ligeramente ácida. Filtrese a través de un filtro plisado y enjuáguese con agua destilada hasta desaparición de la reacción ácida. Recójase el filtrado y las aguas de lavado en un vaso para la investigación del fósforo. Disuélvanse los ácidos grasos que quedan sobre el filtro en 25 ml de éter etílico, añádanse 25 ml de alcohol etílico, previamente neutralizado y valórese la solución, con una de hidróxido de sodio 0,1 N. Como indicador, la fenolftaleína. El consumo de hidróxido de sodio, debe ser de unos 20 ml.

FOSFORO.

Concéntrase el filtrado recogido a unos 20 ml. Tómense 2 ml de este concentrado y añádanse 1 g de nitrato de amonio y 2 ml de una solución de molibdato de amonio al 15 %. Acidifíquese con 1 ml de ácido nítrico concentrado y llévase a ebullición. Un precipitado amarillo, indica la presencia de fósforo.

ARSENICO.

Se sigue el proceso general, para los compuestos orgánicos. (pag. No. 81).

PLOMO.

También, se sigue el método general, pero a partir de las cenizas destruidas por la vía sulfonítrica. (pag. No.57).

HUMEDAD.

La determinación de la humedad, se realiza por el método de Karl-Fischer, pero utilizando como solvente, cloroformo (20 ml) y metanol (4).

MATERIA INSOLUBLE EN TOLUENO. (Arena, harina, etc.)

Procedimiento.

Pésense aproximadamente unos 10 g de la muestra bien mezclada en un matraz erlenmeyer de 250 ml con cuello esmerilado. Añádanse — 100 ml de tolueno, tápese y agítese hasta disolución. Filtrese a través de un filtro de vidrio poroso G 3, previamente secado durante 1 hora a 105°C, enfriado en un desecador y pesado (A). Lávese 2 veces el matraz con porciones de 25 ml de tolueno y pásese cada vez a través del filtro.

Póngase el embudo cilíndrico filtrante en una estufa ventilada durante 1 hora a 105°C. Enfréese a temperatura ambiente en el desecador y péase (B).

$$\% \text{ de materia insoluble en tolueno} = \frac{(B - A) \times 100}{m}$$

donde m, es el peso de la toma de ensayo (m) .

MATERIA INSOLUBLE EN ACETONA.

Definición.

La materia insoluble en acetona, representa la fracción de la lecitina pura en la lecitina comercial.

Procedimiento.

Pésense con exactitud aproximadamente 2 g de la muestra bien mezclada, en un tubo de tubo de centrífuga, provisto de una varilla de vidrio, previamente secado a 105°C durante 1 hora, enfriado en un desecador y pesado con la varilla. (A)

Añádase mediante una bureta, 15 ml de acetona. Caléntese en un baño maría hasta ablandamiento de la lecitina, evitando la evaporación de la acetona. Remuévase hasta desagregación y dispersión completa de la masa. Póngase en un baño de hielo + agua y enfríese durante 5 minutos.

Sáquese el tubo del baño, añádase aproximadamente la mitad — del volúmen final necesario de acetona fría (0-5°C). Remuévase bien — hasta dispersión completa de las partículas que quedan. Enrásese a 40 ml con acetona fría y póngase otra vez el tubo en el baño a 0-5°C durante 15 minutos. Después de este tiempo, remuévase otra vez, sin sacar el tubo del baño frío. Sáquese la varilla y póngala verticalmente en un soporte conveniente, la extremidad inferior dirigida hacia arriba. Centrifúguese el tubo inmediatamente a aproximadamente 2000 rpm durante 5 minutos. Decántese el líquido que sobrenada. Desagréguese el depósito de centrifugación con la varilla asignada y enrásese a 40 ml con

acetona fría (0-5°C). Remuévase bien y reptase desde (*).

Después de la segunda centrifugación, decántese y desmenúcese el depósito de centrifugación con la varilla asignada. Póngase el cubo horizontalmente, a temperatura ambiente para dejar evaporar el exceso de acetona. Remuévase otra vez y séquese el tubo y su contenido (con la varilla incluida) a 105°C durante 45 minutos en una estufa ventilada. Enfréscase a temperatura ambiente en un desecador con sílica-gel fresca y pésese inmediatamente. (B)

Cálculos.

$$\% \text{ de materia insoluble en acetona} = \frac{(B - A) \times 100}{m} - C$$

A = Peso del tubo + la varilla.

B = Peso del tubo + la varilla + residuo insoluble.

m = Peso de la muestra.

C = % de materia insoluble en tolueno. (obtenida en el análisis anterior).

INDICE DE ACIDO,

Definición. - El índice de ácido, es la cantidad de mg de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar los ácidos orgánicos libres, presentes en 1 g de lecitina.

Reactivos.

-Solución metanólica de hidróxido de potasio 0,5 N. - Disuélvase aproximadamente 34 g de hidróxido de potasio en metanol, agitando y calentando.

do ligeramente en el baño maría. Enfríese a 20°C y enrásese a 1000 ml con metanol. Cíerrese herméticamente con un tapón de teflón y déjese reposar al abrigo de la luz, al menos durante 24 horas. Seguidamente decántese la solución, que debe ser incolora y límpida, a un frasco de vidrio marrón con tapón de teflón.

Determínese la concentración exacta de la solución, cada vez, antes del empleo, por valoración de 25 ml de ácido clorhídrico 0.5 N + 50 ml de agua destilada; recién hervida ó desionizada + 2 gotas de solución de fenolftaleína con la solución metanólica de KOH, hasta obtener una ligera coloración rosa persistente.

-Solución al 1 % de fenolftaleína en etanol al 95 %, neutralizado.

-Solución de ácido clorhídrico 0.5 N.

-Etanol al 95 %.

Procedimiento.

Pésense aproximadamente 2 g de la muestra bien mezclada, en un matraz cónico de 250 ml. Añádanse 50 ml de eter de petróleo y disuélvase agitando suavemente. Entonces, agréguese 50 ml de alcohol neutralizado, 4 gotas de solución de fenolftaleína y mézclese. Valórese agitando, con hidróxido de potasio metanólico 0.5 N, hasta obtener una coloración rosa que persista durante 5 segundos.

Cálculos.

$$\text{mg de KOH/g de lecitina} = \frac{a \times f \times 28.05}{m}$$

a = ml de KOH 0,5 N utilizados.

f = Factor de corrección de la solución de KOH 0,5 N.

m = Toma de muestra en gramos.

Notas. - Se puede valorar con KOH etanólica o incluso con una solución acuosa de NaOH 0,1 N, pero entonces, especialmente en el segundo caso, el viraje es menos neto.

El uso de metanol en lugar de etanol, para la solución de KOH - 0,5 N, representa una simplificación. El etanol debería ser purificado de toda traza de aldehído y luego destilado, mientras que el metanol, puede utilizarse tal cual.

INDICE DE PERÓXIDO (según Wheeler).

Definición. - El índice de peróxido, expresa los miliequivalentes de oxígeno peroxídico medidos en 1000 ml de muestra.

Principio.

El oxígeno de peróxido, oxida el yoduro de potasio y libera el yodo valorable.

Reactivos.

-Yoduro de potasio (KI) en solución saturada. - Disolver 14 g de yoduro de potasio en 10 ml de agua destilada recién hervida. Prepárese cada vez antes de usarlo.

-Solución de tiosulfato de sodio 0,01 N preparada antes de cada empleo.

-Solución de almidón al 1%. - Como se prepara comúnmente.

Procedimiento.

Pésense exactamente alrededor de 5 g de la muestra bien mezclada, en un matraz cónico de 250 ml con tapón esmerilado. Añádanse 12 ml de cloroformo y disuélvase la lecitina. Agréguese entonces, 18 ml de ácido acético glacial y mézclese.

Con una microbureta de vidrio marrón, agréguese 0,5 ml de solución saturada de yoduro de potasio a la solución de lecitina. Ciérrase inmediatamente el matraz, póngase el cronómetro en marcha y agítase fuertemente durante 1 minuto. Añádase enseguida 30 ml de agua destilada, 1 ml de solución de almidón y volórese inmediatamente con la solución 0,01 N de tiosulfato de sodio hasta que desaparezca la coloración azul-violeta.

Ensayo en blanco. - De la misma manera, pero sin lecitina, efectúese un ensayo en blanco. El resultado de este ensayo debe ser cero, si el material de vidrio y los reactivos están en buen estado.

Cálculos.

$$\text{Índice de peróxido} = \frac{(a - b) \times 10}{m} = \text{meq de O/1000 g.}$$

a = ml de tiosulfato de sodio 0.01 N, consumidos por la muestra.

b = ml de tiosulfato 0.01 N, consumidos por el ensayo en blanco.

m = Peso de la muestra.

VISCOSIDAD.

La lecitina fluida está sometida a una norma de viscosidad máxima.

Cuando la lecitina es visiblemente muy fluida, no hace falta medir la viscosidad.

En caso de duda, mézase la viscosidad en centipoises, mediante un viscosímetro, por ejemplo, el de Brookfield ó de Haake, según el modo de empleo del aparato utilizado

Volumen de muestra necesario : mínimo 400 ml.

Se puede igualmente, medir la viscosidad con un viscosímetro - Mac Michael a 49°C, con un hilo No. 26, cilindro de 2 cm de diámetro, - inmersión de 3 cm y velocidad de 15 rpm. En este caso, la viscosidad se expresa en grados Mac Michael, en las condiciones de medida.

(15) (25) (34)

SACARATO DE FIERRO.

IDENTIFICACION.

Prueba de fierro trivalente, (pag. No.77).

Sacarosa. - Disolver 1 g de muestra en 10 ml de agua y con 10 gotas de ácido clorhídrico concentrado. Calentar hasta obtener una solución amarilla clara límpida. Enfriar, añadir 10 gotas de hidróxido de sodio al 30 % (hasta reacción alcalina). Entonces, agregar 2 ml de solución de Fehling II (tartrato de sodio y potasio). Calentar a ebullición. Un precipitado rojo, indica la presencia de sacarosa.

ARSENICO.

Seguir el método general (pag. No. 81), pero disolviendo la muestra en 10 ml de ácido clorhídrico concentrado + agua y 1 g de ácido cítrico. Calentar suavemente, hasta que la solución se ponga cristalina.

PLOMO.

Disolver 1 g de muestra en 5 ml de ácido clorhídrico 6 N, calentar suavemente en baño maría. Enfriar, añadir 1 g de ácido ascórbico, transvasarlo al embudo de separación y seguir el método general (pag. No. 87).

DETRMINACION DEL FIERRO.:

Introducir en un matraz erlenmeyer de 250 ml con tapón esmerilado, aproximadamente 1 g de muestra y 20 ml de ácido sulfúrico al 10 % (m/v). Calentar suavemente hasta desaparición del color marrón-rojizo

y añadir ml a ml permanganato de potasio 0,1 N, hast que el color rojo persista durante 30 segundos. Cuando la solución se haya decolorado de nuevo, añadir 2 gotas de yoduro de potasio y dejar reposar durante 1 hora el matraz bien tapado al abrigo de la luz. Diluir luego con 50 ml de agua y volorar con solución 0,1 N de tiosulfato de sodio, el yodo liberado. Cuando la solución llegue a amarillo pálido, añadir 2 ml de almidón estabilizado para llegar al punto final.

1 ml de tiosulfato 0,1 N = 0,00558 g de fierro.

COMPUESTOS FERRICOS LIBRES.

Añadir unas gotas de solución de ferroctianuro de potasio al 5 % a una solución que contenga 1 g de muestra y 5 ml de agua. No debe producirse modificación inmediata de color.

CLORUROS.

A 1 ml de solución que contenga 1 g de muestra en 5 ml de agua, añadir 1 ml de ácido nítrico al 10 %. Calentar hasta que el líquido quede de nuevo límpido. Enfriar y añadir 4 gotas de nitrato de plata 0,1 N. No deben encontrarse, más que a lo sumo, trazas de cloruros, puestas de manifiesto por una ligera opalescencia del líquido.

SULFATOS.

Aplicar la prueba de sulfatos a 0,25 g de muestra, disuelta en 5 ml de aguay 2 de ácido clorhídrico concentrado (calentando). (pag. 80).
(37)

CITRATO FERRICO AMONIACAL.

REACCIONES DE IDENTIFICACION.

El fierro trivalente se identifica como el descrito en el metodo de identificaciones de iones. (pag. No.77).

Amonio. - Añadir un exceso de sosa cáustica al 8 % a una solución acuosa de 0.5 g de muestra; calentar, la presencia de amonio se manifiesta, por la liberación de amoniaco con olor caracterfstico, ó por el cambio de color del papel tornasol colocado en el orificio del tubo de ensaye.

Citrato. - Disolver 0.5 g de muestra en 1 ml de agua destilada. Añadir 5 ml de solución de permanganato de potasio 0.1 N y una gota de ácido nítrico. Calentar durante 2 minutos a 35-40°C. A veces, la solución se enturbia; en tal caso, añadir algunos granos de oxalato de amonio y 1 ml de ácido sulfúrico al 10 %. Enfriar, añadir a la solución, que se habrá vuelto límpida, 1 ml de agua saturada de bromo. La formación de un precipitado ó de una fuerte turbidez blanca, indica la presencia de citrato.

ARSENICO.

Se sigue el método para el sacarato de fierro, pero con calcinación previa.

METALES PESADOS.

Este método ha sido sustituido por el de plomo, cuya determinación se hace con calcinación previa también y con la adición de ácido ascórbico, para reducir al fierro.

FIERRO,

Disolver completamente en un matraz erlenmeyer de 200 ml con tapón esmerilado, aproximadamente 0,5 g de muestra, exactamente pesada, en 2 ml de ácido clorhídrico y 20 ml de agua destilada. Añadir 2 g de yoduro de potasio, mezclar y dejar el matraz tapado durante 30 minutos al abrigo de la luz. Diluir seguidamente con 100 ml de agua destilada y valorar el yodo liberado con tiosulfato de sodio 0,1 N hasta decoloración.

1 ml de tiosulfato de sodio 0,1 N = 0,005584 g de fierro.

SOLUBILIDAD, □

Una parte es soluble en 0,5 partes de agua a 20°C. La solución diluida con 20 partes de agua, es límpida, de color rojo-pardo y de un pH próximo a 6,5.

IMPUREZAS.

POTASIO Y SODIO,

Calcinar 1 g de muestra y añadir 2 ó 3 ml de agua destilada al residuo de combustión. Un papel tornasol, mojado en la mezcla, no debe cambiar a azul.

COMPUESTOS FERRICOS LIBRES.

Preparar una solución, que contenga 1 g de muestra en 20 ml de agua destilada. Añadir a 1 ml de esta solución, 2 gotas de solución de ferrocianuro de potasio al 5%. El líquido, a lo sumo, debe oscurecerse, pero no debe dar un precipitado.

COMPUESTOS FERROSOS.

Añadir a 1 ml de la solución preparada anteriormente, 1 ml de ácido clorhídrico al 7.3 % y 1 ml de solución acuosa de ferricianuro de potasio al 5 %. No debe producirse un precipitado azul.

CLORURO.

Añadir a 1 ml (1 g en 20 ml de agua), 1 ml de ácido nítrico diluido al 10 %. Calentar hasta que el líquido sea de nuevo límpido. Enfriar y añadir 4 gotas de nitrato de plata 0.1 N. No debe detectarse mas que trazas de cloruro, que se manifiesta por una ligera opalescencia del líquido.

SULFATO.

Aplicar la identificación de sulfatos a 0.25 g de muestra, disuelta en 5 ml de agua destilada, adicionada de 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y calentar a ebullición.

HIDROXIDO DE ALUMINIO.

IDENTIFICACION.

Se disuelven 500 mg de la muestra en 10 ml de ácido clorhídrico diluido, calentando suavemente. La solución da reacción positiva para la identificación de aluminio

Aluminio. - Las soluciones de sales de aluminio, producen con soluciones de amoníaco, un precipitado blanco gelatinoso. El mismo precipitado se produce con hidróxido de sodio al 10 %, pero se disuelve en un exceso de este reactivo.

ARSENICO.

Se sigue el método general, solo que se disuelve en ácido clorhídrico diluido y en caliente. (81)

METALES PESADOS.

Se pesa la cantidad específica de muestra y se disuelve en ácido clorhídrico en caliente. Posteriormente se ajusta el pH y se determina como en el método general. (pag. No. 84).

DOSIFICACION.

Se pesan 2 g de la muestra y se disuelven en 15 ml de ácido clorhídrico en caliente. Se enfría, se transvasa a un matraz volumétrico de 500 ml, se diluye con agua hasta el aforo y se mezcla.

Se toma una alícuota de 20 ml y se depositan en un matraz de 250 ml, seguidos de 25 ml de solución de EDTA 0,05 M, agitando suavemen-

te. Enseguida, agregar 20 ml de solución amortiguadora de acetato amónico acético. Después la solución se calienta casi hasta ebullición durante 5 minutos, se enfría y se agregan 50 ml de alcohol y 2 ml de ditiona (grado reactivo). La solución se titula con sulfato de zinc 0.05 M, hasta coloración rosa-pálido.

Se hace una determinación en blanco, sustituyendo la muestra — por 20 ml de agua, para hacer las correcciones necesarias.

Cada ml de solución de EDTA 0.05 M, equivalen a 2.549 mg de Al_2O_3 .

CAPACIDAD DE NEUTRALIZACION CON ACIDO.

En un matraz de 250 ml con tapón esmerilado, se depositan de — 200 a 250 mg de muestra. Se agregan 100 ml de ácido clorhídrico 0.1 N y se agita durante 1 hora a 37°C. A 50 ml de la solución, se le agrega azul de bromofenol y se titula el exceso de ácido con solución de hidróxido de sodio 0.1 N. El volumen consumido de solución de ácido, es como de 250 ml por cada g de hidróxido de aluminio.

CLORUROS.

Se disuelve 1 g de la muestra, en 30 ml de ácido nítrico diluido; se calienta a ebullición, se agrega agua hasta 100 ml y se filtra. Se toman 5 ml del filtrado, el cual no debe contener más que un estándar de 0.6 ml de solución de ácido clorhídrico 0.2 N (0.85 %). Seguir posteriormente el método general de cloruros. (pag. No.79).

SULFATOS.

Se disuelve 330 mg de la muestra en 15 ml de ácido clorhídrico - diluido, se calienta a ebullición, se diluye con agua a 250 ml y se filtra. Una porción de 25 ml de filtrado, no debe contener mayor cantidad de sulfatos que la de un estándar que contenga 0.2 ml de solución de ácido sulfúrico 0.2 N.

(12) (26) (16)

TRISILICATO DE MAGNESIO.

IDENTIFICACION.

Una mezcla de 500 mg de la muestra con 10 ml de ácido clorhídrico diluido al 10 %, filtrar y neutralizar el filtrado con amoníaco diluido. Este responde a la prueba de magnesio. (pag. No.76).

Silíce. - Preparar una gota por fusión de unos cristales de fosfato de sodio amónico en un alambre de platino, en la flama de un mechero. Poner los cristales calientes en contacto con la muestra y fundir otra vez. Los cristales de sílica, flotan en la gota, produciendo hasta que se enfría, una gota blanca opaca con estructura reticular.

ARSENICO Y METALES PESADOS.

Preparación de la muestra. - Transferir 10 g de la muestra en un matraz de 250 ml y agregar 50 ml de ácido clorhídrico 0,5 N. Poner a reflujo, calentar a baño de vapor por 30 minutos, enfriar y dejar el residuo en el fondo. Decantar el sobrenadante a través de un papel filtro y a un matraz aforado de 100 ml. Lavar el matraz con 3 porciones de 10 ml de agua caliente y decantarlo en el filtro. Finalmente, lavar el papel filtro con 15 ml de agua caliente, enfriar el filtrado a temperatura ambiente, diluir con agua y aforar.

Arsénico.

10 ml de solución anterior son suficientes para la prueba de As.

Metales pesados.

10 ml de la solución anterior, son suficientes para esta prueba.

DETERMINACION DE AGUA.

Pesar exactamente alrededor de 1 g de muestra en un crisol de platino tarado provisto de una tapa. Gradualmente aplicar calor, hasta llevarla a peso constante. Determinar el % de agua por diferencia de pesos.

DOSIFICACION DE OXIDO DE MAGNESIO.

Pesar exactamente, alrededor de 1,5 g de muestra y transferirla a un matraz de 250 ml. Agregar 50 ml de ácido sulfúrico 1 N y digerir en un baño de vapor por una hora. Enfriar a temperatura ambiente, adicionar naranja de metilo y titular el exceso de ácido con hidróxido de sodio 1 N.

Cada ml de ácido sulfúrico 1 N, es equivalente a 20,15 mg de MgO.

ALCALI LIBRE.

Agregar 2 gotas de fenolftaleína a 20 ml del filtrado diluido preparado en la prueba para sales solubles, que representa 1 g de trisilicato de magnesio. Si no se produce una coloración rosa, no más de 2,5 ml de ácido clorhídrico 0,1 N es necesario para su descarga.

SALES SOLUBLES.

Hervir 10 g de trisilicato de magnesio con 150 ml de agua por 15 minutos. Enfriar a temperatura ambiente y agregar agua hasta su volú-

men original. Dejar reposar la muestra por 15 minutos y filtrar. A 75 ml del filtrado claro, agregar 25 ml de agua. Evaporar 50 ml de esta solución (que representan 2.5 g de trisilicato de magnesio) en una cápsula de platino tarada, en un baño de vapor a sequedad. El peso del residuo, no debe exceder de 50 g.

(15)

VITAMINA "A".

IDENTIFICACION.

Disolver alrededor de 6 mcg de retinol en 1 ml de cloroformo y agregar 10 ml de tricloruro de antimonio (grado reactivo). La aparición de un color azul transitorio, afirma su identificación.

DOSIFICACION.

Reactivos.

-Alcohol isopropílico. - Usar isopropanol grado reactivo, redestilado si es necesario y que tenga los siguientes requisitos de pureza: En una celda de 1 cm de cuarzo, debe presentar una absorbancia no mayor de 0,05 a 300 nm y no menor de 0,01, entre 320 350 nm.

-Eter. - Que sea grado reactivo y bidestilado, desechando las primeras y últimas 10 porciones de l destilado.

Procedimiento.

Introducir en un matraz de saponificación, una cantidad de muestra exactamente pesada, cuyo equivalente sea cercano a 0,15 mg de retinol, pero que no contenga más de 1 gramo de grasa. Si la muestra es sólida, calentar la porción tomada en 10 ml de agua en un baño maría, durante 10 minutos.

Si la muestra es líquida, agregar 30 ml de alcohol y si es sólida, 23 ml y 7 ml de glicerina, seguida de 3 ml de solución de hidróxido de potasio (9 en 10). Poner la muestra a reflujo durante 30 minutos. Enfriar

la solución y agregar 30 ml de agua y transvasarla a un embudo de separación. Finalmente agregar 2 g de sulfato de sodio. Agregar una porción de 150 ml de eter, agitar durante 2 minutos y extraer la capa etérea (si se forma emulsión, extraerla 2 veces con porciones de 25 ml de eter).

Combinar los extractos etéreos, si es necesario y lavarlos con 50 ml de agua. Repetir el lavado más fuerte con agua. Transvasar el extracto etéreo a un matraz aforado de 250 ml y aforarlo con eter.

Evaporar una porción de 25 ml del extracto etéreo hasta alrededor de 5 ml y continuar la evaporación hasta 3 ml con la ayuda de presión menor. Disolver el residuo en suficiente alcohol isopropílico para dar una concentración esperada del equivalente a 3 ó 5 mcg de retinol por ml. Dicha solución, debe dar una absorvancia entre 0.5 y 0.8 a 325 nm.

Determinar las absorvancias de la solución resultante a las longitudes de onda 310, 325 y 334 nm, en un espectrofotómetro adecuado, en celdas de cuarzo.

Cálculos.

$$\text{Contenido en mg} = 0.549 A_{325}/LC$$

A_{325} = Absorvancia observada a 325.

L = Es la longitud en cm de la celda de absorción.

C = Cantidad de muestra, expresada en g, por cada 100 ml de alcohol isopropílico, final, suponiendo que A_{325} , tenga un valor no menor de

$(A_{325})/1.030$ y no más de $(A_{325})/0.970$, donde:

(A_{325}) , es la absorbancia a 325 nm y está dada por la ecuación:

$$(A_{325}) = 6.815 A_{325} - 2.555 A_{310} - 4.260 A_{334}$$

donde:

(A_{325}) tiene un valor menor de $A_{325}/1.030$ y se aplica la siguiente ecuación:

$$\text{Contenido en mg} = 0.549 (A_{325})/LC$$

Intervalo de confianza = El rango de límites de error en diferentes laboratorios ha sido de aproximadamente $\pm 8\%$.

(15) (21)

VITAMINA B₁.

IDENTIFICACION.

Las soluciones de clorhidrato de tiamina, producen un precipitado blanco con solución de cloruro mercurico (grado reactivo); un precipitado café-rojizo, con solución de yodo y también con yoduro de potasio-mercúrico.

PERDIDA POR SECADO.

Secar una muestra a 105°C por 4 horas. (pag. No. 90)

CENIZAS.

Pesar 1 g aproximadamente y llevarlo por el procedimiento general (pag. No. 93).

DOSIFICACION

Reactivos.

- Solución de cloruro de potasio. - Disolver 250 g de cloruro de potasio en suficiente agua y llevar a 1 litro.
- Solución ácida de cloruro de potasio. - Agregar 8,5 ml de ácido clorhídrico a 1000 ml de solución de cloruro de potasio.
- Solución al 1 % de ferricianuro de potasio.
- Reactivo oxidante. - Mezclar 4 ml de ferricianuro de potasio al 1 %, con suficiente hidróxido de sodio 3,5 N para hacer 100 ml. Usar esta solución en las próximas 4 horas de haberla preparado.
- Solución Stock de sulfato de quinina. - Disolver 10 g de sulfato de quinina

$(C_{20}H_{24}N_2O_2) \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$ en suficiente ácido sulfúrico 0,1 N y llevar a 100 ml. Conservar la solución protegida de la luz y en refrigerador.

-Solución estándar de sulfato de quinina. - Diluir un volumen de la solución anterior de sulfato de quinina con 39 volúmenes de ácido sulfúrico-0,1 N. Esta solución tiene una fluorescencia aproximadamente igual al grado del tiocromo, obtenido por 1 mg de clorhidrato de tiamina y es usado para las correcciones de lecturas de las valcaciones de intervalos de frecuencia, para la sensibilidad entre lectura y lectura en la dosificación. Usar esta solución reciente.

-Solución estándar de clorhidrato de tiamina. - Transvasar alrededor de 15 mg de clorhidrato de tiamina (Referencia estándar USP), secada previamente a 105°C por 2 horas, a un matraz aforado de 1000 ml. Disolverlo en 300 ml de una solución de alcohol diluido (15) con pH de 4 (ajustar con ácido clorhídrico 0,1 N) y llevar a 1000 ml con esa misma solución. (Duración de la solución, 1 mes).

-Preparación del estándar. - Pipetear un volumen de la solución de clorhidrato de tiamina estándar, equivalente a 100 mcg de clorhidrato de tiamina (estándar de referencia), en un matraz aforado de 100 ml y diluir con solución de cloruro de potasio ácido hasta el aforo. Diluir a 50 ml, 10 ml de la solución anterior con cloruro de potasio ácido, hasta el aforo. Cada ml de la preparación estándar, contienen 0,2 mcg de clorhidrato de tiamina USP de referencia.

-Preparación de la muestra. - Disolver alrededor de 25 mg de la muestra, pesada exactamente, en solución de cloruro de potasio ácida y lle-

varlo a 500 ml en un matraz aforado. Diluir 5 ml de esta solución a una concentración de 0,2 mcg/ml, con la solución de cloruro de potasio ácida.

Procedimiento.

Introducir en 4 ó más tubos de aproximadamente 40 ml de capacidad, 5 ml de la solución estándar. A los 3 primeros tubos, agregar inmediatamente con agitación, 3 ml del reactivo oxidante y después de 30 segundos, 20 ml de alcohol isobutílico y mezclar fuertemente durante 90 segundos. Preparar un blanco con el 4o tubo, sustituyendo el reactivo oxidante por un volumen igual de hidróxido de sodio 3,5 N y proceder de la misma manera.

En otros 4 tubos similares, pipetear 5 ml de la muestra (solución) y tratarlos en la misma forma que los anteriores.

Entonces, a cada uno de los 8 tubos, agregar 2 ml de alcohol absoluto, agitar unos cuantos segundos y dejar que las fases se separen y decantar ó extraer 10 ml de la solución de alcohol isobutílico (el sobrenadante claro) en cubas estándares. Medir la fluorescencia en un aparato adecuado.

Cálculos.

El número de mcg de clorhidrato de tiamina en los 5 ml de la solución preparada con la muestra, se puede conocer con la fórmula:

$$(A - b)/(S - d)$$

A = Promedio de las lecturas en el fluorómetro, de las soluciones hechas a base de la preparación de la muestra, tratadas con el reactivo oxidante.

b = Lectura del blanco de la muestra.

S = Promedio de las lecturas en el fluorómetro, de las soluciones de la preparación estándar, tratadas con el agente oxidante.

d = Lectura del blanco de la preparación estándar.

Calcular la cantidad en mg de clorhidrato de tiamina en la muestra, en base a la alícuota tomada.

Cuando se indique la cantidad en mg de mononitrato de tiamina, esta puede ser calculada, multiplicando la cantidad de clorhidrato de tiamina por el factor 0.9706.

NITRATOS.

A 2 ml de una solución (1:50), agregar 2 ml de ácido sulfúrico, enfriar y superponer 2 ml de sulfato ferroso (grado reactivo). No debe producirse un anillo color café entre las 2 fases.

COLOR DE LA SOLUCION.

Disolver 1 g de muestra en 10 ml de agua. Esta solución no debe tener, un color más fuerte, que el de una solución preparada con 1.5 ml de dicromato de potasio 0.1 N en 1000 ml de agua.

(15) (16) (21)

VITAMINA "B₂".

IDENTIFICACION.

Una solución de concentración de 1 mg en 100 ml de agua, tiene un color amarillo verdoso ó pálido, por transmitir la luz y tiene en el amarillo verdoso, fluorescencia, la cual se dispersa con la adición de ácido ó álcalis minerales.

PERDIDA AL SECADO.

Secar a 105°C por 2 horas. (90)

CENIZAS.

Calcinar 1 g por el método general. (pag.No.93).

DOSIFICACION.

Método fluorométrico.

La riboflavina presenta fluorescencia a una longitud de onda de 440 a 500 nm. La intensidad de la fluorescencia, es proporcional a la concentración de la riboflavina en soluciones diluidas.

La riboflavina es cuantificada en términos de la diferencia de fluorescencia entre antes y despues de la reducción química.

Reactivos.

-Acido clorhídrico 10 N.

-Acido clorhídrico 1 N.

-Acido clorhídrico 0.1 N.

- Hidróxido de sodio 10 N,
- Hidróxido de sodio 1 N,
- Hidróxido de sodio 0,1 N,
- Ácido acético glacial,
- Permanganato de potasio al 3 %.
- Peróxido de hidrógeno al 3 %.
- Solución Stock de riboflavina. - (25 mcg de riboflavina/ml de ácido acético. - Pesar 50 mg de riboflavina estándar de referencia USP, la cual ha sido secada en un desecador de vacío por 24 horas y transvasarla cuantitativamente a un matraz aforado de 2 litros. Agregar 1500 ml de agua - 2,4 ml de ácido acético glacial y calentar para ayudar a la disolución. - Enfriar a temperatura ambiente y aforar con agua. Protegerlo de la luz y en refrigerador.
- Solución estándar diluida. - (0,5 mcg de riboflavina/ml de agua). - Diluir 1 ml de solución Stock estándar de riboflavina a 50 ml de agua. Prepararla cada vez antes de usarla.
- Solución Stock de fluoresceína de sodio. - Disolver 50 mg de fluoresceína de sodio y llevar a 1 litro.
- Solución diluida de fluoresceína de sodio. - Diluir 1 ml de la solución anterior, a 1 litro con agua.
- Hidrosulfito de sodio (ditionita).

Procedimiento.

1. - Preparación de la muestra.
2. - Extracción.

Pesar exactamente entre 5 y 10 mcg de riboflavina y transvasarla a un matraz erlenmeyer de 125 ml. Después, agregar 50 ml de ácido clorhídrico 0.1 N, ponerla en la autoclave por 30 segundos a 15 Lbs de presión.

3. - Precipitación de impurezas.

- a) Enfriar la muestra y ajustar el pH con hidróxido de sodio a 6. Como la riboflavina es inestable en soluciones alcalinas, es recomendable agitar al ir agregando la sosa, para evitar que se formen áreas de altos pH con el alcali. Inmediatamente agregar 1 ml de ácido clorhídrico 1 N, para bajarla a un pH de 4.5.
- b) Diluir la solución a 100 ml con agua destilada y filtrar.
- c) A una alcuota de 50 ml del filtrado, agregar gota a gota, ácido clorhídrico 1 N, hasta que no precipite más, seguida por igual número de gotas de hidróxido de sodio 1 N, con agitación constante. Diluir a 100 ml con agua y filtrar si es necesario.

4. - Acidificación del extracto.

- a) En dos tubos de ensayo, poner 10 ml de la solución de la muestra y 1 ml de agua y mezclar.
- b) En otros tubos, poner 10 ml de la solución de la muestra y 1 ml de la solución diluida estándar y mezclar.
- c) Agregar 1 ml de ácido acético glacial y mezclar.

5. - Oxidación.

- a) Agregar 0.5 ml de permanganato de potasio al 3% a cada tubo, mezclar y dejar reposar por 2 minutos.

b) Después de los 2 minutos, agregar 0.5 ml de peróxido de hidrógeno al 3% y mezclar fuertemente. El color rojo puede desaparecer en 10 segundos.

6. - Fluorometría,

Las siguientes instrucciones son para el aparato : Fluorómetro Coleman 12-A.

- Ajustar el aparato con la fluoresceína de sodio diluida (50 mg/l), para que de una deflexión de 80 en la escala del galvanómetro. Ajustar cada vez, antes de cada serie de lecturas.
- Medir la fluorescencia de los extractos a los que se les ha agregado agua D - 4(a) (lectura A). Agregar con agitación aproximadamente 20 mg de ditionita y medir la fluorescencia dentro del intervalo de 10 segundos (lectura C).
- Medir la fluorescencia de los extractos a los que se les ha agregado riboflavina D - 4(b) (lectura B).

7. - Cálculos.

a) Calcular el contenido de riboflavina de la muestra por la siguiente ecuación:

$$\frac{(A - C)}{(B - A)} \times \frac{\text{incremento de riboflavina}}{\text{alcuota de 10 ml}} \times \frac{\text{factor de dilución}}{1} \times \frac{1}{m} = \text{mcg/g}$$

El factor $(A - C)/(B - A) \times$ incremento de la riboflavina, es igual a los microgramos por 10 ml de la alcuota. Este dividido por 10, es igual a la concentración por ml. Si las diluciones recomendadas arriba se usan, la fórmula se reduce a :

$$\frac{\text{mcg}}{\text{g}} = \frac{A - C}{B - A} \times \frac{0.5}{10} \times \frac{100}{50} \times 100 \times \frac{1}{\text{peso}} = \frac{A - C}{B - A} \times \frac{10}{\text{peso}}$$

LUMIFLAVINA.

Preparar cloroformo libre de alcohol como sigue: Agitar fuertemente por 3 minutos, 20 ml de cloroformo con 20 ml de agua. Extraer la capa de cloroformo y lavarla 2 veces con 2 porciones de 20 ml de agua. - Filtrar el cloroformo a través de un filtro de papel seco y agitar por 5 minutos con 5 g de sulfato de sodio anhidro. Dejar reposar la muestra por 2 horas y decantar ó filtrar el cloroformo claro.

Agitar 25 mg de la muestra con 10 ml de cloroformo, durante 5 minutos y filtrar. No debe tener una coloración igual a la de una solución hecha con 3 ml de dicromato de potasio 0.1 N, diluido con agua hasta 1000 ml.

ROTACION ESPECIFICA.

Pesar 50 mg de la muestra y disolverla en una mezcla de 2 ml de una solución de 1:250 de hidróxido de sodio en alcohol y suficiente agua hervida para llevar a 10 ml y completar la determinación en un tubo de 100 mm, durante los 30 minutos siguientes a su preparación. (pag. 95).

(15) (21)

VITAMINA "B₆":

IDENTIFICACION.

Tomar 1 ml de una solución que contenga aproximadamente 100 — mcg/ml de muestra y ponerlos en dos tubos de ensaye marcados con A y B. Agregar a cada tubo, 2 ml de solución de acetato de sodio (1 a 5). Al tubo A, agregar 1 ml de agua y al tubo B, 1 ml de solución de ácido bórico (1 en 25) y mezclar. Enfriar ambos tubos a 20°C y agregarles rápidamente 1 ml de solución de 2, 6-dicloroquinonclorimida (1 en 200) en alcohol. En el tubo A, se produce una coloración azul, la cual se debilita y aparece un color rojo en pocos minutos. En el tubo B, no aparece nada.

A 2 ml de una solución (1 en 200), agregar 0.5 ml de ácido fosfotungstico (grado reactivo) y se forma un precipitado blanco.

Realizar una prueba de cloruros.

METALES PESADOS.

Disolver 670 mg de muestra en 25 ml de agua y proseguir con el método general (pag. No. 84).

PERDIDA AL SECADO.

Secar a presión reducida en sílica-gel durante 4 horas a temperatura ambiente (metodo general pag. No.90).

CENIZAS.

1 g es suficiente para seguir el método general (pag. No.93)

DOSIFICACION.

Disolver alrededor de 150 mg de la muestra, exactamente pesados en un mezcla de 5 ml de ácido acético glacial y 5 ml de anhídrido acético y hervir para ayudar a la disolución. Agregar 30 ml de anhídrido acético y hervir por 3 minutos. Enfriar la solución a temperatura ambiente y agregar 30 ml de benceno y 5 gotas de rojo neutro (grado reactivo) y titular con ácido perclórico 0.1 N hasta el vire de rojo al azul. Hacer un blanco y la corrección necesaria.

Cada ml de ácido perclórico 0.1 N = 20.56 mg de clorhidrato de piridoxina.

CONTENIDO EN CLORUROS.

Disolver 500 mg exactamente pesados en 50 ml de metanol, en un matraz de yodo con tapón. Agregar 5 ml de ácido acético glacial y 2 ó 3 gotas de eosina Y (grado reactivo) y titular con nitrato de plata 0.1 N

Cada ml de nitrato de plata 0.1 N, es equivalente a 3.545 mg de cloruros.

PUNTO DE FUSION.

Determinarlo como el método general. (pag. No.94).

(15) (21)

VITAMINA "B₁₂".

IDENTIFICACION.

El espectro de absorción ultravioleta de la solución de la muestra, a que se mide la absorvancia en valoración, exhibe máximas a 278, 371 y 550 nm \pm 2.

La relación $\Lambda_{361}/\Lambda_{278}$; es entre 1.70 y 1.90 y la relación, $\Lambda_{361}/\Lambda_{550}$, es entre 3.15 y 3.40.

PERDIDA POR SECADO.

Se pesan alrededor de 25 mg de la muestra y se ponen a secar a presión de 5 mm de mercurio, cuando menos y a una temperatura de 105°C.

PSEUDOCIANOCOBALAMINA.

En un pequeño embudo de separación, se disuelve 1 mg de la muestra en 20 ml de agua. Se agregan 5 ml de una mezcla de volúmenes iguales de tetracloruro de carbono y cresol y se agita durante 1 minuto. Las capas se dejan separar y la inferior se pasa a un segundo embudo de separación, se agregan 5 ml de ácido sulfúrico diluido 1:7, se agita, se dejan separar las capas. La capa superior es incolora, ó tiene cuando más la coloración de una mezcla preparada con 0.15 ml de una solución de permanganato de potasio 0.1 N con 25 ml de agua.

Valoración.

En un matraz volumétrico de 100 ml, se disuelven en agua, aproximadamente 3 mg de la muestra. La solución se diluye con agua hasta el -

aforo y se mezcla.

Se prepara una solución estándar de cianocobalamina, disolviendo en agua una porción adecuada de cianocobalamina (patrón de referencia). Esta solución se diluye cuantitativamente con agua hasta obtener una solución estándar de concentración de 30 mcg/ml.

En un espectrofotómetro adecuado, se determinan las absorvancias de ambas soluciones, en celdillas de 1 cm, a la longitud de onda de la máxima absorvancia, cercana a 361 nm, utilizando agua como blanco.

Se calcula la cantidad en mg de $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$, en la muestra de cianocobalamina utilizada, por medio de la fórmula:

$$0,1 \times C (A_u/A_s)$$

donde:

C = 'A la concentración en mg/ml de cianocobalamina (patrón de referencia) en la solución estándar.

A_u y A_s = Son las absorvancias de la solución de la muestra y de la solución estándar respectivamente.

(16)

VITAMINA "C".

IDENTIFICACION.

Las soluciones de ácido ascórbico, reducen al tartato cúprico a — 25°C, pero de una manera mejor con calentamiento.

Si a una solución de 1:50, se le agregan unas gotas de nitroferricia nuro de sodio en solución y enseguida 1 ml de hidróxido de sodio 0.1 N, a parece un color azul transitorio.

METALES PESADOS.

1 g de muestra disuelta en 25 ml de agua, está listo para continuar con el método general de metales pesados (pag. No.84).

DOSIFICACION.

Disolver 400 mg aproximadamente, pesados con exactitud, en una mezcla de 100 ml de agua recién hervida y fría y 25 ml de ácido sulfúrico al 10 % (p/v). Titular inmediatamente con una solución de yodo 0.1 N, agregando una solución de almidón, cerca del punto final.

1 ml = 8.806 mg de ácido ascórbico.

CENIZAS.

Pesar 1 g de muestra y continuar con el método general (pag.93).

ROTACION ESPECIFICA.

Determinarla en una solución hecha por 1 g de muestra en 10 ml de agua. (pag. No.95).

VITAMINA "D₃".

IDENTIFICACION.

Diluir alrededor de 0,5 mg de muestra, en 5 ml de cloroformo y agregar 0,3 ml de anhídrido acético, 0,1 ml de ácido sulfúrico y agitar vigorosamente. La aparición de un color rojo brillante, que rápidamente cambia a violeta, luego a azul y luego a verde, indica la presencia de vitamina D₃.

PUNTO DE FUSION.

Se realiza en el aparato con se cuenta y con un termómetro bien calibrado.

ROTACION ESPECIFICA.

Determinarla en una solución de alcohol que contenga 50 mg de muestra en cada 10 ml. Preparar la solución con la muestra recién abierta y hacer la determinación, durante los siguientes 30 minutos.

(15) (16)

VITAMINA "E".

IDENTIFICACION.

A 10 ml de la solución de alcohol absoluto obtenido en la dosificación, agregar con agitación, 2 ml de ácido nítrico y calentar a 75°C por 15 minutos. Se desarrolla un color rojo brillante ó naranja.

METALES PESADOS.

Tomar 500 mg en un crisol y proceder por el método general, pero específico para sustancias orgánicas. (pag. No.).

DOSIFICACION.

Transvasar alrededor de 250 mg de muestra, exactamente pesados, dentro de un matraz ambar con tapón y disolver la muestra en 25 ml de alcohol absoluto. Agregar 25 ml de alcohol absoluto, 20 ml de solución alcohólica de ácido sulfúrico 5 N. Conectar el matraz en un condensador de reflujo, evitando que la solución esté a la exposición directa de la luz. Reflujar en el aparato por 3 horas. Enfriar la mezcla a temperatura ambiente y transvasarla cuantitativamente en un matraz volumétrico ambar de 100 ml y llevarla al volúmen con alcohol absoluto. Transvasar 50 ml de esta solución, a un matraz erlenmeyer y agregar 50 ml de ácido sulfúrico alcohólico 0,5 N y 20 ml de agua. Agregar 2 gotas de difenilamina (grado reactivo) y titular con sulfato cérico 0,01 N a una velocidad aproximadamente de 25 gotas por 10 segundos, agitando constantemente hasta la aparición de un color azul que persista durante 10 segundos. Hacer una

determinación en blanco, usando 100 ml de ácido sulfúrico alcohólico — 0,5 N, 20 ml de agua y 2 gotas de difenilamina. Hacer la corrección necesaria.

Cada ml de sulfato cérico, es equivalente a 2.364 mg de $C_{31}H_{52}O_3$

INDICE DE REFRACCION.

Se realiza por el método general (pag. No 191).

PESO ESPECIFICO.

Método general. (pag. No 191).

(15)

ACIDO FOLICO.

IDENTIFICACION.

El espectro de absorción ultravioleta de una solución de 1:100 000, de ácido fólico en una solución de hidróxido de sodio 0,1 N, tiene su máxima y sumínima absorción en las mismas longitudes de onda que la de una solución similar de ácido fólico patrón de referencia. La relación A_{256} entre A_{365} para el ácido fólico es de 2,80 a 3,00.

AGUA.

Esta determinación se realiza por el método de Karl-Fischer, (pag. 91).

CENIZAS.

Se efectúa por el método general. (pag. No.93).

DOSIFICACION.

Reactivos.

- 1.- Solución dibásica de fosfato de potasio. - 60,61 g de K_2HPO_4 , en un matraz volumétrico de 2 litros y diluir al volúmen con agua.
- 2.- Solución de permanganato de potasio. - Tomar 4 g de permanganato de potasio en un matraz volumétrico de 100 ml y diluir al volúmen con agua.
- 3.- Solución de nitrito de sodio. - Tomar 2 g de nitrito de sodio y llevar a 100 ml.
- 4.- Solución de ácido clorhídrico. - 100 ml de ácido clorhídrico 5 N.
- 5.- Solución de sulfamato de amonio. Tomar 5 g de sulfamato de amonio

en un matraz de 100 ml y diluir con agua.

6. - Solución de diclorhidrato de N-(1-naftil) etilendiamina. - Tomar 0.1 g en un matraz volumétrico de 100 ml y llevarlo al volúmen con agua.
7. - Cloruro de sodio.
8. - Alcohol isobutílico.
9. - Amoníaco diluido.
10. - Preparación del estándar. - Disolver con agitación, alrededor de 50 mg de ácido fólico USP, en 50 ml de agua. Ponerlo en un matraz volumétrico de 100 ml con 2 ml de amoníaco (grado reactivo), mezclar y llevar al volúmen. Agregar unas gotas de tolueno y dejarlo reposar al abrigo de la luz.
11. - Solución estándar diluida. - Diluir una porción de la preparación estándar con solución de K_2HPO_4 , que tenga aproximadamente 10 mcg/ml.

Procedimiento.

1. - Preparación de la muestra.
 - a) Tomar una muestra equivalente a aproximadamente 10 mg de ácido fólico en un matraz volumétrico de 100 ml.
 - b) Agragar 10 ml de K_2HPO_4 por g de muestra, pero que no sea más de 50 ml.
 - c) Calentar la muestra a temperatura no mayor de 60°C, con agitación, hasta dispersión completa.
 - d) Enfriar a temperatura ambiente.

- e) Ajustar el volúmen con solución de K_2HPO_4 .
- f) Si tiene materia sólida, dejar que se asiente ó ponerlo en centrffuga.
- g) Transvasar una alfcuota del extracto clarificado, que contenga aproximadamente 1 mg de ácido fólico a un segundo matraz aforado de 100 - ml. Diluir al volúmen con solución de fosfato de potasio dibásico. Es solución contiene en cada ml, 10 mcg de ácido fólico

2. - Determinación.

- a) Preparar 2 ó más series de tubos, marcados con 1, 2, 3 y 4 (de preferencia usar tubos de centrffuga con tapón).
- b) Agregar los volúmenes designados ó múltiplos de ellos, por medio de una pipeta, con agitación. Proteger las soluciones de la exposición directa de la luz.
 - (1) Agregar 5 ml de la preparación de ensayo a los 4 tubos de cada serie.
 - (2) A los tubos 2 y 4, agragarles 2 ml de solución estándar diluida, (reactivo 11).
 - (3) A los tubos 1 y 2, agregarles 1 ml de solución de permanganato de potasio (react. 2) y dejarlos reposar por 2 ó 3 minutos.
 - (4) Agregarles 1 ml de agua a los tubos 3 y 4.
- c) En los siguientes puntos, tratar a todos los tubos, igual.
 - (1) Agregar 1 ml de solución de nitrito de sodio (reactivo 3) y 1 ml de ácido clorhídrico 5 N (reactivo 4), mezclar y dejar reposar por 2 - minutos. El orden de adición de los reactivos, es necesario. El agregar el ácido clorhídrico antes del nitrito de sodio, causa resul-

tados erróneos.

- (2) Agregar 1 ml de sulfamato de amonio (reactivo 5) y mezclar hasta que todo el dióxido de nitrógeno se haya dispersado.
- (3) Agregar 1 ml de solución de diclorhidrato de N-(1-naftil) etilen diamina (reactivo 6), mezclar y dejar reposar por 10 minutos.
- (4) Agregar 1 g de cloruro de sodio (reactivo 7) y 10 ml de alcohol isobutílico. Por centrifugación extraer 9 ml de la capa sobrenadante (alcohol isobutílico).
- (5) Determinar la absorvancia del extracto de alcohol isobutílico a 550 nm, antes de que pasen 75 minutos de preparada la solución.

Cálculos.

- a) Calcular la cantidad de ácido fólico de la preparación de muestra en mg/ml, por la fórmula:

$$(C) 0.4 = \frac{A_1 - A_3}{A_2 + A_3 - A_1 - A_4}$$

C = Concentración de la solución estándar diluida de ácido fólico (reactivo 11), en mcg/ml.

A_1 , A_2 , A_3 , y A_4 = Son las absorvancias de los tubos respectivos 1, 2, 3 y 4.

(15) (21)

NIACINAMIDA.

IDENTIFICACION.

A. - Transvasar 20 mcg de muestra, a un matraz aforado de 1000 ml disolver y diluir con agua hasta el volumen, mezclar y determinar la absorbancia de la solución en un celda de 1 cm, a 245 nm y a 262 nm, en un espectrofotómetro adecuado, usando agua como blanco.

El valor de A_{245}/A_{262} debe de ser entre 0.65 ± 0.02 .

B. - Introducir 20 mg de muestra en un tubo de ensayo y agregar una gota de hidróxido de sodio al 10% y calentar a la flama. Se percibe un olor a amoníaco y si se sigue calentando, un olor a piridina.

METALES PESADOS.

Disolver 667 mg de muestra en 10 ml de agua y agregar 5 ml de ácido clorhídrico 1N y diluir a 25 ml con agua destilada. Proseguir con el método general (pag. No.84).

PERDIDA POR SECADO.

Secar en sílica gel por 4 horas. (pag. No. 90).

CENIZAS.

Calcinar 1 g directamente como en el método general (pag. 93).

DOSIFICACION.

Disolver alrededor de 300 mg, exactamente pesados y secados previamente en sílica gel por 4 horas, en 20 ml de ácido acético glacial. Ca-

lentar ligeramente si es necesario. Agregar 100 ml de benceno y 2 gotas de violeta cristal (grado reactivo) y titular con ácido perclórico.

Hacer una determinación en blanco y la corrección necesaria.

Cada ml de ácido perclórico, es equivalente a 12.21 mg de niacina
mida.

SUSTANCIAS FACILMENTE CARBONIZABLES.

Disolver 200 mg de muestra en 5 ml de ácido sulfúrico diluido al 10 % y calentar en un baño a ebullición. No debe presentar ninguna coloración.

PUNTO DE FUSION.

Determinarlo por el método general. (pag. No. 94).

(15)

PANTOTENATO DE CALCIO.

IDENTIFICACION.

a. - Una solución de 1 en 20, da prueba positiva para calcio

b. - Disolver 50 mg de muestra en 5 ml de hidróxido de sodio al 10 %, filtrar y agregar al filtrado una gota de sulfato cúprico (grado reactivo), inmediatamente aparece un color azul intenso.

c. - Hervir por un minuto, 50 mg de muestra en 5 ml de hidróxido de sodio 1 N y 2 gotas de cloruro férrico al 5 %, aparece entonces un color amarillo fuerte.

METALES PESADOS.

Disolver 1 g en 25 ml de agua y proseguir con el método general (pag. No.84).

PERDIDA AL SECADO.

Secar a 105°C por 3 horas. (pag. No. 90).

DOSIFICACION.

Se realiza microbiológicamente.

CONTENIDO DE CALCIO.

Pesar exactamente, alrededor de 950 mg de muestra, secada con anterioridad, durante 3 horas a 105°C y disolverlo en 100 ml de agua, que contenga 2 r l de ácido clorhídrico al 10 %. Mientras se agita, de preferencia con un agitador magnético, agregar 30 ml de EDTA 0.05 M con

una bureta y 15 ml de hidróxido de sodio al 10 % y 300 mg de azul de hidroxinaftol. Continuar la titulación hasta el punto final.

Cada ml de EDTA 0.05 M, es equivalente a 2.004 mg de Calcio.

ALCALINIDAD.

Disolver 1 g de muestra en agua recién hervida y fría, en un matraz pequeño. Tan pronto como se haya disuelto, agregar 1.6 ml de ácido clorhídrico 0.1 N, después, 0.05 ml de fenolfataleína (grado reactivo) y mezclar. No debe aparecer una coloración rosa en los siguientes 5 segundos.

ALCALOIDES.

Disolver 200 mg de muestra en 5 ml de agua y agregar 1 ml de ácido clorhídrico diluido al 10 % y 2 gotas de yoduro de potasio-mercúrico (grado reactivo). No debe aparecer turbidez, durante 1 minuto.

(15) (21)

UREA

IDENTIFICACION.

Calentar alrededor de 500 mg de urea, en un tubo de ensaye; al licuarse, desprende un olor a amoníaco. Continuar el calentamiento hasta que el líquido se enturbie y luego enfriar. Disolver la masa fundida en una mezcla de 10 ml de agua y 1 ml de hidróxido de sodio (1:10) y adicionar una gota de sulfato cúprico (grado reactivo). La solución adquiere un color violeta-rojizo.

Disolver 100 mg de muestra, en 1 ml de agua y agregar 1 ml de ácido nítrico. De inmediato se forma un precipitado blanco.

ARSENICO.

Se sigue el método general para As. (pag. No.81).

METALES PESADOS.

Disolver 1 g en 20 ml de agua y seguir el método general. (pag. 84).

CENIZAS.

La determinación de cenizas, se lleva a cabo por el método general (pag. No.93).

DOSIFICACION.

Transvasar 500 mg de urea, exactamente pesados, en un matraz volumétrico de 200 ml. Disolverla en agua y llevar hasta el aforo. Pipetear 2 ml de esta solución, dentro de un matraz de digestión micro-Kjel-

dahl y proceder como en el método general de determinación de nitrógeno total.

CLORUROS.

Una porción de 2 g de muestra, no debe tener más cloruros que la del estándar correspondiente a 0,2 ml de ácido clorhídrico 0,02 N.

SULFATOS.

Una porción de 2 g de urea, no debe tener más sulfatos, que los correspondientes a un estándar preparado con 0,2 ml de ácido sulfúrico 0,02 N.

(12) (16)

HIDROXIDO DE POTASIO.

IDENTIFICACION.

Una solución de 1:25, da prueba positiva para potasio. (pag.).

ARSENICO.

Disolver 1 g en 10 ml de agua y neutralizar con ácido sulfúrico. Seguir el método general. (pag. No.81).

METALES PESADOS.

Disolver 670 mg en un mezcla de 5 ml de agua y 5 ml de ácido clorhídrico diluido al 10 %, diluir a 25 ml y seguir el método general. (pag. No.84).

DOSIFICACION.

Disolver alrededor de 1.5 g de muestra, exactamente pesados en 40 ml de agua hervida y fría. Agregar fenolftaleína (grado reactivo) y titular con ácido sulfúrico 1 N. Cuando desaparezca el color rosa, registrar el volumen de ácido utilizado y agregar anaranjado de metilo. Continuar la titulación hasta la aparición del color canela. Registrar el volumen total de ácido sulfúrico utilizado para la titulación

Cada ml de ácido sulfúrico 1 N es equivalente a 56.11 mg de alcali total, calculado como KOH.

CARBONATOS.

Cada ml de ácido sulfúrico utilizado entre la fenolftaleína y el ana

ranjado de metilo, es equivalente a 138.2 mg de K_2CO_3 .

SUSTANCIAS INSOLUBLES.

(15) Una solución de 1:20, debe ser clara y sin color.

HIDROXIDO DE SODIO.

IDENTIFICACION.

Una solución de 1:25, da prueba positiva para sodio.

ARSENICO

Disolver 1 g en 10 ml de agua y neutralizar con ácido sulfúrico. Proseguir como lo indica el método general. (pag. No. 81).

METALES PESADOS.

Disolver 670 mg de muestra en una mezcla de 5 ml de agua y 7 ml de ácido clorhídrico al 10 %. Calentar a ebullición, enfriar y diluir a 25 ml. proseguir por el método general. (pag. No. 84).

DOSIFICACION.

Disolver alrededor de 1.5 g de muestra, exactamente pesados, en 40 ml de agua recién hervida y fría. Agregar fenolftaleína (grado reactivo) y titular con ácido sulfúrico 1 N. Cuando el color rosa haya desaparecido, registrar el volumen de ácido utilizado y agregar entonces anaranjado de metilo (grado reactivo) y continuar la titulación, hasta el vire color canela. Registrar el volumen total de ácido utilizado en la titulación.

Cada ml de ácido sulfúrico 1 N, es equivalente a 40 mg de alcali total, calculado como NaOH.

CARBONATOS.

Cada ml de ácido sulfúrico 1 N utilizado entre la fenolftaleína y -

el anaranjado de metilo, es equivalente a 106.0 mg de Na_2CO_3 .

MATERIAS ORGANICAS Y SUSTANCIAS INSOLUBLES.

Una solución de 1:20, debe ser clara y sin color.

(15)

ACIDO CITRICO,

IDENTIFICACION,

Materia orgánica, - 1 g de muestra, no debe dejar ningún residuo ponderable, después de la calcinación,

Ión cítrico, - Las soluciones de citratos, producen un precipitado blanco cristalino, el cual es insoluble en hidróxido de sodio al 10 %, pero soluble en ácido clorhídrico al 10 %. A una solución de la muestra (1:10), agregar 1 ml de cloruro de calcio (grado reactivo) y 3 gotas de azul de bromotimol, acidificar ligeramente con ácido clorhídrico al 10 %, agregar hidróxido de sodio 1 N, hasta que el color cambie a azul claro, entonces hervir por 3 minutos, agitando durante el calentamiento, un precipitado aparece en el líquido como resultado,

ARSENICO,

Proceder como en el método general, (pag. No.81).

METALES PESADOS,

Seguir el método general (pag. No.84).

HUMEDAD,

En el producto anhidro, se determina por el método de Karl-Fischer, (pag. No.91).

DOSIFICACION,

Disolver 3 g de muestra en 100 ml de agua destilada y valorar con hidróxido de sodio 1 N y azul de timol como indicador, hasta el vire del -

amarillo al gris.

1 ml de hidróxido de sodio 1 N = 0.06402 g de $C_6H_8O_7$.

Azul de tímolo. - Calentar 0.1 g de azul de tímolo con 4.3 ml de hidróxido de sodio 0.05 N y 5 ml de alcohol al 90 %. Cuando se haya disuelto, enrasar a 250 ml con alcohol al 20 %.

ACIDO OXALICO.

Disolver 1 g de muestra en un ml de agua y 1 ml de alcohol al 95 %; añadir después 0.2 ml de una solución de cloruro de calcio al 10 %. Dejar reposar durante 1 hora. La solución debe permanecer clara.

CALCIO Y FIERRO.

Seguir el método de identificación de impurezas (pag. No.77).

SULFATOS.

Aplicar el método de impurezas a 2.5 g de muestra. (pag. 80).

SUSTANCIAS FACILMENTE CARBONIZABLES. (ácido tartárico, azúcar.)

A 0.5 g de muestra, se agregarn 5 ml de ácido sulfúrico concentrado y se ponen durante 15 minutos, sobre un baño maría a ebullición. - La mezcla puede adquirir a lo sumo, un tono amarillo claro, pero no debe dar un color amarillo oscuro, castaño ó negro.

(15)

BIBLIOGRAFIA.

- 1) -Chataway, H. D. (1923) *Canad. J. Res* 6, 540 (1933) *Canad. J. Res* — 8, 435; (1935) *Canad. Bee. J.* 43 (8) 215 Seulement.
- 2) -Hadorn H. (1961), *Mitt Gebiete Lebensum. u. Hyg* 52, 67.
- 3) -Kiermeir F., Koberlein W. (1954), *Z. Unters. Lebensmitt.* 98, 329.
- 4) -Lane J. H. Eynon L. (1923), *J. Soc. Chem. Ind.* 42, 32T, 143T, 463T.
- 5) -Schade J. E. Marsh G. L. Eckert J. E. (1958), *Food Research*, 23, 446.
- 6) -Turner J. H. Rebers P. A. Barrick P. L. Cotton R. H. (1954), *Anal. — Chem.* 26 898.
- 7) -Walker H. S. (1917) *J. Ind. Eng. Chem.* 2, 490.
- 8) -Wedmore E. B. (1955) *Bee World* 36, 197.
- 9) -White J. W. Kushnir T. Subors M. H. (1964), *Food Technol.* 18, 555.
- 10) -White J. W. Parent F. W. (1959) *J. A. O. A. C.*, 42, 344.
- 11) -Winkler O. (1955) *Z. Lebensum. Untersuch. U. Forsch.* 102, 161.
- 12) -The Pharmacopoeia of the United States of America. Eighteenth Revision Official From September, 1970.
- 13) -Byron H. Webb, Arnold H. Johnson. *Fundamentals of Dairy Chemistry*, The Avi Publishing Company Inc.

- 14) -William Horwitz, Editor, Peter Chichilo and Helen Reynolds Associate Editors. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Eleventh Edition., 1970.
- 15) -Food Chemicals Codex . First Edition, Prepared by the Committee on Specifications of the Food Chemicals Codex of the Food Protection — Committee National Academy of Sciences, National Research Council - Publication 1406 Washington, D. C. 1966,
- 16) -Farmacopea Nacional de los Estados Unidos Mexicanos, Cuarta Edición. México, 1974.
- 17) -Arnold H. Johnson, Ph. D., Martin S. Peterson Ph. D. Encyclopedia of Food Technology. The Avi Publishing Company Inc, Westport, Connecticut, 1974.
- 18) -Mario Ramos Córdova, Manual de Metodos de Análisis de Leche y Lacticiños, México D. F., 1976.
- 19) -Mario Ramos Córdova, Jefe por oposición, de los Laboratorios de la Asociación Nacional de Productores de Leche Pura, A. C. de México D. F. Leche su producción higiénica y control sanitario.
- 20) -John A. Nelson, Ph. D., G Malcolm Trout, Ph. D. Judging Dairy Products. Fourth Edition-Revised 1964. Copyright 1965- The Olsen Publishing Co. Milwaukee, Wis 53212 All rights reserved.
- 21) -Methods of Vitamin Assay Third Edition, Prepared and edited by The

Association of Vitamin Chemists, Inc. Myer Freed, Chairman. Methods Committee, 1966, a division of John Wiley & Sons., New York, London, Sydney.

- 22)—Mannings, P. B., Coulter, S. T. and Jenness, R. : Determination of Nitrate and Nitrite in Milk and Dry Milk Products. *J. Dairy Sci.* 51, No 11 (1968) 1725.
- 23)—Usher, C. D. and Telling, G. M. : Analysis of Nitrate and Nitrite in Foodstuffs : a critical Review. *J. Sci. Fd. Agric.*, 26 (1975) 1973.
- 24)—Rowland, S. J., The Determination of the Nitrogen Distribution in Milk, *Jour. Dairy Res.* 9 (1938) 42.
- 25)—Official Methods of Analysis, A. O. A. C. , Washington D. C., 12th. — ed. (1975) 7.088.
- 26)—Brammel, W. S., Collaborative Study of a Potentiometric Titration Method for Determining the Sodium Chloride Content of Canned Vegetable Products, *J. A.O. A. C.*, 54, 1 (1971) 56.
- 27)—Maurice Pinta. Recherche et dosage des éléments traces Duod, Paris, 1962, pag. 187.
- 28)—G. Charlot. Les méthodes de la Chimie analytique, 4me éd. 1961 Masson pag. 738-739.
- 29)—Chemist Analyst. The J. T. Baker Professional Journal since 1911, July 1962, vol. 52, No. 3, pag. 88-94.

- 30) — F. Vydra and M Kapanica : 1,10-Phenanthroline as an Analytical Reagent : Recent Advances.
- 31) — J. Hoste, J. Eeckhout, J. Gillis. Spectrophotometric Determination of Copper with Cuproline, *Analytica Chimica Acta*, 9, 263 (1953).
- 32) — DGF Einheitsmethoden C - VI 6a.
- 33) — Hadorn H. ; Biefer K. W. ; Suter H. ; *Z. Lebensm. Unt. u. Forsch.*, 104 (1956), 322. méthode de Wheeler modificado.
- 34) — Méthodes d'analyse unifiées des matières grasses et des savons UICPA (IUPAC), II D 1, Butterworths, London (1973).
- 35) — Food Chemical Codex, 2a. ed. (1972).
- 36) — AOCS, Official Methods.
- 37) — Información proporcionada por la Cia. Nestlé, S. A.