



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO

---

**FACULTAD DE QUÍMICA**

RECICLAJE E INDUSTRIALIZACIÓN DE RESIDUOS  
SÓLIDOS ORGÁNICOS.

CASO: CASCARÓN DE HUEVO DE GALLINA

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

**QUÍMICA DE ALIMENTOS**

P R E S E N T A:

**PATRICIA NATZY ARAGÓN ARCE**





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.



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.

**JURADO ASIGNADO:**

**PRESIDENTE:**       **Profesor:** Selma Sonia Sosa Sevilla

**VOCAL:**               **Profesor:** Marcos Francisco Báez Fernández

**SECRETARIO:**       **Profesor:** Miguel Ángel Hidalgo Torres

**1° SUPLENTE:**       **Profesor:** Dulce María Gómez Andrade

**2° SUPLENTE:**       **Profesor:** Patricia Severiano Pérez

**LUGAR DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:** Laboratorio. 201 edif. B, Facultad de Química

**ASESOR DEL TEMA**

**SELMA SONIA SOSA SEVILLA**

**SUSTANTE**

**PATRICIA NATZY ARAGÓN ARCE**



*.....Con cariño y amor.....*

A mi madre y abuela: Sra. (s). Patricia Arce Jaimes y Julia Jaimes Núñez; A mi querida familia el Sr. Raúl Pineda Sánchez, Daniel, Emiliano y Mateo, mi bisabuela Jovita Núñez, mi tía Flor y moni, al Sr. Daniel Aragón.

Al Sr. Francisco Méndez y familia.

A mis amigas de carrera Rosa, Fabi, Eli, Yess.

A mi directora de tesis Q. Selma Sonia Sosa Sevilla.

A mis amigos Alejandro, Lulú y Javier.

A mi novio Fernando Muñoz y familia.

Gracias por su amor, cariño, consejos, comprensión, apoyo incondicional, amistad, paciencia y sobre todo por ser parte de mi vida.

*.....Gracias mis amores.....*

# *Agradecimientos*

Primeramente a Dios por permitirme la vida y darme la fortaleza para concluir satisfactoriamente esta faceta de mi vida.

A la querida Universidad Nacional Autónoma de México y Facultad de Química que me forjaron como estudiante y ahora como profesionista.

A mi queridísima directora de tesis y amiga en estos últimos años Q. Selma Sonia Sosa Sevilla que sin su experiencia, consejos, apoyo y atenciones este proyecto no sería posible.

Al Dr. Blas Flores Pérez jefe del departamento de Química Orgánica por su invaluable cooperación en la autorización de análisis instrumentales realizados por la Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación, de la Facultad de Química de la UNAM, así como a las profesoras Margarita Portilla y Cecilia Salcedo.

Al M.C Ma. María del Rayo Salinas y Eduardo Marambio, al laboratorista Née Rodríguez Cruz y Concepción por hacer de mi estancia en el laboratorio 201 un ambiente de amistad, buen humor y apoyo.

Al laboratorista Alberto del lab-C/1 por su apoyo para la utilización de muflas de dicho laboratorio.

Al Dr. E. Octavio Reyes Salas por su apoyo en el donativo de reactivos y por apoyarme en mi estancia estudiantil.

A la Dra. Patricia Severiano Pérez, así como al panel de Evaluación Sensorial de la Facultad de Química por su apoyo y colaboración en la realización de las pruebas sensoriales.

A mis profesores de carrera y jurado que me apoyaron e impartieron sus conocimientos.

## Í N D I C E

CONTENIDO	PÁGINA
RESUMEN.....	1
1. INTRODUCCIÓN.....	3
2. OBJETIVOS	
2.1 OBJETIVO GENERAL.....	5
2.2 OBJETIVOS PARTICULARES.....	5
3. ANTECEDENTES.....	7
3.1. Perspectiva de reciclaje de desechos sólidos.....	7
3.2. Definición y características del huevo.....	8
3.3. Organización y estructura del huevo.....	10
3.4. Composición química y estructura del cascarón de huevo.....	12
3.5. Aparato reproductor de la gallina y formación de las partes del huevo.....	16
3.6. Producción, consumo y generación de residuos de cascarón de huevo de gallina.....	21
3.7. Cascarón de huevo de gallina como sustituto de piedra caliza.....	22
3.8. Síntesis de sales inorgánicas.....	23
3.9. Parámetros toxicológicos y nutricionales.....	26
3.10. Aditivos alimentarios.....	29
3.10.1. Coadyuvante de elaboración.....	29
3.10.2. Normatividad de aditivos.....	29
3. 11. Evaluación sensorial de los alimentos.....	32

## Í N D I C E

CONTENIDO	PÁGINA
3.12. Utilización de los diferentes fosfatos de calcio.	
3.12.1. En la formulación de polvos de hornear y su aplicación en productos de panificación.....	37
3.12.2. Como fuente de nutrimentos.	
Minerales.....	43
Propiedades químicas y funcionales de los minerales.....	44
Sales de fosfato de calcio utilizadas como fuente de minerales en diferentes productos alimenticios.....	46
3.12.3. Como aditivos alimentarios.....	48
3.13. Métodos de análisis.	
3.13.1. Volumetría ácido–base	
Determinación de carbonatos y bicarbonatos.....	53
3.13.2. Volumetría de formación de complejos.....	56
3.13.3. Espectroscópicos	
Determinación de Hierro.....	60
Determinación de Fósforo.....	61
3.13.4. Determinación de Sulfatos por gravimetría.....	62
3.13.5. Análisis térmico diferencial (D.T.A).....	63



## Í N D I C E

CONTENIDO	PÁGINA
3.13.6. Determinación de estructuras cristalinas por difracción de rayos X.....	64
4. METODOLOGÍA.....	65
4.1. % En peso de las partes principales del huevo.....	67
4.2. % Recolección de residuos y tratamiento.....	67
4.3. Caracterización química de cascarón blanco de huevo de gallina.	
4.3.1. Determinación de $\text{Ca}^{2+}$ y $\text{Mg}^{2+}$ .....	69
4.3.2. Determinación de Fósforo.....	69
4.3.3. Determinación de Hierro.....	71
4.4. Calcinación de cascarón y determinación del % de ceniza.....	73
4.4.1. Obtención de carbonato de sodio a partir de la recolección del dióxido de carbono liberado en la calcinación de cascarones de huevo.....	73
4.5. Formación de hidróxidos a partir de la ceniza.....	74
4.6. Caracterización química de materia prima para síntesis de sales de fosfato de calcio.	
4.6.1. Determinación de $\text{Ca}^{2+}$ y $\text{Mg}^{2+}$ .....	74
4.6.2. Determinación de Fósforo.....	76
4.6.3. Determinación de Hierro.....	77

## Í N D I C E

CONTENIDO	PÁGINA
4.7. Síntesis de sales inorgánicas.	
4.7.1 Síntesis de Fosfato monocálcico monohidratado.....	78
4.7.2. Síntesis de Fosfato dicálcico anhidro y obtención de Pirofosfato de calcio.....	79
4.7.3 Síntesis de Fosfato tricálcico y Fosfato $\beta$ -tricálcico.....	80
4.7.4 Síntesis de Hidroxiapatita.....	80
4.8 Caracterización química de los productos sintetizados	
4.8.1. Determinación de $\text{Ca}^{2+}$ .....	81
4.8.2. Determinación de Fósforo.....	82
4.9. Análisis de una muestra comercial de polvo de hornear	
4.9.1. Determinación del % ceniza.....	84
4.9.2. Determinación de $\text{Ca}^{2+}$ total en ceniza de polvo de hornear.....	84
4.9.3. Determinación de Fósforo en polvo de hornear.....	84
4.9.4. Determinación de Bicarbonato de sodio.....	85
4.9.5. Determinación de Sulfatos.....	85
4.10. Síntesis de alumbre de sodio.....	86
4.11. Formulación de polvo de hornear.....	86

## Í N D I C E

CONTENIDO	PÁGINA
4. 12. Aplicación del polvo de hornear en la elaboración de pan.....	87
4.13. Evaluación sensorial.	
4.13.1. Prueba triangular.....	88
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	90
6. CONCLUSIONES.....	136
7. ANEXOS.....	139
8. BIBLIOGRAFÍA.....	149

## R E S U M E N

El presente trabajo se realizó en tres secciones:

### PRIMERA:

- ★ Se caracterizó la composición química de cascarón blanco de huevo de gallina (libre de membranas testáceas), de diferentes marcas y regiones: Calvario®, Bachoco®, San Juan® (obtenidos en tiendas de abasto en Cuautla Morelos y supermercados de la Delegación Coyoacán) y un lote 2 (recaudado de un negocio de comida localizado en Cuautla del cual se desconoce las marcas que lo componen).
- ★ Se recolectó y procesó residuos de cascarón de huevo de gallina para la obtención de cenizas ricas en óxido de calcio y mediante su hidratación el respectivo hidróxido. Por otra parte se trató la membrana externa testácea, debido a su composición colagenosa.<sup>1</sup>
- ★ Captación de dióxido de carbono como subproducto de la calcinación del cascarón de huevo para la obtención de carbonato de sodio.

### SEGUNDA:

- ★ Se sintetizó y caracterizó fosfatos de calcio, utilizando el óxido de calcio o hidróxido de calcio obtenido del reciclaje y procesamiento de cascarón, los compuestos sintetizados fueron los siguientes:
  - Fosfato monocálcico monohidratado, con una pureza de 99.42% de calcio y 96.57% de fósforo con respecto al compuesto químico.
  - Fosfato dicálcico dihidratado con agua de humedad en el producto final, se envió un muestra a la USAI (Unidad de Servicios de Apoyo a la Investigación, de la Facultad de Química de la UNAM) para la realización del análisis térmico diferencial correspondiente, el producto obtenido se convierte a pirofosfato de calcio a 318.81°C, por tanto, las muestras sometidas a una temperatura de 250°C y 400°C no pueden ser consideradas como tal.

<sup>1</sup> Como parte del Servicio Social se hidrolizó vía ácida las membranas testáceas (ricas en colágeno) para la obtención de una mezcla de clorhidratos de aminoácidos, misma que fue precipitada con amoníaco al punto isoeléctrico del aminoácido glicina.

- Fosfato tricálcico con impurezas de CaO, una muestra fue sometida a tratamiento térmico obteniendo una mezcla de  $\beta$ -fosfato tricálcico y pirofosfato de calcio.
- Se propuso la síntesis de hidroxiapatita por vía húmeda, obteniendo oxiapatita y apatita.
- Se generó otro tema de investigación y de tesis ya que la hidroxiapatita y el  $\beta$ -fosfato tricálcico son compuestos de interés médico.

**TERCERA:** Como parte aplicativa del presente trabajo, se desarrolló lo siguiente:

- ★ Se determinó la composición química de polvo de hornear marca Royal®.
- ★ Debido a la controversia en la bibliografía, se comprobó la estequiometría de reacción entre fosfato monocálcico y bicarbonato de sodio siendo de 3:7, con una cuantitatividad de 66.0% a temperatura ambiente y con la generación de los productos que se citan en los antecedentes del presente trabajo.
- ★ Se sintetizó sulfato de sodio y aluminio dodecahidratado  $\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , ya que es un ingrediente en la formulación de polvos de hornear y no se contaba con dicha sal en el laboratorio.
- ★ Se formularon tres polvos de hornear de doble acción, utilizando como ingredientes sulfato de sodio y aluminio, fosfato monocálcico monohidratado (ambos sintetizados en el laboratorio), bicarbonato de sodio y carbonato de calcio.
- ★ Se elaboraron panqués utilizando polvo de hornear marca Royal® y los tres polvos de hornear formulados, de acuerdo al análisis sensorial (pruebas triangulares<sup>2</sup>) se encontró que no existe diferencia significativa entre panqués elaborados con polvo de hornear marca Royal® y panqués elaborados con polvo de hornear cuya formulación sea de 10-14.29% de fosfato monocálcico monohidratado, 18.74% de iones sulfatos y el respectivo porcentaje de bicarbonato de sodio requerido para la neutralización de los leudantes anteriores.

<sup>2</sup>Las pruebas triangulares se realizaron con el apoyo de 19 jueces entrenados pertenecientes al panel del área de Evaluación Sensorial de la Facultad de Química.

## 1. INTRODUCCIÓN

La piedra caliza es una roca compuesta por lo menos del 50% de carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) principalmente en forma de calcita, con trazas variables de impurezas como alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), sílice ( $\text{SiO}_2$ ), hidróxidos o sulfuros de hierro y trazas de metales pesados debido a su extracción de los yacimientos. La composición química y las impurezas dependen de la naturaleza de la roca.<sup>44</sup>

La piedra caliza es utilizada para la fabricación de diferentes variedades de cal, usadas en la industria de la construcción, agrícola (alimento para ganado), química, metalúrgica y otras áreas como la artesanal.

El cascarón de huevo es una biocerámica, compuesta de 1.60% de agua, 3.30% de materia orgánica y 95.1% de minerales de los cuales, 93.6% corresponden a carbonato de calcio en forma de calcita, 0.80% de carbonato de magnesio y 0.73% de fosfato tricálcico, su rica composición en carbonato de calcio permite utilizarlo como fuente del mismo.<sup>43</sup>

El cascarón blanco de huevo de gallina, libre o no de membranas testáceas, se calcina por encima de  $850^\circ\text{C}$ , para obtener cenizas ricas en óxido de calcio, óxido de magnesio, óxido de hierro y pentóxido de fósforo, provenientes de la descomposición térmica de carbonatos y fosfatos presentes en dicho residuo.

Los diferentes gases generados en la calcinación pueden ser captados por un sistema de recolección, siendo el dióxido de carbono el de mayor interés ya que es uno de los gases que contribuye a la contaminación atmosférica y al calentamiento global.

En el presente trabajo se consideran las cenizas como óxido de calcio o cal viva de alta pureza, incluso de mejor calidad que las obtenidas de la calcinación de piedra caliza por su bajo contenido en hierro y otras impurezas dado su origen.

[Actualmente en México los residuos de cascarón son utilizados principalmente en el enriquecimiento de compostas y para fines decorativos, con el objetivo de ampliar el panorama de reciclaje de dichos residuos se propone lo siguiente:

- Calcinación de residuos de cascarón para la obtención de cenizas o cal, baja en magnesio, hierro y libre de metales pesados.
- Obtención de carbonato de sodio a partir de la captación de dióxido de carbono, generado de la calcinación de cascarón.
- Utilización de cenizas hidratadas en la síntesis de diferentes fosfatos de calcio u otras sales inorgánicas de calcio.
- Aplicación o utilización de los productos obtenidos en el área de alimentos.
- Obtención de biomateriales o cerámicas de fosfatos de calcio, como hidroxiapatita (HA) y fosfato tricálcico beta ( $\beta$ -TCP).
- Posible utilización de la membrana testácea externa como fuente de colágeno, hidrolizados de colágeno o aminoácidos libres, para su aplicación en áreas farmacéuticas, alimenticias u otras como por ejemplo, la electrónica.

## 2 . O B J E T I V O S

### 2.1 Objetivo general.

Recuperación de óxido de calcio a partir de cascarón blanco de huevo de gallina; como alternativa de reciclaje e industrialización del mismo.

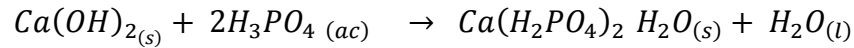
### 2.2. Objetivos particulares.

- ★ Recolectar y procesar residuos de cascarón de huevo para su transformación en cal viva y/o cal apagada y su caracterización.
- ★ Diseñar un sistema de recolección de subproductos de la calcinación de cascarón de huevo.
- ★ Establecer los métodos analíticos para el análisis de calcio, magnesio, hierro y fósforo en las diferentes matrices: cascarón, cenizas de los mismos y sales de fosfato de calcio.
- ★ Caracterizar la composición química de cascarón de huevo blanco de gallina libre de membranas testáceas.
- ★ Síntesis y caracterización de sales de fosfato de calcio a partir de cales o cenizas obtenidas de la calcinación de cascarón.



★ Establecer un método de síntesis para los siguientes fosfatos de calcio:

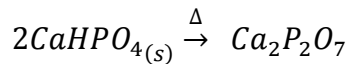
- Fosfato monocálcico monohidratado



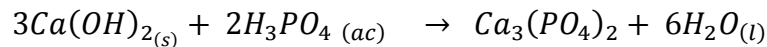
- Fosfato dicálcico anhidro



- Pirofosfato de calcio



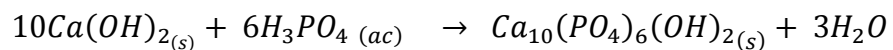
- Fosfato tricálcico



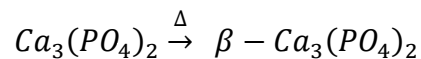
★ Utilización de fosfato monocálcico monohidratado como ingrediente en la formulación de polvos de hornear y su aplicación en la elaboración de productos de panificación.

★ Obtención de fosfatos de calcio de interés médico como:

- Hidroxiapatita



- $\beta$ -fosfato tricálcico



### 3 . A N T E C E D E N T E S

#### **3.1 PERSPECTIVA DE RECICLAJE DE DESECHOS SÓLIDOS.**

De acuerdo a datos de la Secretaría de Obras y Servicios del gobierno del Distrito Federal, México:

- Se estima que una persona genera 1.40 kilogramos de residuos sólidos diariamente.
- Sólo en el Distrito Federal se produce más de 12,000 toneladas de dichos residuos por día, concentrando casi la octava parte de los residuos producidos en todo el país y pueden clasificarse de la siguiente manera:
  - ✓ 43.0% residuos orgánicos (residuos de jardinería y de alimentos)
  - ✓ 18.0% papel y cartón
  - ✓ 8.0% vidrio
  - ✓ 9.0% plástico
  - ✓ 7.0% sanitarios
  - ✓ 5.0% aluminio
  - ✓ 2.0% ropa vieja
  - ✓ 2.0% fierro
  - ✓ 1.0% latas
  - ✓ 5.0% objetos diversos.

Como se observa en la estadística anterior, los residuos de alimentos son los que generan una mayor cantidad de basura, por tal motivo es primordial buscar una salida integral que contribuya al aprovechamiento máximo de éstos y la generación de nuevas alternativas de reciclaje e industrialización de cascarón de huevo de gallina, que se recicla esencialmente para usos de: composteo, decorativo, fuente de calcio en alimento de animales (harina de cascarón) y pasta de dientes debido a sus características abrasivas.

### **3.2 DEFINICIÓN Y CARACTERÍSTICAS DEL HUEVO.**

La NOM-159-SSA1-1996 define al huevo como el producto de la ovulación de la gallina (*Gallus domesticus*) y otras especies de aves que sean aceptadas para consumo humano.

De acuerdo a la NMX-FF-079-SCFI-2004 el huevo fresco de gallina se puede clasificar en cinco categorías de acuerdo a su peso (tabla No. 3.1) y 4 grados, México Extra, México 1, México 2 y sin categoría, conforme a las especificaciones que se citan en dicha norma.

Tabla No. 3.1 Categorías de huevo, por empaçado de origen.

<b>Tamaño</b>	<b>Peso mínimo por unidad (g)</b>	<b>Contenido neto mínimo por docena (g)</b>	<b>Contenido neto mínimo por caja (Kg)</b>
1 Extra grande	Mayor a 64	768	15.3 caja de 240 piezas
2 Grande	Mayor de 60 hasta 64	720	21.6 caja de 360 piezas
3 Mediano	Mayor de 55 hasta 60	660	19.8 caja de 360 piezas
4 Chico	Mayor de 50 hasta 55	600	18.0 caja de 360 piezas
5 Canica	Menor o igual a 50	.....	.....

Ref. NMX-FF-079-SCFI-2004.

La forma del huevo de gallina puede ser descrita como oval, su peso promedio es de 60.0 gramos y sus dimensiones son las siguientes:

- Volumen: 53.0 cm<sup>3</sup>
- Circunferencia longitudinal: 15.70 cm
- Circunferencia corta: 13.50 cm
- Área de superficie: 68. cm<sup>3</sup>

Las porciones de un huevo entero (100%) se encuentran distribuidas de la siguiente forma: <sup>(24)</sup>

- Cascarón: 10.30%
- Yema: 32.80%
- Clara: 58.50%

Cabe destacar que el huevo de gallina constituye uno de los alimentos más abundantes y comunes en la dieta de la población mexicana, su composición química es variada como se observa en la tabla No. 3.2. <sup>(26)</sup>

Tabla No. 3.2 Composición química del huevo de gallina.

Componentes	Clara %	Yema %	Huevo entero %
Agua	88.50	46.7	74.0
Proteína	10.0	16.0	13.0
Lípidos	0.03	35.0	11.0
Carbohidratos	0.80	1.0	1.0
Minerales	0.50	1.10	0.95

*Fuente: Ordóñez (1998).*

El huevo de gallina se puede clasificar en función del color del cascarón: blanco, amarillo o marrón. Aspecto dependiente de la raza, no así, el sabor y las propiedades nutritivas.

Los huevos marrones tienden a ser mayores, porque la raza de la gallina es más grande y por ende necesitan más comida para su crecimiento y desarrollo, factores que elevan el costo de dicho huevo.

La diferencia en costo del huevo marrón y blanco influye en la ideología del consumidor, al suponer que este tipo de huevo es más nutritivo o de mejor calidad que el huevo blanco. <sup>(24)</sup>

El color del cascarón es el resultado de la deposición de pigmentos durante la formación del huevo en el oviducto, su producción puede verse disminuida por la edad, estrés, enfermedades y agentes químicos. El tipo de pigmento depende de la raza y está genéticamente determinado. Todos los huevos son inicialmente blancos, el color marrón o café, es el resultado de la deposición de Protoporfirina-IX u Ovoporfirina, pigmento derivado de la degradación de la hemoglobina. <sup>(40)</sup>

### 3.3 ORGANIZACIÓN Y ESTRUCTURA DEL HUEVO.

El huevo está constituido por tres partes principales: cascarón, yema y clara, éstas a su vez se subdividen en otras más simples tal y como se observa en la figura No. 3.1.

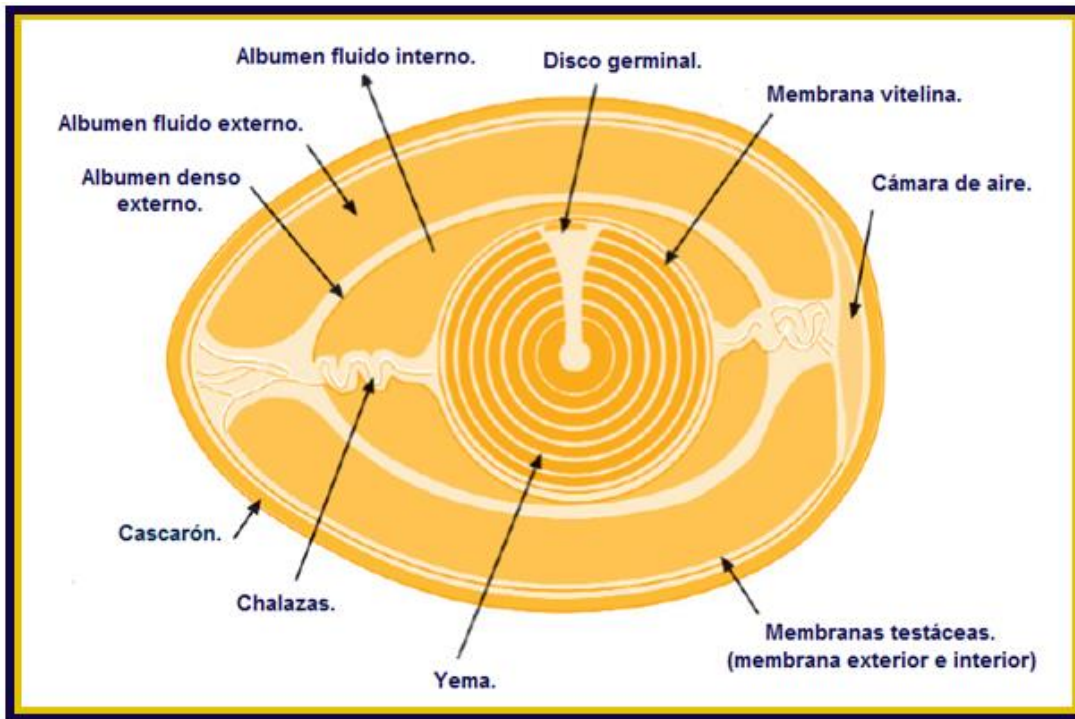


Fig. No. 3.1 Organización estructural del huevo de gallina. Tomada y modificada de Ranken (1993)

El cascarón de huevo es una biocerámica compuesta de una fase orgánica y otra inorgánica: la fase orgánica se origina a partir de las mamilas que forman la capa mamilar, constituida por un proteoglicano, del cual se desconoce con precisión el tipo de proteína presente y sulfato de queratán, estas mamilas son los centros de cristalización de carbonato de calcio en forma de calcita, dando lugar a la fase inorgánica o capa empalizada.<sup>(46)</sup>

Químicamente está compuesto de 1.60% de agua, 3.30% de materia orgánica y 95.1% de minerales de los cuales el 93.6% corresponden a carbonato de calcio en forma de calcita, 0.80% de carbonato de magnesio y 0.73% de fosfato tricálcico.<sup>(44)</sup>

Representa aproximadamente el 9.0-12.0% de peso del huevo entero, porcentaje equivalente a 5.0-7.0 g, según la raza de donde procede. <sup>(49)</sup>

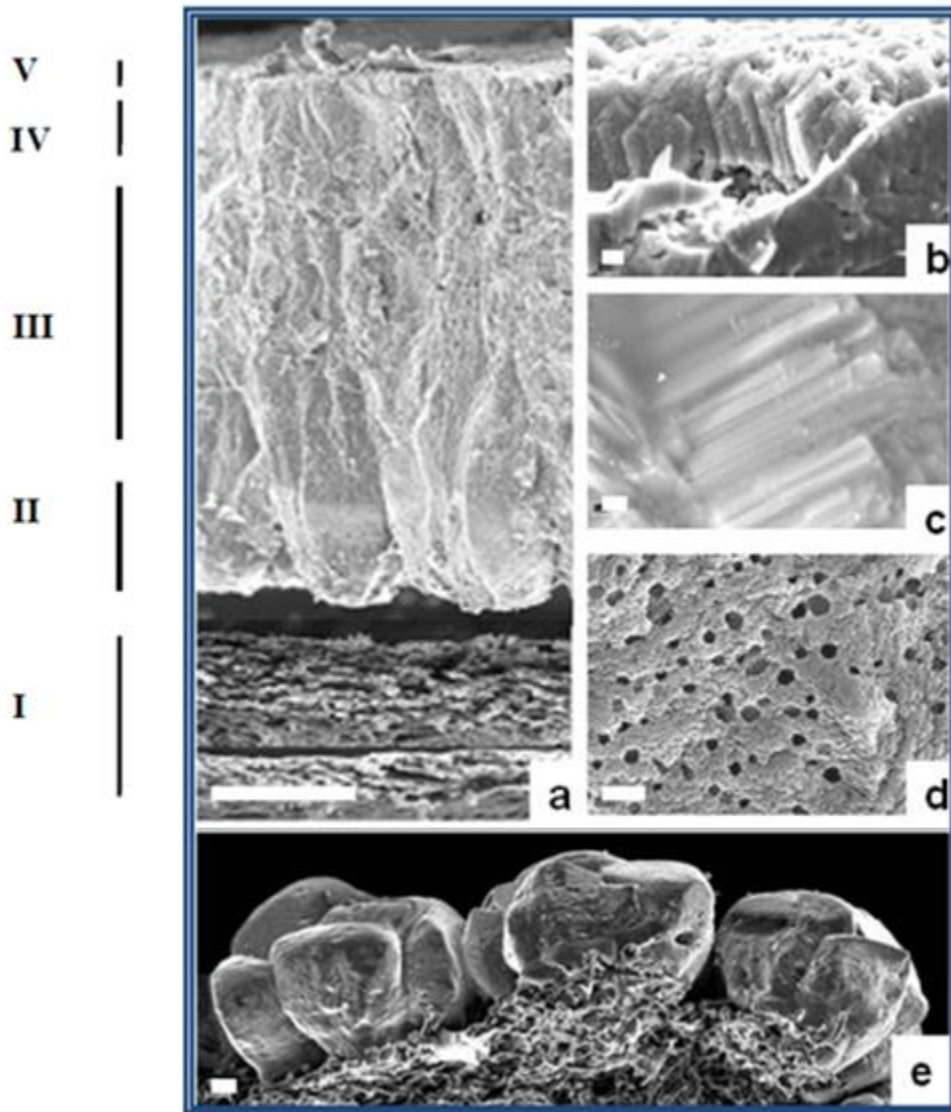
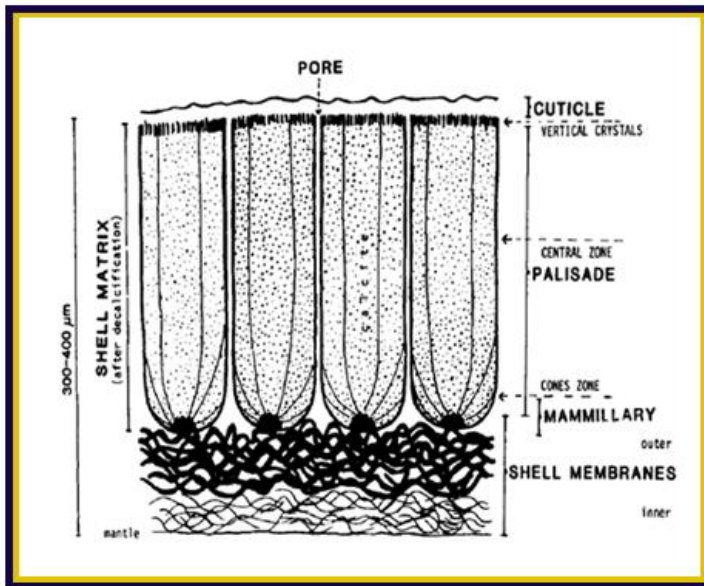


Fig. No. 3.2 Observación mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) de una sección transversal del cascarón de huevo de gallina. a) sección completa de cascarón de huevo donde se observan diferentes partes estructurales de éste. De abajo hacia arriba en a) aparecen las dos membranas del huevo (I), la capa mamilar (II), la capa empalizada formada por cristales columnares de calcita (III), la capa de cristales verticales (IV) y la cutícula (V); b) detalle de la capa de cristales verticales depositados sobre la capa palizada; c) detalle de la capa empalizada; d) detalle del núcleo mamilar ; e) cascarón de huevo en su etapa inicial de crecimiento, en la que se observan los agregados esféricos de cristales de calcita formando la capa mamilar depositada sobre las membranas no mineralizadas del cascarón. Hernández (2009)

### 3.4 COMPOSICIÓN QUÍMICA Y ESTRUCTURA DEL CASCARÓN DE HUEVO.

Estructuralmente el cascarón de huevo está constituido por cuatro capas como se muestra en la figura No. 3.3.



- a) membranas del cascarón (shell membranes)
- b) capa mamilar (mammillary)
- c) capa en empalizada (palisade)
- d) cutícula (cuticle)

Fig. No. 3.3 Estructura del cascarón de huevo de gallina. Arias (1991)

a) Membrana del cascarón (shell membranes).

Las membranas testáceas del huevo se encuentran dispuestas en dos capas, una interna de 20.0  $\mu\text{m}$  de grosor que está en contacto con la albúmina y otra externa de 50.0  $\mu\text{m}$  de grosor que está situada entre la zona mineralizada del cascarón y la membrana interna.

Estas dos membranas están en íntimo contacto en toda su extensión, excepto a nivel de la cámara de aire donde se encuentran separadas.

La membrana externa está constituida principalmente de colágeno tipo X, la porción más externa se compone de agregaciones pequeñas de material orgánico, llamadas mamilas las cuales originan la capa mamilar. <sup>(44)</sup>

## b) Capa mamilar (mamillary).

La capa mamilar corresponde a menos de 1/3 del grosor del cascarón (100.0  $\mu\text{m}$ ), está constituida por las mamilas lugar donde se inicia la mineralización, ya que son la base de las columnas cristalinas que a medida que crecen se fusionan entre sí. El crecimiento cristales hacia el interior del huevo está limitado por la formación adecuada de las membranas testáceas. <sup>(44)</sup>

Por estudios inmunocitoquímicos se ha determinado la presencia de sulfato de queratán en las mamilas del huevo blanco de gallina, huevo de codorniz, faisán y pavo, mientras que condroitin-6-sulfato en las mamilas del huevo de gallina pinta y pato. Como se mencionó anteriormente el sulfato de queratán forma parte del proteoglicano que conforman las mamilas y cuyo núcleo proteico aún no se encuentra caracterizado del todo. <sup>(44)</sup>

El sulfato de queratán es un glucosaminoglicano, la unidad disacárida está formada por una molécula de D-galactosa unida mediante un enlace  $\beta(1 \rightarrow 4)$  a una molécula de N- acetil- D-glucosamina- 6-sulfato. Esta última molécula de una unidad disacárida se enlaza con la siguiente unidad a través de un enlace  $\beta(1 \rightarrow 3)$  con una molécula de D-galactosa. La D-galactosa puede presentar un grupo sulfato en posición 6 e incluso muchas moléculas de sulfato de queratán contienen un exceso de galactosa, como se muestra en la figura No. 3.4. <sup>(18)</sup>

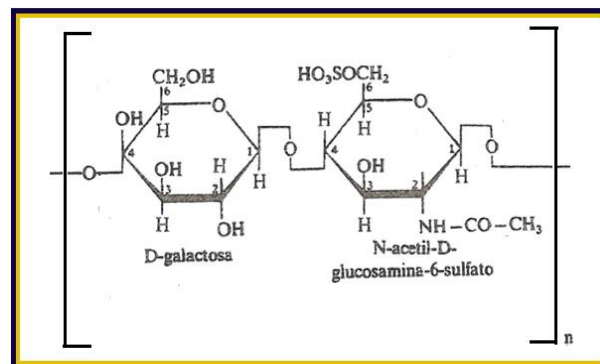


Fig. No. 3.4 Estructura del sulfato de queratán Herrera (1993)



La estructura y conformación de la capa mamilar son los factores determinantes de la solidez del cascarón, existe en efecto, una correlación entre la densidad de las mamilas (n° de mamilas por  $\text{cm}^2$ ) y la solidez del cascarón. <sup>(44)</sup>

c) Capa en empalizada.

Es la capa más gruesa del cascarón (200-350  $\mu\text{m}$ ), está compuesta por componentes orgánicos e inorgánicos en forma integrada. El componente inorgánico corresponde a carbonato de calcio en forma de calcita y el componente orgánico de mamilán o matriz del cascarón. <sup>(44)</sup>

La calcita (del latín *calx* que significa cal) es el polimorfo más estable del  $\text{CaCO}_3$ , tiene una estructura cristalina hexagonal, el cual se forma por capas alternas de grupos carbonato y calcio, apilándose a lo largo del eje c. <sup>(46)</sup>

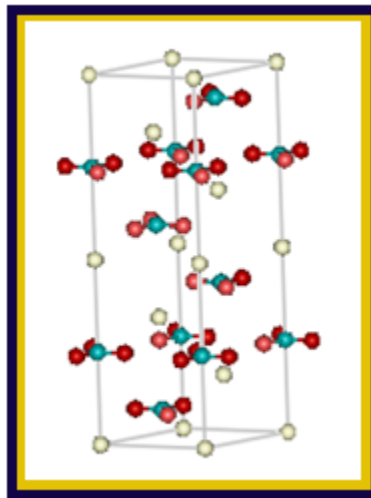


Fig. No. 3.5 Estructura de la calcita. Hernández (2009)

La falta de sellamiento entre columnas cristalinas vecinas favorece la formación de poros, mismos que atraviesan verticalmente esta capa y permiten el intercambio gaseoso con el exterior, se estima que el número de éstos varía entre 100-300 por  $\text{cm}^2$  de cascarón. <sup>(46)</sup>

d) Cutícula.

Es la capa exterior del huevo, su grosor es de 10.0  $\mu\text{m}$  en promedio, su composición es de 85-87% de proteínas, 3.5-4.4% de carbohidratos y 2.5-3.5% de lípidos, el principal componente proteínico es la mucina, glicoproteína que forma una película que cubre los poros preservando el interior del huevo de la contaminación microbiana y manteniendo la humedad del interior evitando la pérdida excesiva de agua. <sup>(44)</sup>

Otros aspectos a considerar son los siguientes:

- Su secreción cesa el depósito de calcio en la capa empalizada, porqué la región más interna forma agregados esféricos de cristales de «fosfato de calcio», los grupos fosfatos compiten por calcio.
- Contiene los pigmentos de los cascarones, en algunas especies alcanzan la zona superficial de la capa calcificada. <sup>(44)</sup>

La cutícula es frágil, vulnerable a los tratamientos utilizados para limpiar los huevos y a factores externos como humedad, desecación, luz y aire, se va destruyendo poco a poco dejando al cascarón descubierto y reduciendo notablemente la protección del huevo. <sup>(49)</sup>

### **3.5 APARATO REPRODUCTOR DE LA GALLINA Y FORMACIÓN DE LAS PARTES DEL HUEVO.** <sup>(2, 44,46)</sup>

Las gallinas alcanzan su madurez sexual entre las 24-28 semanas de edad, la mejora de las líneas genéticas ha permitido iniciar en promedio a las 20 semanas el ciclo de postura, el cual transcurre desde el inicio de la postura hasta la primera pelecha y puede variar entre 68 y 70 semanas, posterior a esto se prepararán las aves para un segundo ciclo el cual durará menor tiempo. <sup>(48)</sup>

Los sistemas de pelecha nacen de la decisión económica de mantener una parvada en producción, considerando aspectos como altos costos de pollas de reemplazo, altos costos del alimento, precios del huevo en el mercado y de las necesidades de colocación del producto en el mercado. <sup>(48)</sup>

La cantidad y peso de los huevos puede variar dependiendo de la línea genética, factores externos como los ambientales a los que se someten las aves y a la alimentación de las mismas. <sup>(40)</sup>

Las aves tienen un aparato reproductor formado por un solo ovario funcional, el izquierdo y un oviducto. El oviducto, en gallinas ponedoras, mide entre 60-80 cm de largo, tiene un peso aproximado de 40.0 g y se extiende desde el ovario a la cloaca.

Por su morfología y función, el oviducto se divide en las siguientes regiones: infundibulum, magnum, istmo, istmo rojo o glándula tubular del cascarón, útero o glándula del cascarón y vagina. Un corte transversal de cualquiera de estas regiones muestra siete capas que pueden ser agrupadas en un tejido secretor, muscular y conectivo.

Estas regiones con tamaños y funciones diferentes, actúan en conjunto para asegurar que el paso de la yema sea suave a través de éstas, se cree que las partes que conforman al huevo se mueven por acción peristáltica, ayudada por cilios de la pared interna del oviducto.

Todas las regiones excepto la vagina, están involucradas en el proceso de formación del huevo, en la figura No. 3.6 se muestra un esquema del oviducto de gallina.

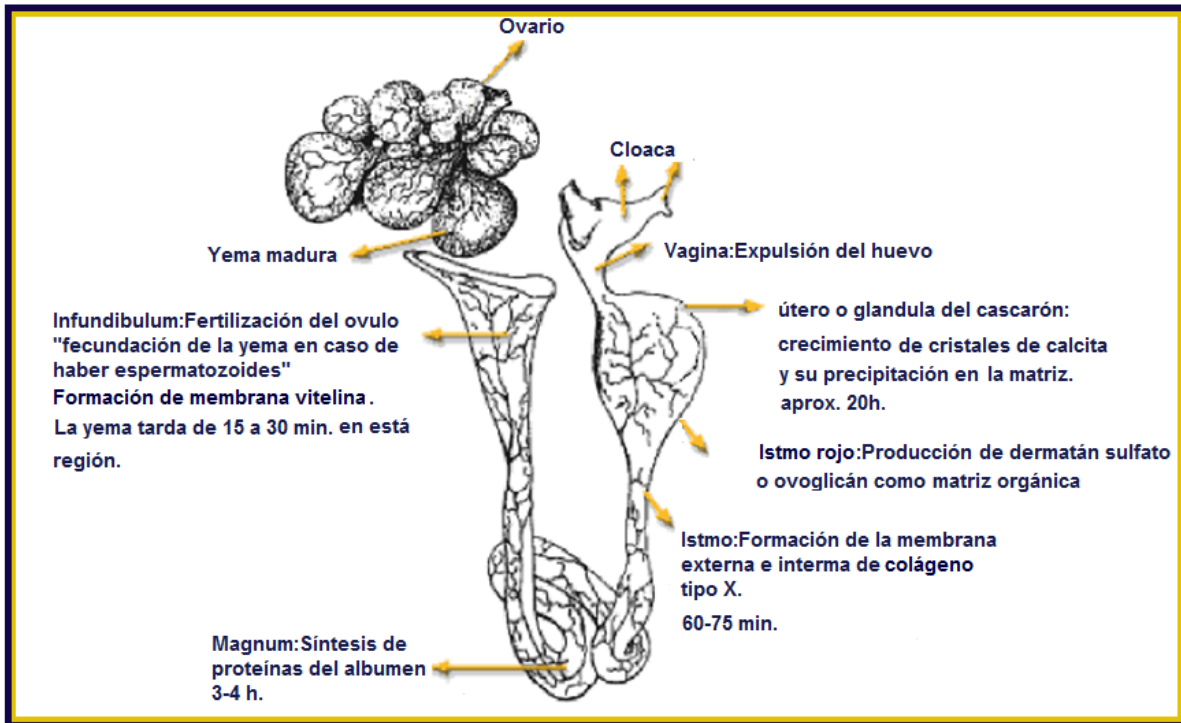


Fig. No. 3.6 Esquema del oviducto de gallina. Tomada y modificada de Hernández (2009)

A continuación se describirá la formación de las partes que constituyen al huevo, en un tiempo promedio de 24-26 horas, desde el momento en que el óvulo es liberado del ovario (ovulación) hasta que es expulsado por la vagina (ovoposición).

- Infundibulum:

Un pollo hembra, al nacer, tiene cerca de 3000 óvulos capaces de poder desarrollarse y formar un huevo. Llegada la pubertad, sólo algunos se desarrollan, la yema u óvulo se desprende de una envoltura llamada folículo de Graff y se deposita en el infundibulum, órgano hueco que mide aprox. 8.0-9.0 cm de largo con una terminación ancha en forma de embudo. La yema tarda en pasar a través de esta región alrededor de 15-30 minutos, en esta zona se produce la fecundación en caso de haber espermatozoides y la formación de otras estructuras como la membrana vitelina, después de este tiempo la yema llega al magnum.

- **Magnum:**

Porción más larga del oviducto, mide alrededor de 35.0 cm, en esta región son sintetizadas todas las proteínas del albumen, las cuales son liberadas por estimulación mecánica al comprimir los pliegues de esta sección al paso de las primeras partes del huevo. Estas proteínas permiten salvaguardar la calidad del huevo por su acción antimicrobiana, el huevo permanece de 3 a 4 horas en esta región, en el caso de que la yema haya sido fecundada estas proteínas servirán como fuente de proteína para el desarrollo del embrión.<sup>(8)</sup>

Existen diferentes tipos de células del magnum que sintetizan las diferentes proteínas del albumen:

- Células tipo A: ovoalbúmina
- Células tipo B: lisozima.
- Células epiteliales que tapizan la superficie del magnum: ovomucina y avidina.

- **Istmo:**

Es más angosto que el magnum y sus pliegues menos voluminosos, las glándulas tubulares del istmo son semejantes en apariencia a las del magnum, pero sus secreciones tienden a formar largos filamentos a diferencia de las masas amorfas características de la secreción del magnum, estas glándulas secretan las proteínas de la membrana interna y colágeno tipo X (principal componente de la membrana externa del cascarón).

- **Istmo rojo o Glándula tubular del cascarón:**

En esta sección ocurre el depósito de las mamilas (centros de nucleación de cristales de calcita) lugar donde se iniciará la mineralización del cascarón, presenta grupos químicos afines al calcio que podrían estar involucrados en la nucleación, como el ácido siálico que forma complejos.<sup>(2, 44,46)</sup>

El istmo rojo se encuentra tapizado por un epitelio columnar compuesto por células ciliadas y no ciliadas, bajo este epitelio se encuentran las glándulas tubulares las cuales inician la producción de sulfato de queratán por parte de las células no ciliadas. La producción sulfato de queratán es coincidente con la etapa de crecimiento de los cristales de calcita. Los cambios en el grado de sulfatación pueden de modificar la morfología de los cristales de calcita.

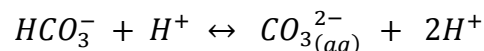
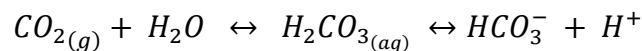
- Glándula del cascarón:

Al abandonar el istmo rojo el huevo alcanza la glándula del cascarón donde permanecerá aproximadamente 20.0 horas, en esta región ocurren dos fenómenos:

- Hidratación de las proteínas de la clara, lo que hace que el huevo tome estrecho contacto con la pared de esta región.
- Mineralización o biomineralización del cascarón que se produce por la precipitación de calcio, el calcio es liberado del fluido uterino.

La biomineralización del cascarón se produce en dos sucesos:

- 1) En la fase inicial de la formación del cascarón, la parte distal del útero secreta iones y agua, los cuales son bombeados hacia el cascarón, se piensa que los poros del cascarón también son formados como subproductos de este proceso.
- 2) El istmo rojo proporciona anhidrasa carbónica (AC), metaloenzima dependiente del zinc, la cual media las reacciones siguientes:



Los protones liberados por la reacción, inducen una acidosis en el ave. Como consecuencia, las gallinas ponedoras incrementan su actividad respiratoria por jadeo, al tiempo que los protones son excretados por el riñón, por lo que la orina

de una gallina ponedora es ácida durante el proceso de calcificación del cascarón. <sup>(2, 44,46)</sup>

La formación de cascarón implica la movilización de 2.0 g de calcio, que corresponde de un 8% a un 10% del contenido corporal de calcio. El depósito de calcio en el cascarón (150 mg/h) es tan rápido que obliga a la renovación total de calcio sanguíneo cada 12 h. Aunque la fuente principal de calcio proviene de la dieta, no todo el calcio que se deposita en el cascarón procede del intestino, una parte tiene su origen del esqueleto ya que durante la formación del cascarón, la retención intestinal de calcio pasa del 40 al 80%.

Durante las primeras horas la tasa de deposición de carbonato cálcico es muy lenta, luego se hace más intensa hasta llegar a 330 mg/h entre las 10 y 22 horas después de la ovulación. La calcificación del cascarón se produce mientras el huevo se encuentra bañado de fluido uterino en el cual los iones calcio y carbonato se encuentran en concentraciones tan elevadas, que superan cien veces el producto de solubilidad del carbonato de calcio, aunado a un proceso enzimático.

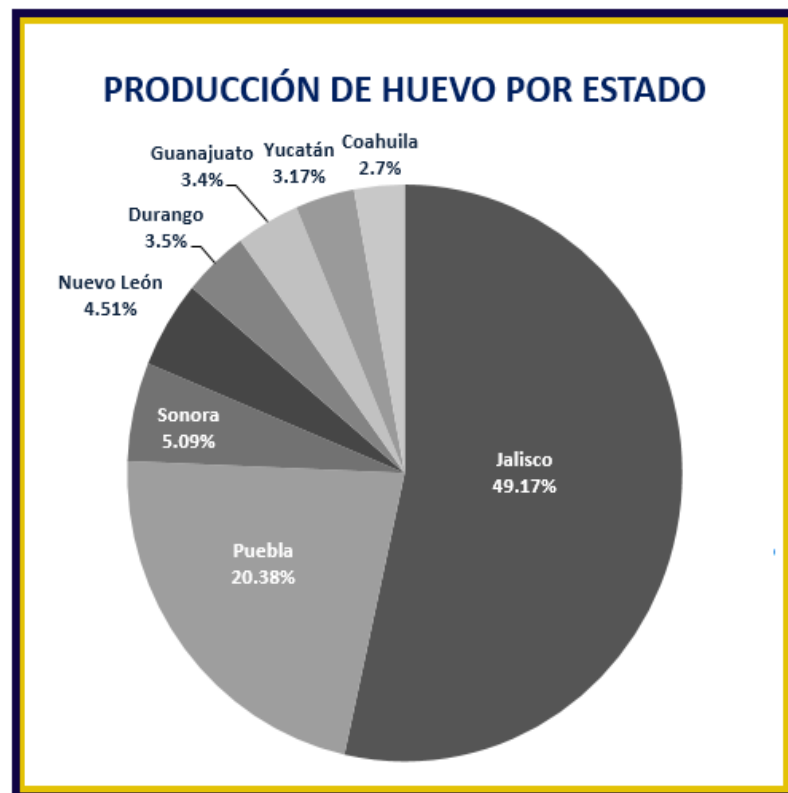


El cese de la mineralización, es debida a la presencia de grupos fosfatos que compiten por el ion calcio, la presencia de fósforo en las capas superficiales del cascarón junto con la fuerte modificación de la morfología de los cristales en la capa superficial refuerzan esta hipótesis. Durante las dos últimas horas de formación del cascarón, se detiene la mineralización y se inicia el depósito de la cutícula. Una vez depositada, la glándula del cascarón se contrae y expulsa el huevo hacia la vagina. <sup>(2,44, 46)</sup>

### 3.6 PRODUCCIÓN, CONSUMO Y GENERACIÓN DE RESIDUOS DE CASCARÓN DE HUEVO DE GALLINA.

Actualmente México es el primer consumidor de huevo en el mundo y 5<sup>to</sup> productor mundial del mismo, con respecto a países como China, EUA, India y Japón. (FAO 2011)

Datos de SAGARPA informan que en el 2012 se produjeron 2, 289,247 ton, siendo Jalisco el primer productor de huevo, con 49.17% de la producción total. En la siguiente gráfica, se muestran los principales estados productores de huevo a nivel nacional.



Gráfica No. 3.1 % producción de huevo de plato por estado con una producción total 2, 289,247 ton en el 2012 (SAGARPA).

Si se considera que tras la ruptura comercial se puede recuperar del 10-12% de peso sólo de cascarón, la cantidad de residuos generados en el 2012 sería aproximadamente de 274,709. 64 ton., cantidad no despreciable, de la cual no se acierta que cantidad fue reciclada de otros residuos orgánicos y utilizada en las aplicaciones ya antes mencionadas.



### **3.7 CASCARÓN DE HUEVO DE GALLINA COMO SUSTITUTO DE PIEDRA CALIZA.**

La piedra caliza es considerada un mineral no metálico, el término «caliza» hace referencia a rocas compuestas por lo menos del 50% de carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ), las calizas comerciales contienen cantidades variables de carbonatos de magnesio; cuando éste se encuentra en cantidades inferiores a 5.0% se dice que la caliza es rica en calcio en la cual el carbonato de calcio se encuentra principalmente en forma de calcita, una caliza que contenga entre 30% y 45% de carbonato de magnesio se clasifica como dolomítica. <sup>(45)</sup>

Otros componentes que pueden estar presentes como impurezas son alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), sílice ( $\text{SiO}_2$ ), hidróxidos o sulfuros de hierro. La composición química y las impurezas de la caliza dependen de la naturaleza de la roca, las impurezas se depositan naturalmente o durante alguna fase de la explotación de los yacimientos. <sup>(45)</sup>

De acuerdo al censo económico de 2009 del INEGI, fueron captadas 120 unidades mineras dedicadas a la extracción y actividades de piedra caliza y 66 plantas dedicadas a la fabricación de cal. La extracción de piedra caliza se encuentra distribuida en veinte estados de la República, en los que se observaron depósitos de este mineral. Las principales entidades federativas que cubren el 86.2% de la participación en producción de piedra caliza son Coahuila, Nuevo León, Puebla, Quintana Roo, Hidalgo, Jalisco, Estado de México, San Luis Potosí, Sonora, y Querétaro. La piedra caliza es utilizada en la fabricación de diferentes variedades de cal, de acuerdo a las necesidades, siendo el principal consumidor la industria de la construcción y agrícola (alimento para ganado). La piedra caliza también se usa para realizar actividades artesanales, así como las relacionadas con la producción de cal química o metalúrgica.

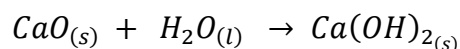
El cascarón de huevo blanco de gallina, libre o no de membrana externa e interna, se somete a calcinación a alta temperatura, para obtener cenizas de composición mayoritariamente de óxido de calcio y otras sales inorgánicas en menor proporción

como óxido de magnesio, óxido férrico y pentóxido de fósforo. Estas cenizas son de mayor pureza comparadas con las obtenidas de la calcinación de piedra caliza, dado a su origen. <sup>(7)</sup>



### **3.8 SÍNTESIS DE SALES INORGÁNICAS.**

El óxido de calcio (cal viva) se hace reaccionar con agua para obtener hidróxido calcio (cal apagada), como se muestra en la siguiente reacción:



El hidróxido de calcio es una base fuerte que reacciona con diferentes tipos de ácidos mediante reacciones ácido-base.

La síntesis de sales de fosfato de calcio se efectúa mediante:

- Precipitación continua de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  grado alimenticio al 85% y  $\text{Ca(OH)}_2$ .<sup>(31)</sup>
- Reacción de doble desplazamiento o reacción ácido-base, bajo control de parámetros tales como:
  - I. pH, como se puede observar en el diagrama de distribución de especies del ácido fosfórico (Fig. No. 3.7, ver pág. 24), cada especie prevalece a cierto pH, el cual es ajustado con la estequiometría de cada reacción ya que los productos son precipitados o sólidos insolubles.
  - II. Orden y tiempo de adición de los reactivos, temperatura de la mezcla.<sup>(31)</sup>
  - III. Tipo de disolvente para cristalización del producto.

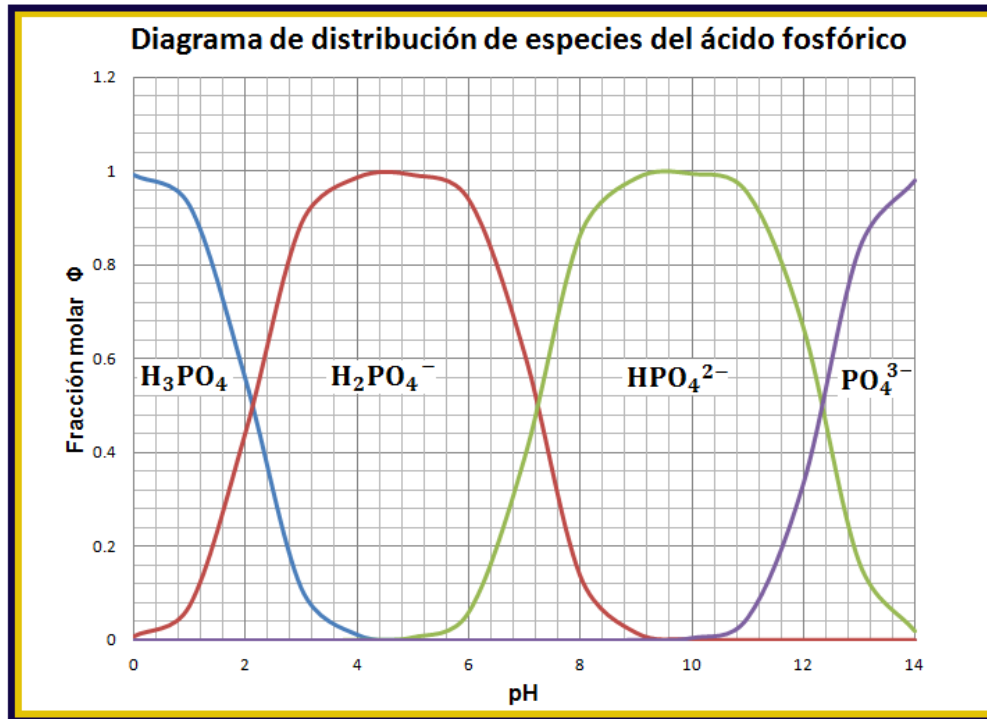
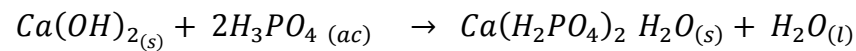


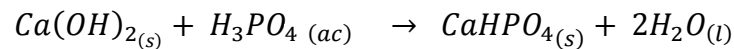
Fig. No. 3.7 Diagrama de distribución de especies en función del pH para el ácido fosfórico.

Las reacciones propuestas son las siguientes:

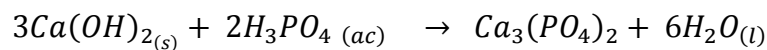
- Fosfato monocálcico monohidratado



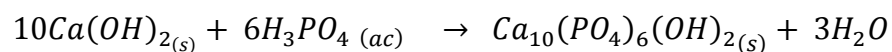
- Fosfato dicálcico anhidro



- Fosfato tricálcico

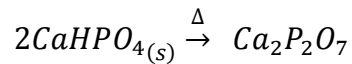


- Hidroxiapatita



Los fosfatos al someterlos a tratamientos térmicos pierden agua y a elevadas temperaturas pueden adquirir estructuras cristalinas o formar mezclas de diferentes compuestos de fosfatos, la relación atómica Ca/P del material inicial es el factor más importante, seguido de las condiciones de temperatura y presión del tratamiento térmico. <sup>(11)</sup>

- Pirofosfato de calcio



- $\beta$ -fosfato tricálcico

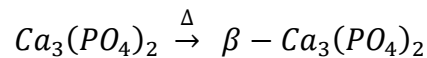


Tabla No. 3.3 Nombres y sinónimos para los diferentes fosfatos de calcio.

COMPUESTO	NOMBRES
$Ca(H_2PO_4)_2$	Monobasic calcium phosphate Calcium dihidrogen phosphate monocalcium phosphate
$CaHPO_4$	Dibasic calcium phosphate Calcium monohidrogen phosphate Dicalcium phosphate
$Ca_3(PO_4)_2$	Tribasic calcium phosphate Tricalcium phosphate
$Ca_2P_2O_7$	Calcium pyrophosphate Dicalcium diphosphate

### **3.9 PARÁMETROS TOXICOLÓGICOS Y NUTRICIONALES.**

#### **A) PARÁMETROS TOXICOLÓGICOS.** <sup>(4)</sup>

Para referirnos a la toxicidad de una sustancia se utilizan tres parámetros o criterios de toxicidad:

- Índices de toxicidad.
- Límites tolerables de exposición.
- Concentraciones máximas permisibles.

#### ➤ ÍNDICES DE TOXICIDAD

Son una medida cuantitativa de la toxicidad de una sustancia, se determinan experimentalmente en animales de laboratorio. Se distinguen tres tipos, índices de toxicidad aguda, subcrónica y crónica:

#### ❖ Índices de toxicidad aguda

DE<sub>50</sub> (dosis efectiva 50): expresa la cantidad de sustancia, en mg/Kg, que en determinadas condiciones experimentales produce efectos en el 50% de la población (especie animal determinada). Normalmente se considera una exposición crónica de 3 meses a 2 años.

DL<sub>50</sub> (dosis letal media): expresa la cantidad de sustancia, en mg/Kg, que produce la muerte del 50% de la población en estudio. El DL<sub>50</sub> es un criterio utilizado por la Unión Europea para la clasificación y etiquetado de productos químicos como muy tóxicos, tóxicos o peligrosos:

Tabla No. 3.4 Clasificación de productos químicos de acuerdo al valor de DL<sub>50</sub>. <sup>(4)</sup>

CLASIFICACIÓN	DL <sub>50</sub>	ESPECIE/VÍA DE ADMINISTRACIÓN
Muy tóxico	≤ 25 mg/Kg de peso	Rata/oral
Tóxico	25-200 mg/Kg de peso	Rata/oral
peligroso	200-2000 mg/Kg de peso	Rata/oral

❖ Índices de toxicidad subcrónica y crónica (dosis repetidas)

NOEL (dosis sin efecto): se define como la dosis máxima diaria expresada en mg/kg de peso corporal/día, que no produce efectos observables en el animal de prueba.

NOAEL (dosis sin efecto adverso observable): se define como la dosis máxima diaria expresada en mg/kg de peso corporal/día, que no produce efectos adversos observables en el animal de prueba.

LOAEL: se define como la dosis más baja capaz de producir efectos adversos.

➤ LÍMITES TOLERABLES DE EXPOSICIÓN

El límite tolerable de exposición, representa la dosis (expresada en mg/Kg/día) de un producto que puede ingresar al organismo diariamente durante toda la vida, sin que resulte perjudicial para la salud.

A partir de los valores experimentales de NOAEL y LOAEL se puede hacer una estimación de los límites tolerables de exposición, estos límites tolerables (permisibles) de exposición son distintos en las diferentes ramas de la toxicología (industrial, alimentaria, etc.) y también varían en su nomenclatura según el organismo internacional que los fija.

Por ejemplo, en toxicología alimentaria el criterio básico es la DDA (dosis diaria admisible) conocida también como IDA (ingesta diaria admisible, expresada en mg/peso corporal), se define como «la dosis de un producto que puede ser ingerida diariamente por un individuo durante toda su vida sin riesgo apreciable para su salud».

➤ CONCENTRACIONES MÁXIMAS PERMISIBLES

La concentración máxima permisible (CMP) es la concentración máxima de un tóxico o agente xenobiótico expresada en mg/Kg o mg/L, que se permite en un medio determinado, por ejemplo un alimento o agua.

En el caso de los pesticidas o residuos de medicamentos veterinarios se usa el término de LRM (límites máximos residuales).<sup>(4)</sup>

## B) PARÁMETROS NUTRICIONALES.

Las recomendaciones de nutrimentos se basan en estimaciones poblacionales en algunos casos se considera suficiente conocer el consumo promedio de la población para establecer una recomendación (ver tabla No. 3.5), éstas presuponen individuos sanos y el consumo de una dieta adecuada es decir no presenta deficiencias o excesos, es higiénica, equilibrada, variada, e inocua.<sup>(5)</sup>

Tabla No. 3.5 Definición de las ingestas nutrimentales de referencia (INR).

CONCEPTO	DEFINICIÓN
Requerimiento promedio (REP) Estimated average requirement (EAR)	Es aquel consumo que permite cubrir el requerimiento del 50% de los individuos de un determinado grupo de edad y sexo.
Ingestión diaria recomendada (IDR) Recommended dietary allowance (RDA)	Es el promedio diario de ingestión que permite cubrir el requerimiento del 98% de los individuos de una población determinada. La IDR es la base de estimación del REP y puede expresarse así:  IDR:REP + 2 desviaciones estándar del REP
Ingesta diaria sugerida (IDS) Adequate intake (AI)	Cuando no existe suficiente evidencia para determinar la IDR, la recomendación de consumo debe denominarse IDS. La IDS se determina con evidencias indirectas; por ejemplo las IDS de diversas vitaminas y nutrimentos inorgánicos para los menores de tres meses se establecen con base en el contenido de esos nutrimentos en la leche materna.
Límite superior de consumo recomendable (LSCR) Tolerable upper intake level (UL)	El LSCR es la cantidad más elevada que se puede consumir diariamente de un determinado nutrimento sin riesgo de presentar efectos adversos.

*Fuente: Casanueva (2001).*

### **3.10 ADITIVOS ALIMENTARIOS.**

De acuerdo a la publicación del 16 de julio del 2012 del Diario Oficial de la Federación, tercera sección, Secretaría de Salud, un aditivo alimentario es cualquier sustancia que no se consume normalmente como alimento, ni se usa como ingrediente básico en alimentos, tenga o no valor nutritivo, cuya adición al producto es con fines tecnológicos en sus fases de producción, elaboración, preparación, tratamiento, envasado, empaquetado, transporte o almacenamiento, no incluye "contaminantes" o sustancias añadidas al producto para mantener o mejorar las cualidades nutricionales. Esta definición se apega a la norma general del Codex para los aditivos alimentarios (CODEX STAN 192-1995).

#### **3.10.1 COADYUVANTE DE ELABORACIÓN.**

Sustancia o materia, excluidos aparatos, utensilios y aditivos, que no se consume como ingrediente alimenticio por sí misma, se emplea intencionalmente en la elaboración de materias primas, productos o sus ingredientes, para lograr una finalidad tecnológica durante el tratamiento o la elaboración, que puede dar lugar a la presencia, no intencionada pero inevitable de residuos o derivados en el producto final.

#### **3.10.2 NORMATIVIDAD DE ADITIVOS.**

La evaluación de los aditivos alimentarios a nivel internacional se inició como resultado de una Conferencia FAO/OMS sobre Aditivos Alimentarios, celebrada en Ginebra en 1955. La Conferencia recomendó a los directores generales de la FAO y la OMS que se convocara uno o más comités de expertos para tratar los aspectos técnicos y administrativos de los aditivos químicos y su inocuidad en los alimentos. En el año 1956 se creó el Comité Mixto FAO/OMS de Expertos en Aditivos Alimentarios «JECFA» (*Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives*).



La Comisión del Codex Alimentarius fue creada en 1963, para desarrollar normas alimentarias, reglamentos y otros textos relacionados tales como códigos de prácticas bajo el Programa Conjunto FAO/OMS de Normas Alimentarias.

En el caso de los aditivos alimentarios, el JECFA establece normalmente las IDA (ingesta diaria admisible) a partir de estudios e información toxicológica, elabora especificaciones de identidad y pureza para los mismos y presta sus servicios como órgano asesor científico de la FAO y OMS a gobiernos miembros de la FAO, OMS y a la Comisión del Codex Alimentarius, se ha convertido en un punto de referencia mundial para los consumidores, productores de alimentos, organismos nacionales de control de los alimentos y el comercio alimentario internacional. No obliga a los países a cumplir con el uso o no, de los diversos aditivos en estudio.

En EUA la FDA (Food and Drug Administration) es la que regula y clasifica a los aditivos en dos grupos de sustancias: lista de aditivos permitidos y sustancias GRAS (generalmente reconocidas como seguras). La información sobre la regulación puede ser consultada en el CFR (Code of Federal Regulations Title 21 part 170).

En el año 1989, la Comunidad Europea adoptó una Directiva Marco (89/107/CEE), que establece los criterios de evaluación de los aditivos permitidos, además de establecer tres directivas técnicas específicas:

- Directiva 94/35/CE relativa a edulcorantes.
- Directiva 94 / 36/EC sobre los colorantes.
- Directiva 95/2/CE relativa a aditivos distintos de colorantes y edulcorantes.

Estas tres directivas establecen la lista de aditivos que pueden utilizarse (excluyendo aquellos que no aparezcan en dicha lista o no tengan asignado un número E), los alimentos en los que podrían ser utilizados y los contenidos máximos.

En México la Secretaría de Salud y la COFEPRIS (Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios) son los órganos que regulan las sustancias permitidas como aditivos.

El 16 de julio de 2012, se publicó en el Diario Oficial de la Federación una lista con las sustancias permitidas como aditivos y coadyuvantes en alimentos, bebidas y suplementos alimenticios, además de existir Normas Oficiales Mexicanas para los diferentes productos alimenticios, que indican los aditivos permitidos y los límites máximos permisibles de los mismos.

En la siguiente tabla se presenta la dosis máxima tolerable por día/ por peso corporal de los diferentes productos derivados del presente trabajo, conforme a las monografías toxicológicas del JECFA.

Tabla No. 3.6 Datos toxicológicos de los diferentes productos.

COMPUESTO	DOSIS MÁXIMA TOLERABLE DIARIA/PESO CORPORAL (MTDI) O (IDA)
$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	70 mg/Kg peso corporal
$\text{CaHPO}_4$	70 mg/Kg peso corporal
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	70 mg/Kg peso corporal
$\text{CaCO}_3$	Reporta como no limitada
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	Reporta como no limitada
$\text{CaO}$	Reporta como no limitada

*Nota: para el caso de sulfato de sodio y aluminio que se utiliza en la formulación de polvos de hornear la JECFA no ha asignado ningún valor de IDA.*

### **3.11 EVALUACIÓN SENSORIAL DE LOS ALIMENTOS.**

La Evaluación Sensorial o Análisis Sensorial, es una disciplina científica usada para la medición, cuantificación, análisis e interpretación de las características de los alimentos, productos o ingredientes como son percibidos por los sentidos de la visión, olfato, gusto, tacto y oído. <sup>(27)</sup>

Stone & Sidel (1993) consideran al Análisis Sensorial como una ciencia multidisciplinaria estructurada a partir de principios científicos relacionados con diferentes áreas del conocimiento tales como ciencias de los alimentos, psicología, estadística, sociología, fisiología humana.

La evaluación Sensorial permite evaluar el desarrollo de un nuevo producto, estudiar la influencia de modificaciones en la formulación o en el proceso de fabricación de un producto, determinar las condiciones óptimas de conservación y para situar el producto frente a la competencia. Se lleva a cabo con diferentes pruebas, según la finalidad para la que se efectúe: pruebas afectivas, discriminativas y descriptivas. <sup>(1)</sup>

Pedrero (1989) clasifica las pruebas sensoriales en dos grupos: el primero está constituido por pruebas analíticas, las cuales se ejecutan en condiciones controladas de un laboratorio y con jueces entrenados. Al segundo grupo lo integran las pruebas afectivas que se realizan con consumidores y en condiciones que no les sean ajenas o extrañas para utilizar o consumir el producto en estudio ver cuadro No. 3.1, pág. 35.

Para determinar qué prueba es la más adecuada, es necesario contar con un objetivo bien definido para el estudio sensorial, ya que no existe una sola prueba que resuelva todas las preguntas sobre un producto.

➤ Pruebas discriminativas (pruebas analíticas).

Son aquéllas en las que no se requiere conocer la sensación subjetiva que produce un alimento a una persona, sino que se desea establecer si hay diferencia o no entre dos muestras y en algunos casos, la magnitud o importancia de esa diferencia. <sup>(1)</sup>

Este tipo de pruebas son muy utilizadas en control de calidad para evaluar si las muestras de un lote están siendo producidas con calidad uniforme, si son comparables a estándares, el efecto de modificaciones en el proceso, sustitución de un ingrediente o aditivos en la elaboración de un producto. <sup>(1)</sup>

❖ Prueba triangular.

El objetivo de esta prueba es determinar si existe diferencia sensorialmente perceptible entre dos muestras, comparando tres muestras a la vez, de las cuales dos son iguales entre sí y la otra diferente, requiriendo identificar la muestra diferente. <sup>(27)</sup>

Se presentan las tres muestras codificadas, utilizando seis combinaciones posibles AAB, ABA, ABB, BBA, BAB, BAA. <sup>(27)</sup>

➤ Tratamiento estadístico de los datos.

La probabilidad de escoger la respuesta correcta al azar es de 33.3% ( $p=1/3$  o 0.333), de manera que si el valor del total de respuestas correctas excede el 33.3%, se puede concluir que las muestras son diferentes entre sí. <sup>(27)</sup>

Debido a que se trata de una prueba donde el resultado es de decisión forzada y respuesta única, este comportamiento se ubica en la región de significancia de una sola cola en la distribución normal.

La Ji-cuadrada se utiliza para determinar si las comparaciones entre muestras que se generan de la prueba son significativamente diferentes o no.

La Ji-cuadrada ( $\chi^2$ ) es un estadístico que se utiliza para probar, de acuerdo con una cierta hipótesis (por ejemplo  $H_0$ ) en qué grado una distribución de frecuencia observada se compara con una distribución esperada o teórica. La distribución de Ji-cuadrada se publica en tablas, en las cuales se reporta el número mínimo de respuestas correctas para establecer diferencia significativa para cierto número de jueces que participan en la prueba. Si el valor calculado de ( $\chi^2$ ) es mayor que el valor de tablas (teórico) en un cierto nivel de significancia y para el grado de libertad apropiado, se concluye que la distribución observada no es semejante a la esperada (comúnmente se dice: “hay diferencia significativa”), por lo que se rechaza la  $H_0$ . La fórmula de Ji-cuadrada adecuada para este tipo de prueba sensorial es la llamada «*Ji-cuadrada ajustada*» la cual involucra un grado de libertad (g.l.=1) como se muestra a continuación:

$$\chi^2 = \frac{(|X_1 - np| - 0.5)^2}{np(1 - p)}$$

Dónde:

$X$  = Número de opiniones acertadas.

$n$  = Número total de ensayos practicados o número de jueces por repeticiones efectuadas.

$p$  = Probabilidad de éxito en un ensayo único.

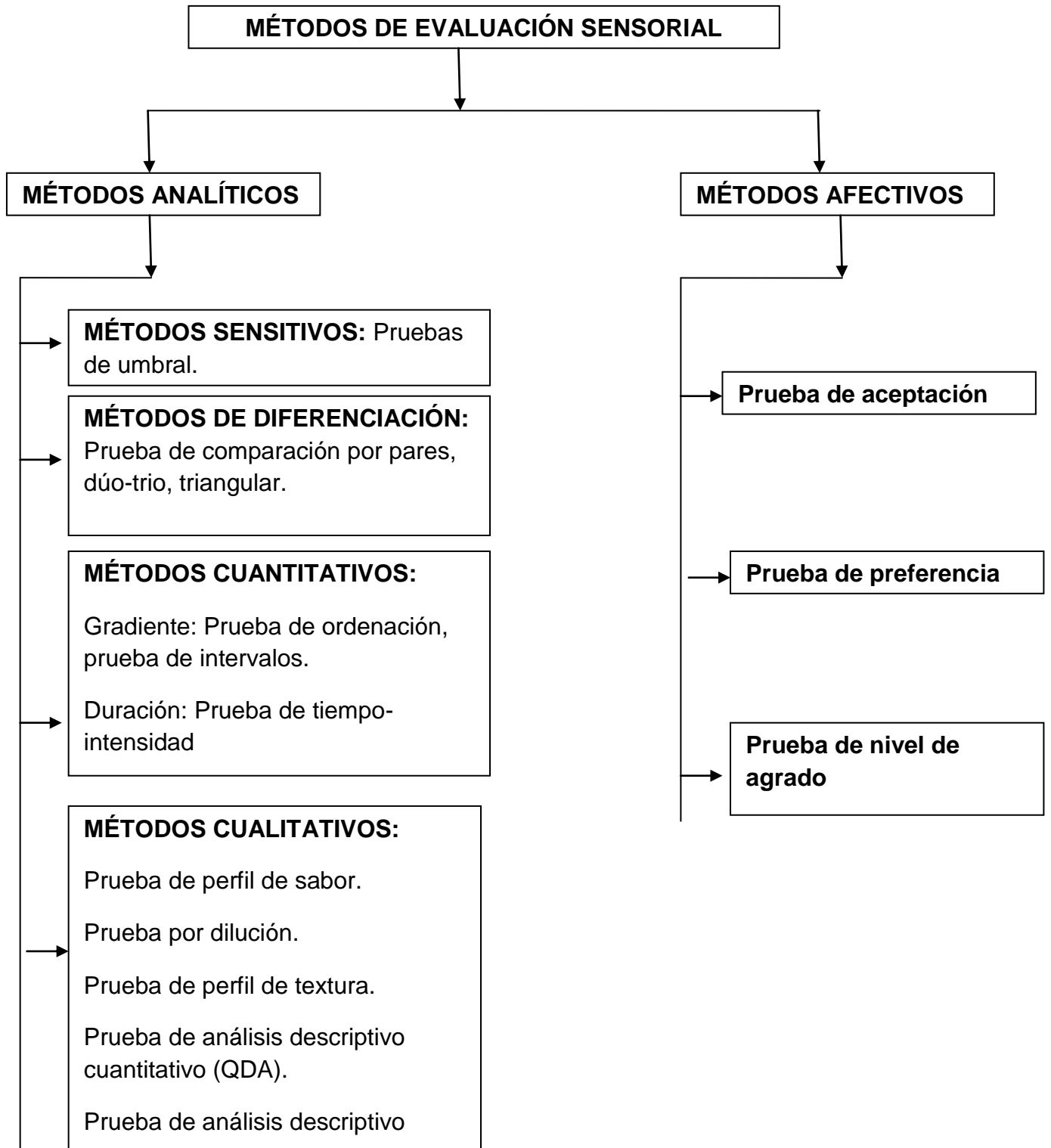
$q = (1-p)$  = Probabilidad de la falla en un ensayo único.

0.5 = Factor de corrección por continuidad para Ji-cuadrada ajustada. El factor de corrección se aplica sólo para un grado de libertad.

Para este tipo de prueba se plantean las siguientes hipótesis:

$H_0$  = No hay diferencia entre muestras.

$H_1$  = Si hay diferencia entre muestras.



Cuadro No. 3.1 Métodos de evaluación sensorial. Pedrero (1989)

**3.12 UTILIZACIÓN DE LOS DIFERENTES FOSFATOS DE CALCIO.**

**3.12.1 EN LA FORMULACIÓN DE POLVOS DE HORNEAR Y SU APLICACIÓN EN PANIFICACIÓN.**

**3.12.2 COMO FUENTE DE MINERALES.**

**3.12.3 COMO ADITIVOS ALIMENTARIOS.**

### **3.12.1 EN LA FORMULACIÓN DE POLVO DE HORNEAR Y SU APLICACIÓN EN PRODUCTOS DE PANIFICACIÓN.**

Charley (1987) y Stauffer (1990) consideran que los agentes leudantes son el aire, vapor de agua y dióxido de carbono ya que a partir de estos el pan o los productos de panificación sufren un proceso de leudado o levantamiento.

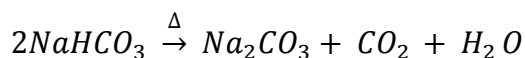
De acuerdo a las especificaciones del Diario Oficial de la Federación de 12 de julio de 2012, se puede definir las siguientes clases funcionales:

- Agentes Gasificantes: Sustancias o mezcla de sustancias utilizadas para introducir dióxido de carbono en un producto.
- Leudantes: Sustancia o mezcla de sustancias que liberan gas y de esa manera, aumentan el volumen de una masa.

De acuerdo a las funciones tecnológicas de ambas clases funcionales, los términos se pueden usar indistintamente cuando el gas liberado es dióxido de carbono.

Los leudantes reaccionan en condiciones adecuadas de humedad y temperatura, liberando dióxido de carbono en una masa o en productos de panificación, modificando su textura y sabor. <sup>(13)</sup>

El leudante más común es el bicarbonato de sodio ( $\text{NaHCO}_3$ ), que por sí solo durante la cocción se descompone generando dióxido de carbono y lejía ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) como se muestra en la reacción.

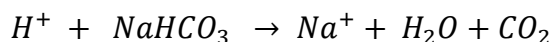


Cuando la lejía se encuentra en exceso, imparte un sabor jabonoso, amargo y un color amarillento (atribuido al efecto del álcali sobre los pigmentos flavonoides de la harina) a los productos horneados, aunado a esto, la liberación de dióxido de carbono es lenta durante el horneado. Ambas razones, han contribuido a la utilización de otras fuentes de dióxido de carbono, como lo es mediante la



reacción de neutralización de bicarbonato de sodio con leudantes ácidos u otros leudantes. <sup>(9,13)</sup>

En presencia de iones hidrógeno, proporcionados principalmente por el ácido y en menor grado por la propia masa, el bicarbonato de sodio reacciona liberando dióxido de carbono. <sup>(13)</sup>



La neutralización del ácido y del bicarbonato sodio es esencial ya que el exceso de bicarbonato de sodio imparte un sabor jabonoso como se mencionó anteriormente, mientras que un exceso de ácido ocasiona un sabor acre. <sup>(13)</sup>

El poder neutralizante de los ácidos añadidos está dado por su índice de neutralización (VN), el cual se determina calculando el porcentaje en peso de bicarbonato sodio que es neutralizado por el ácido. Por ejemplo, si el valor de neutralización para el fosfato monocálcico monohidratado es de 80, significa que se requieren 100 g de fosfato monocálcico monohidratado para neutralizar 80 g de bicarbonato de sodio. <sup>(13, 15, 23)</sup>

Los índices de neutralización son útiles en las formulaciones de polvos de hornear de los cuales se hablará posteriormente. En la siguiente tabla se muestran las propiedades de los leudantes ácidos más comunes. <sup>(13)</sup>

Tabla No. 3.7 Leudantes ácidos más comunes.

Compuesto	Fórmula	VN	Capacidad de reacción relativa a temperatura ambiente*
Fosfato monocálcico monohidratado (MCP)	Ca(H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · H <sub>2</sub> O	80	Rápida
Fosfato dicálcico dihidratado (DCPD)	CaHPO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O	33	Ninguna
Sulfato de sodio y aluminio (SAS)	Na <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>4</sub>	100	Lenta
Tartrato ácido de potasio (CT)	KHC <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>6</sub>	50	Intermedia

Fuente: Fennema (1993) \* Porción de CO<sub>2</sub> liberado en presencia de NaHCO<sub>3</sub>.

Generalmente los leudantes ácidos muestran una limitada solubilidad en agua a temperatura ambiente, si bien algunos son menos solubles que otros. Esta diferencia de solubilidad o disponibilidad explica la proporción inicial de dióxido de carbono liberado a temperatura ambiente y constituye la base para la clasificación de estos esponjantes según su rapidez. Si el compuesto es moderadamente soluble, el dióxido de carbono se formará rápidamente y al ácido se le denomina de *acción rápida*. Por el contrario, si se disuelve lentamente será de *acción lenta*.<sup>13</sup>

En la figura No 3.8 se muestran las curvas características de liberación de dióxido de carbono a 27°C, producido por los diferentes leudantes ácidos utilizados, el fosfato monocalcico monohidratado  $[\text{Ca}(\text{HPO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$  es de acción rápida comparado con la sal anhidra ya que al ser más soluble desprende rápidamente más del 60% de dióxido de carbono, durante un periodo de reacción de 10 minutos.<sup>(13)</sup>

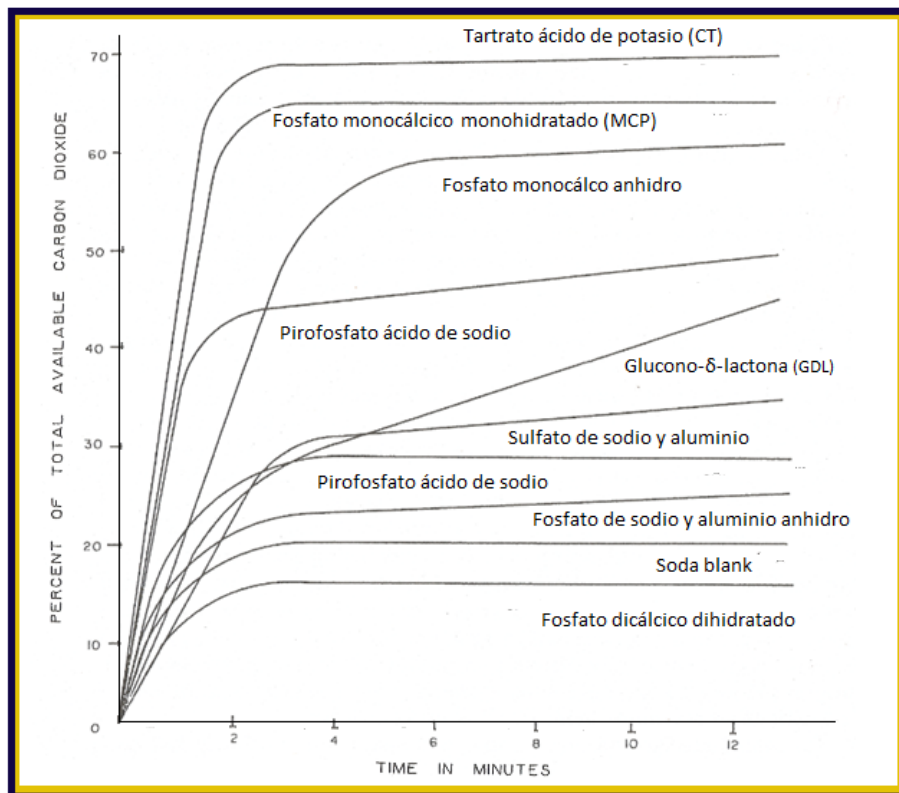
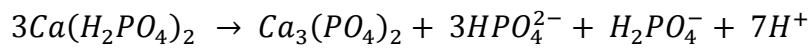
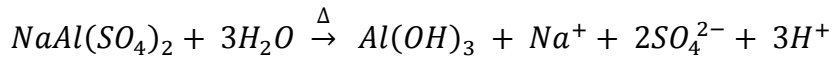


Fig. No. 3.8. Producción de dióxido de carbono a 27°C por reacción del bicarbonato de sodio. Matz (1992) y Fennema (1993)

Normalmente los compuestos que se utilizan como leudantes ácidos no se consideran como tales, en el sentido usual de la palabra, a pesar de ello deben proporcionar iones hidrógeno o especies ácidas que neutralicen el bicarbonato de sodio, como se muestra a continuación: <sup>(15)</sup>



Los leudantes pueden modificar el sabor, textura y color de la miga en los productos de panificación:

- El calcio y el aluminio de los ácidos leudantes permiten un buen desarrollo del gluten para mejorar el volumen.
- Los sulfatos y fosfatos interfieren con el desarrollo del gluten y reducen la retención de gas. <sup>(10, 34)</sup>

El color de miga es influenciado por el pH del producto final, un pH bajo nos ofrece una miga blanca, mientras que un pH alto produce una miga oscura, debido al alto nivel de bicarbonato de sodio. <sup>(10, 34)</sup>

Los polvos de hornear son mezclas de leudantes, se emplean en la elaboración de pan cuando no se lleva a cabo la fermentación con levaduras. Deben desprender como mínimo 12.0% de dióxido de carbono y se clasifican de acuerdo a la cantidad de dióxido de carbono liberado a temperatura ambiente en un determinado tiempo de la siguiente manera: <sup>(23)</sup>

- De acción lenta
- De acción rápida
- De doble acción

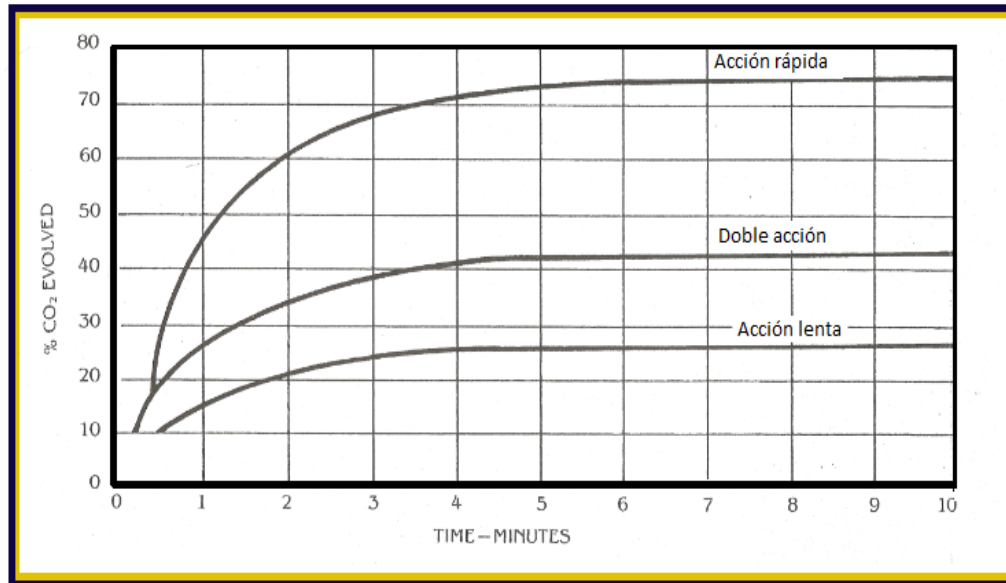
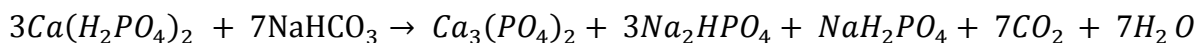


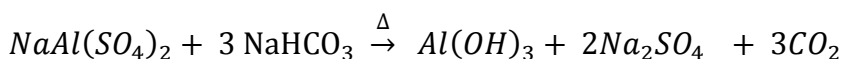
Fig. No 3.9 Liberación de dióxido de carbono, a temperatura ambiente de los diferentes tipos de polvo de hornear. Matz (1992)

Los polvos de doble acción contienen una mezcla de leudantes, un ácido de acción rápida como el fosfato monocálcico hidratado y uno de acción lenta como el sulfato de sodio y aluminio, estos reaccionan parcialmente a bajas y altas temperaturas con el bicarbonato de sodio, para proveer un leudado uniforme a través de todo el proceso. Ambas reacciones se completan en su totalidad en el horneado. <sup>(23)</sup>

Reacción a temperatura ambiente o durante el batido:



Reacción durante el horneado:



El dióxido de carbono produce burbujas que van en aumento a medida que el gas se calienta y se incrementa la presión de vapor de agua propia de la masa, este gas ejerce una presión en el interior de la red tridimensional de las proteínas del

gluten (gliadina que le confiere extensibilidad y glutelina que le confiere elasticidad), lo que hace que el pan se expanda y se esponje. Para obtener una textura adecuada es muy importante que estas burbujas sean muy abundantes, pequeñas y que estén distribuidas homogéneamente. <sup>(9, 12, 34)</sup>

De acuerdo a la NOM-147-SSA1-1996, se permiten los siguientes aditivos como gasificantes o polvos de hornear:

Aditivo	Límite máximo mg/kg de harina
Acido tartárico	BPF
Bicarbonato de amonio	BPF
Bicarbonato de potasio	BPF
Bicarbonato de sodio	BPF
Carbonato de sodio, amonio o potasio	BPF
Fosfato monobásico de calcio	5000
Pirofosfato ácido de sodio	2500
Sulfato doble de aluminio y sodio	BPF
Tartrato ácido de potasio	2500

*Ref. NOM-147-SSA1-1996.*

A continuación se describen algunas formulaciones de polvos de hornear comerciales disponibles en la literatura:

FORMULACIÓN	COMPONENTES DE LA FORMULACIÓN (%)				
	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2$	$\text{NaHCO}_3$	$\text{CaCO}_3$	almidón
1 <sup>*</sup>	5	26	30	20	19
2 <sup>**</sup>	12	21	30	-----	37
3 <sup>***</sup>	13.28	19.92	26.73	---	40.07

*Fuentes: <sup>\*</sup>Francis (2000), <sup>\*\*</sup>Stauffer (1990) y <sup>\*\*\*</sup>Matz (1992).*

### 3.12.2 COMO FUENTE DE MINERALES.

#### ➤ MINERALES

En la corteza terrestre se encuentran aproximadamente noventa elementos químicos, se sabe que unos 25 de ellos son esenciales para la vida: H, Na, K, Mg, Ca, V, Cr, Mo, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, C, Si, Sn, N, P, O, S, Se, F, Cl, I, por ello están presentes en las células vivas. Puesto que nuestros alimentos se derivan en última instancia de animales o vegetales, cabe esperar encontrar los elementos anteriores y otros, porque los organismos vivos acumulan elementos no esenciales del medio ambiente, incluso pueden pasar a los alimentos como contaminantes durante la recolección, el procesado, etc. o bien encontrarse en ellos intencionalmente como aditivos. <sup>(13)</sup>

En alimentos y nutrición el término “mineral” suele referirse a los elementos distintos del C, H, O, y N presentes en los alimentos, se han clasificados como principales o trazas, dependiendo de su concentración en vegetales y animales. Esta clasificación surgió cuando los métodos analíticos no permitían cuantificarlos con precisión. <sup>(13)</sup>

Los minerales principales incluyen calcio, fósforo, magnesio, sodio, potasio, y cloro. Los elementos traza incluyen el hierro, yodo, selenio, cromo, cobre, flúor y zinc. Los requerimientos humanos de minerales esenciales oscilan entre unos pocos microgramos diarios y 1 g/día. Si la ingesta es baja durante cierto tiempo, aparecerán los signos de carencia. Inversamente, una ingesta demasiado elevada

puede conducir a toxicidad, como se muestra en la siguiente figura. <sup>(13)</sup>



*Fig. No. 3.10 Relación dosis-respuesta entre las ingesta de minerales (dosis) y una función fisiológica asociada. La función resulta alterada tanto a dosis demasiado altas como demasiado bajas en el caso de la mayoría de los nutrientes minerales.*

Afortunadamente, en la mayoría de los minerales, el intervalo de ingesta es amplio, de manera que tanto las carencias como la toxicidad son relativamente raras, suponiendo que se consuma una dieta variada. <sup>(13)</sup>

En la siguiente tabla se encuentran los valores nutrimentales de referencia para la población mexicana de minerales, establecidos en la NOM-051-SCFI/SSA1-2010.

Tabla No. 3.8 Valores nutrimentales de referencia para la población mexicana.

Nutrimento	Valor nutrimental de referencia (VNR)	
	Ingesta diaria sugerida (IDS)	Ingesta diaria recomendada (IDR)
Calcio	900 mg	-----
Fósforo	-----	664 mg
Magnesio	248 mg	-----
hierro	17 mg	-----

Ref. NOM-051-SCFI/SSA1-2010.

### ➤ PROPIEDADES QUÍMICAS Y FUNCIONALES DE LOS MINERALES.

#### ❖ Calcio

Además de su papel estructural, el calcio desempeña un papel esencial en numerosos procesos bioquímicos y fisiológicos. Por ejemplo, participa en la fotosíntesis, fosforilación oxidativa, coagulación sanguínea, contracción muscular, división celular, transmisión de los impulsos nerviosos, actividad enzimática, función de la membrana celular y la secreción hormonal. <sup>(13)</sup>

El calcio es un catión divalente con un radio iónico de 0.95 Å. Sus múltiples funciones dentro de las células vivas se relacionan con su capacidad para formar complejos con proteínas, carbohidratos y lípidos. Su capacidad para unirse a oxígenos neutros, incluyendo los de alcoholes y grupos carbonilo y de unirse simultáneamente a dos centros le permite funcionar como ligando cruzado de

proteínas y polisacáridos. Esta propiedad posee numerosas consecuencias en los alimentos.<sup>(13)</sup>

El calcio se encuentra presente en leche y sus derivados, coles, sardina, tortilla de nixtamal, brócoli y frijoles.<sup>(24)</sup>

#### ❖ Fósforo

El fósforo participa en una variedad de funciones formando parte de diversos componentes:

- En el trifosfato de adenosina (ATP), principal fuente energía de las células.
- En fosfoproteínas (ferritina) que participan en el almacenamiento del hierro.
- En los fosfolípidos, componentes principales de las membranas.
- En la hidroxiapatita  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  constituyente de la fase mineral de los huesos.
- En azúcares fosfatados, como la glucosa-6-fosfato, intermediarios clave del metabolismo de los carbohidratos.
- Participa en el equilibrio ácido-base.

La principal forma de adquirir fósforo a través de la dieta es como ion fosfato, los cuales son portadores de cargas negativas con carácter de base de Lewis fuerte y como consecuencia una fuerte tendencia a unir cationes metálicos.<sup>(13)</sup>

El fósforo se encuentra presente en leche y sus derivados, en músculo de res, cerdo y pollo, huevo, salvado, nueces, sardinas y mariscos.<sup>(24)</sup>



### ❖ SALES DE FOSFATO DE CALCIO UTILIZADAS COMO FUENTE DE MINERALES EN DIFERENTES PRODUCTOS ALIMENTICIOS.

En la siguiente tabla se exponen los diferentes compuestos que pueden ser utilizados como fuente de calcio, fósforo, magnesio y hierro, en la elaboración de fórmulas para lactantes, continuación y de necesidades especiales de acuerdo a la NOM-131-SSA1-2012.

Tabla No. 3.9 Diferentes fuentes de minerales permitidas en la elaboración de fórmulas para lactantes y de continuación.

NUTRIMENTO	FUENTE
Calcio	Carbonato de calcio, cloruro de calcio, fosfato cálcico monobásico, fosfato cálcico dibásico, fosfato cálcico tribásico, hidróxido de calcio, óxido de calcio, entre otras puntualizadas en la NOM.
Fósforo	Ácido fosfórico, fosfato cálcico monobásico, fosfato cálcico dibásico, fosfato cálcico tribásico, fosfato de magnesio monobásico, fosfato de magnesio dibásico, fosfato de magnesio tribásico, entre otras puntualizadas en la NOM.
Magnesio	Carbonato de magnesio, óxido de magnesio, fosfato magnésico monobásico, fosfato magnésico dibásico, fosfato magnésico tribásico, entre otras puntualizadas en la NOM.
Hierro	Pirofosfato de hierro, ortofosfato férrico, entre otras puntualizadas en la NOM

Ref: NOM-131-SSA1-2012.

En la tabla No. 3.10 se reportan los valores nutrimentales necesarios para las diferentes poblaciones por edad.

Tabla No. 3.10 Valores nutrimentales de referencia por edad para la población mexicana.

NUTRIMENTO (mg)	EDAD		
	0 a 6 meses	7 a 12 meses	1 a 3 años
Calcio	210 <sup>**</sup>	270 <sup>**</sup>	500 <sup>**</sup>
Fósforo	100 <sup>**</sup>	275 <sup>**</sup>	460 <sup>*</sup>
Magnesio	36 <sup>**</sup>	90 <sup>**</sup>	80 <sup>**</sup>
Hierro	s.i.	16 <sup>**</sup>	13 <sup>**</sup>

\* IDR      \*\* IDS      s.i. Sin información suficiente para establecer una IDS.

Ref: NOM-131-SSA1-2012.

Otras aplicaciones de las sales de fosfato de calcio como fuente de minerales que se proponen son:

- Fortificación de alimentos.
- Presentaciones farmacéuticas de medicamentos vitamínicos y minerales.
- Suplementos alimenticios.

De acuerdo al Reglamento de Insumos para la Salud, un medicamento vitamínico se puede vender sin receta médica para su consumo siempre y cuando no rebase las siguientes dosis diarias y cumpla con otras especificaciones que indica el reglamento.

Tabla No. 3.11 Dosis máxima por día de nutrimentos en medicamentos vitamínicos de libre venta.

<b>NUTRIMENTO</b>	<b>DOSIS POR DÍA (mg)</b>
Calcio	2000
Fósforo	2000
Magnesio	1000
Hierro	75

*Ref: Reglamento de Insumos para la Salud.*

Para los suplementos alimenticios, el Reglamento de Control Sanitario de Productos y Servicios, indica el límite máximo por día que deberán proporcionar dichos productos.

Tabla No. 3.12 Dosis máxima por día de nutrimentos en suplementos alimenticios.

<b>NUTRIMENTO</b>	<b>LÍMITE MAXIMO POR DÍA (mg)</b>
Calcio	1200
Fósforo	1200
Magnesio	500
Hierro	20

*Ref: Reglamento de Control Sanitario de Productos.*

### **3.12.3 COMO ADITIVOS ALIMENTARIOS.**

Como se mencionó anteriormente los iones fosfato son portadores de cargas negativas y carácter de base de Lewis, estas propiedades le permite establecer enlaces dipolo-dipolo con moléculas de agua y una fuerte tendencia a unir cationes metálicos.

Estas propiedades son muy utilizadas en productos cárnicos:

- cuando se requiere aumentar la capacidad de retención de agua (CRA). El fenómeno sucede cuando se eleva el pH utilizando fosfatos alcalinos, desdoblado las proteínas miofibrilares y originando un mayor número de sitios disponibles para enlazarse con agua, de igual forma al aumentar el pH el efecto es inverso, debido a la desnaturalización de proteínas, las cargas negativas hacen que exista una mayor repulsión entre las proteínas cárnicas.
- Cuando se requiere aumentar la capacidad de emulsificación (CE), ya que absorben agua. <sup>(19)</sup>

Debido a su insolubilidad los fosfatos de calcio, son menos utilizados en los productos cárnicos para las funciones antes mencionadas. <sup>(17)</sup>

En productos como los lácteos y sus derivados y otros que a continuación se describirán, son utilizados como reguladores de pH, estabilizantes, retenedores de humedad o antiaglomerantes. El límite máximo permisible y en algunos casos la función de estos compuestos están reglamentados en la normas para cada tipo de producto. <sup>(17)</sup>

### PRODUCTOS LÁCTEOS

PRODUCTO	NORMA	COMPUESTO/ LÍMITE MÁXIMO PERMISIBLE	ESPECIFICACIONES
Crema UTH, crema esterilizada, crema fermentada crema batida y crema para batir, producto lácteo condensado azucarado	NOM-243-SSA1-2010	2g/kg de Fosfato tricálcico. ó 3g/Kg de Fosfato tricálcico en combinación con otros fosfatos	Expresado como sustancias anhidras  Expresados como P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Dulces a base de leche	NOM-243-SSA1-2010	1 g/Kg de Fosfato de alumbre de sodio, de fosfato de calcio o magnesio hidrogenado, fosfato mono magnésico, fosfato tricálcico y trimagnésico	Expresado como sustancias anhidras
Formula láctea esterilizada, leche esterilizada, producto lácteo combinado esterilizado	NOM-243-SSA1-2010	2g/kg de Fosfato dihidrogenado de calcio, 3g/Kg de fosfato dihidrogenado de calcio, de igual forma para fosfato hidrogenado de calcio.	Expresado como sustancias anhidras. Sólo en leche esterilizada y producto lácteo combinado esterilizado se permite el fosfato hidrogenado de calcio
Quesos procesados	NOM-243-SSA1-2010	9 g/Kg Fosfato de calcio monobásico, Fosfato tribásico de calcio	Como emulsionantes y Expresados como pentóxido de fósforo
Quesos frescos acidificados	NOM-243-SSA1-2010	9g/Kg Fosfatos utilizados como acidificantes	Total de compuestos de fósforo

### BEBIDAS

PRODUCTO	NORMA	COMPUESTO/ LÍMITE MÁXIMO PERMISIBLE	ESPECIFICACIONES
Bebidas, congelados y concentrados de manufactura	NOM-218-SSA1-2011	500 mg/L Fosfato dihidrogenado de calcio.	Límite máximo en el producto listo para consumo
Bebidas, congelados, polvos, jarabes, concentrados y concentrados de manufactura	NOM-218-SSA1-2011	700 mg/L Fosfato tricálcico.	-----

**PRODUCTOS DE ORIGEN ANIMAL**

PRODUCTO	NORMA	COMPUESTO/ LÍMITE MÁXIMO PERMISIBLE	ESPECIFICACIONES
Pescados frescos refrigerados y congelados	NOM-027-SSA1-1993	No mayor a 5 g/Kg Fosfato tribásico de calcio	Sólo o en combinación con otros retenedores de humedad, expresados como pentóxido de fósforo
Crustáceos frescos, refrigerados y congelados	NOM-029-SSA1-1993	No mayor a 5 g/Kg Fosfato tribásico de calcio	Sólo o en combinación con otros retenedores de humedad, expresados como pentóxido de fósforo
Productos de la pesca en el rebozado o empanado	NOM-242-SSA1-2009	1g/Kg Fosfato de calcio dihidrogenado	Solos o en combinación expresados como P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>

**OTROS PRODUCTOS**

PRODUCTO	NORMA	COMPUESTO/ LÍMITE MÁXIMO PERMISIBLE	ESPECIFICACIONES
Alimentos a base de cereales para lactantes y niños de corta edad	DOF Lunes 16 de julio de 2012.	4400 mg/kg Fosfato hidrogenado de calcio, fosfato dihidrogenado de calcio, fosfato tricálcico.	Como fósforo. Sólo o en combinación NOM-131-SSA1-2012
Alimentos para ser administrados directamente para lactantes y niños de corta edad, Alimentos deshidratados para lactantes y niños de corta edad	DOF Lunes 16 de julio de 2012	1,000 mg/kg Fosfato dihidrogenado de calcio	Como P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> sólo o combinado como fósforo. Únicamente para regular la acidez
Sal yodada y sal yodada fluorurada	NOM-040-SSA1-1993	2% Fosfato tricálcico	Antiaglomerantes

### PRODUCTOS A BASE DE CEREALES

PRODUCTO	NORMA	COMPUESTO/ LÍMITE MÁXIMO PERMISIBLE	ESPECIFICACIONES
Harina de trigo	NOM-147-SSA1-1996	2500 mg/Kg Fosfato monocálcico	-----
Alimentos a base de cereales, de semillas comestibles, harinas, sémolas o semolinas o sus mezclas	NOM-147-SSA1-1996	5 g/Kg Fosfato de calcio tribásico, dibásico o monobásico. 5g/Kg Pirofosfato de calcio	La cantidad máxima usada como regulador (es) de la acidez será independiente de la cantidad utilizada como aporte de calcio
Productos de panificación: galletas, galletas con relleno o coberturas o sus combinaciones, pan blanco, pan dulce, pan de harinas integrales, pastel, panqué, pays y productos de bollería	NOM-147-SSA1-1996	2500 mg/Kg Fosfato dibásico de calcio	Como regulador de pH o gasificante
Tortillas de maíz nixtamalizado preenvasadas	NOM-187-SSA1/SCFI-2002	5600 mg/Kg Fosfato de calcio monohidrogenado	No menciona si es como fósforo o como pentóxido de fósforo
Tortillas o tortillas integrales de trigo	NOM-187-SSA1/SCFI-2002	5600 mg/Kg Fosfato de calcio hidrogenado, 5000 mg/Kg fosfato de calcio dihidrogenado	No menciona si es como fósforo o como pentóxido de fósforo
Harinas de trigo, harinas integrales de trigo	NOM-187-SSA1/SCFI-2002	5000 mg/Kg Fosfato tricálcico	No menciona si es como fósforo o como pentóxido de fósforo
Tostadas preenvasadas	NOM-187-SSA1/SCFI-2002	1400 mg/Kg Fosfato de calcio dihidrogenado	No menciona si es como fósforo o como pentóxido de fósforo

### **3.13 MÉTODOS DE ANÁLISIS.**

#### **3.13.1 VOLUMETRÍA ÁCIDO–BASE.**

- **DETERMINACIÓN DE CARBONATOS Y BICARBONATOS.**

#### **3.13.2 VOLUMETRÍA DE FORMACIÓN DE COMPLEJOS.**

#### **3.12.3 ESPECTROSCÓPICOS.**

- **DETERMINACIÓN DE HIERRO.**
- **DETERMINACIÓN DE FÓSFORO.**

#### **3.13.4 DETERMINACIÓN DE SULFATOS POR GRAVIMETRÍA.**

#### **3.13.5 ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL (D.T. A.)**

#### **3.13.6 DETERMINACIÓN DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X.**

### 3.13.1 VOLUMETRÍA ÁCIDO-BASE.

#### ➤ DETERMINACIÓN DE CARBONATOS Y BICARBONATOS

Es primordial conocer el comportamiento químico de las diferentes especies, en la figura No 3.11 se observa lo siguiente:

- ❖ A  $\text{pH} < 6.3$  prevalece la especie  $\text{H}_2\text{CO}_3$ , el cual a  $\text{pH} < 4.4$  se transforma en  $\text{CO}_{2(g)}$
- ❖ El ion bicarbonato impone el pH en un intervalo de 6.3-10.3, alcanzando el primer punto de equivalencia a  $\text{pH} = 8.3$ .
- ❖ A  $\text{pH} > 10.3$  prevalece el ion carbonato.

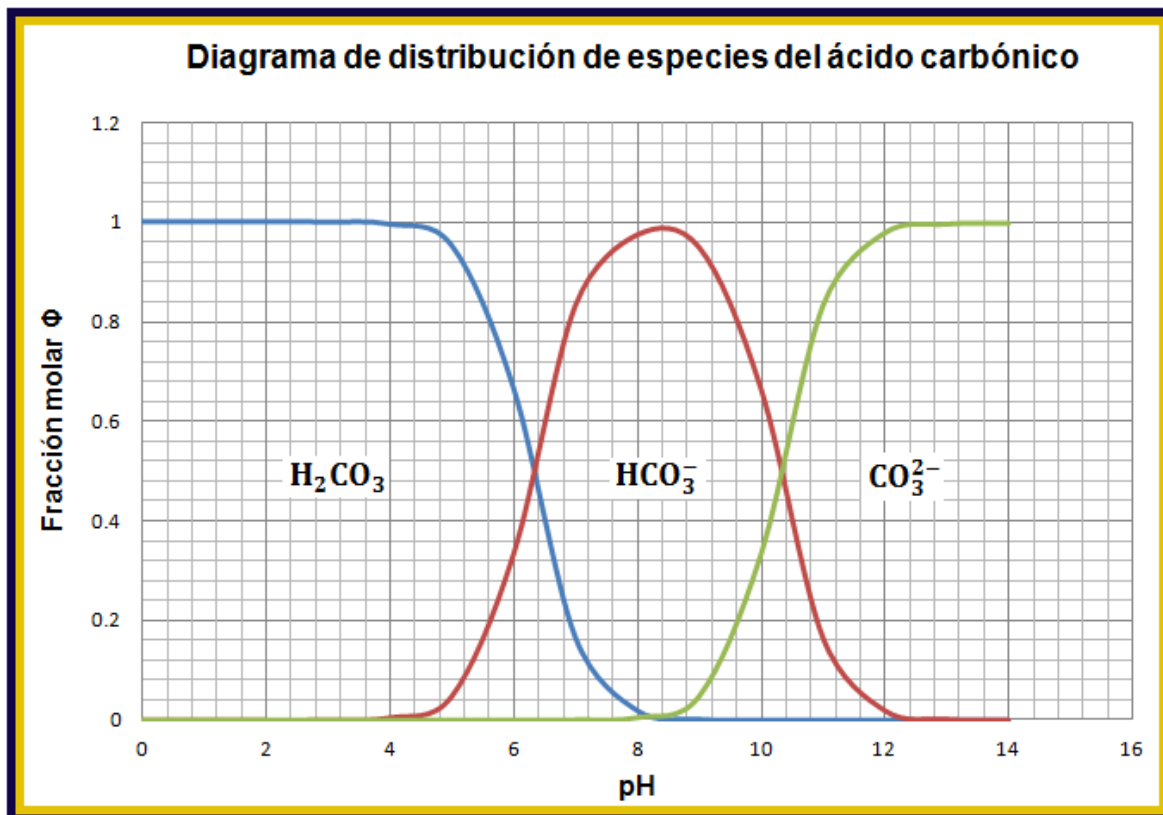
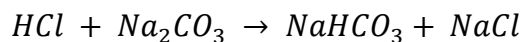


Fig. No. 3.11 Diagrama de distribución de especies en función del pH para el ácido carbónico.

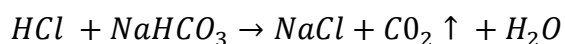


Es posible determinar la cantidad de carbonatos y bicarbonatos en una mezcla mediante una titulación ácido-base diferencial como a continuación se describe: <sup>(16)</sup>

1.- Primero se titula con ácido clorhídrico estándar hasta el punto final de fenolftaleína. Solamente se titula el ion  $\text{CO}_3^{2-}$  y se debe tomar en cuenta que en el punto final el  $\text{CO}_3^{2-}$  se neutraliza a  $\text{HCO}_3^-$ .



2.- Se continúa la titulación hasta el punto final del rojo de metilo o del anaranjado de metilo. Todo el  $\text{HCO}_3^-$  presente se neutralizará, es decir, el  $\text{HCO}_3^-$  originalmente presente y el  $\text{HCO}_3^-$  que procede de la neutralización parcial del  $\text{CO}_3^{2-}$ . Por consiguiente será necesario emplear un mayor volumen de titulante para llegar del primero al segundo punto final. Se podrán calcular las cantidades de  $\text{CO}_3^{2-}$  y de  $\text{HCO}_3^-$  en la muestra original basándose en las lecturas de la bureta en el punto final de la fenolftaleína y en el punto final del anaranjado de metilo o rojo de metilo.



También es posible analizar mezclas de hidróxido de sodio y carbonato de sodio mediante titulación con ácido clorhídrico hasta alcanzar dos puntos finales distintos. El hidróxido de sodio es una base más fuerte que el carbonato de sodio, pero no es tan fuerte como para que la titulación tenga tres puntos finales. En el primer punto final (el de la fenolftaleína) se titula  $\text{NaOH}$  y  $\text{CO}_3^{2-}$  entre el primer punto final y el segundo se titula el  $\text{HCO}_3^-$  que proviene del  $\text{CO}_3^{2-}$  de la muestra original. En la figura No. 3.12 se muestra la curva de titulación de la mezcla de hidróxido de sodio y carbonato de sodio. Si la lectura de la bureta en el primer punto final es de 30 mL y en el segundo es de 42.0 mL, se emplearon  $42-30=12$  mL de  $\text{HCl}$  para titular el  $\text{HCO}_3^-$  por consiguiente se necesitaron 12.0 mL adicionales para titular el  $\text{CO}_3^{2-}$  que originó al  $\text{HCO}_3^-$  y para titular el  $\text{OH}^-$  de la muestra original se emplearon  $42-24=18$  mL de  $\text{HCl}$ . <sup>(16)</sup>

Las mezclas de hidróxido de sodio y bicarbonato de sodio no existen en solución, porque reaccionan dando lugar a carbonato:

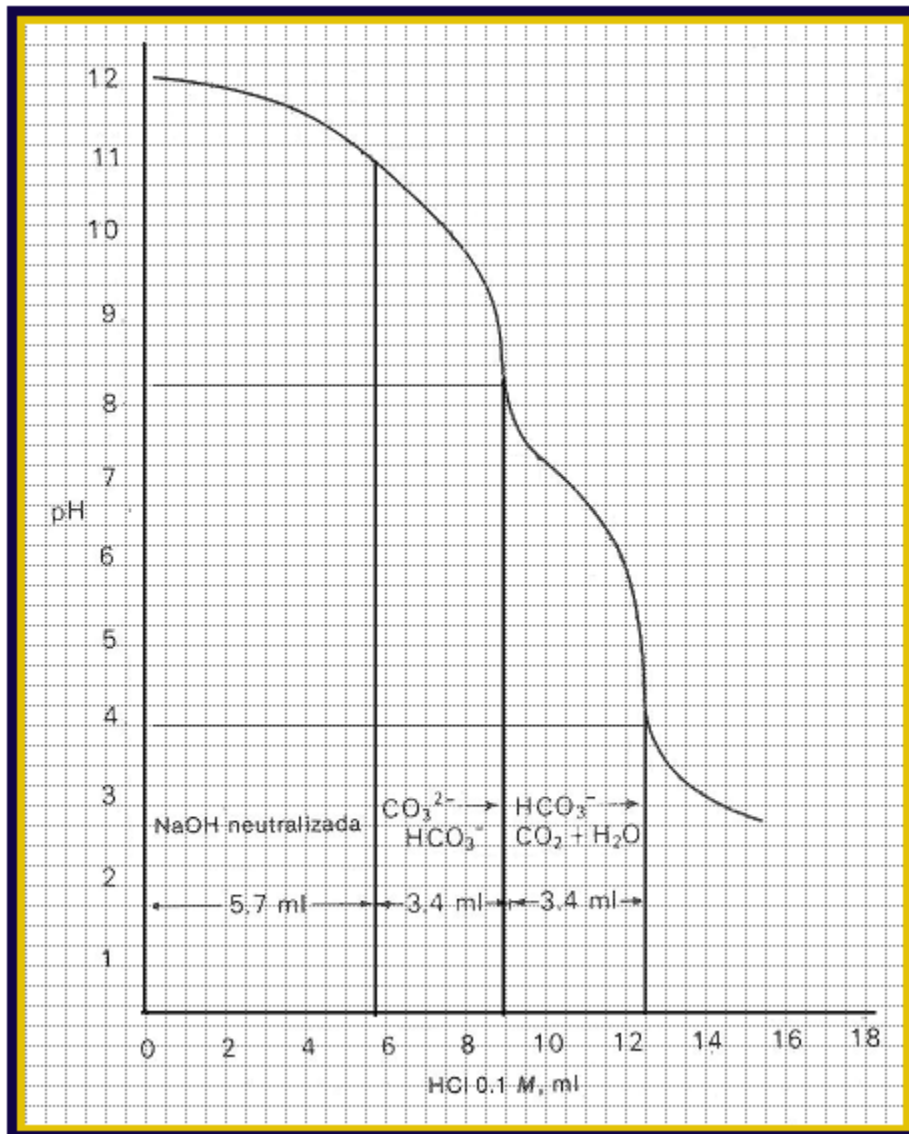
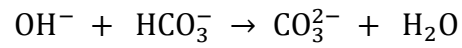
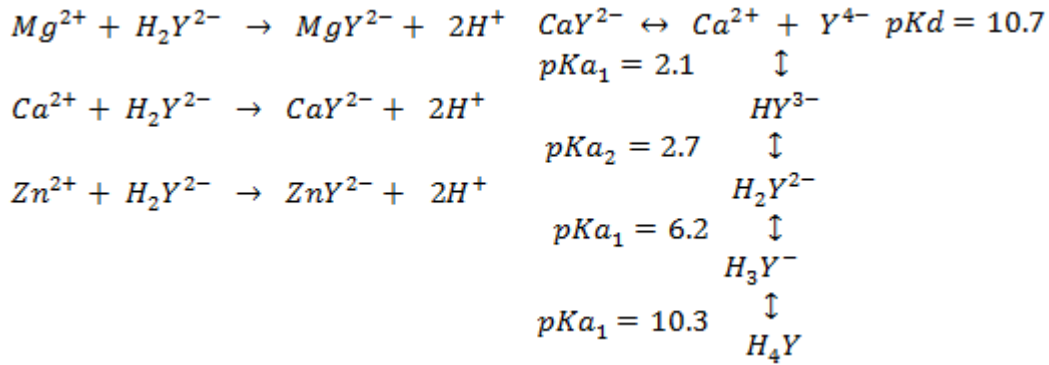


Fig. No. 3.12 Curva de titulación de una mezcla de hidróxido de sodio y carbonato de sodio titulados con ácido clorhídrico. Fritz (1924)

Comúnmente se trabaja con soluciones de etilendiaminotetraacetato de sodio ( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$  ya que es más soluble) previamente valoradas y a pH básicos para formar el complejo más estable con la especie  $\text{Y}^{4-}$  como se muestra en las siguientes reacciones: <sup>(16)</sup>



El pH adecuado para esta valoración es mayor a 10.3, ya que a este pH la especie  $\text{Y}^{4-}$  se encuentra libre como puede observarse en el diagrama de distribución de especies en función del pH para el EDTA que se muestra a continuación: <sup>(33)</sup>

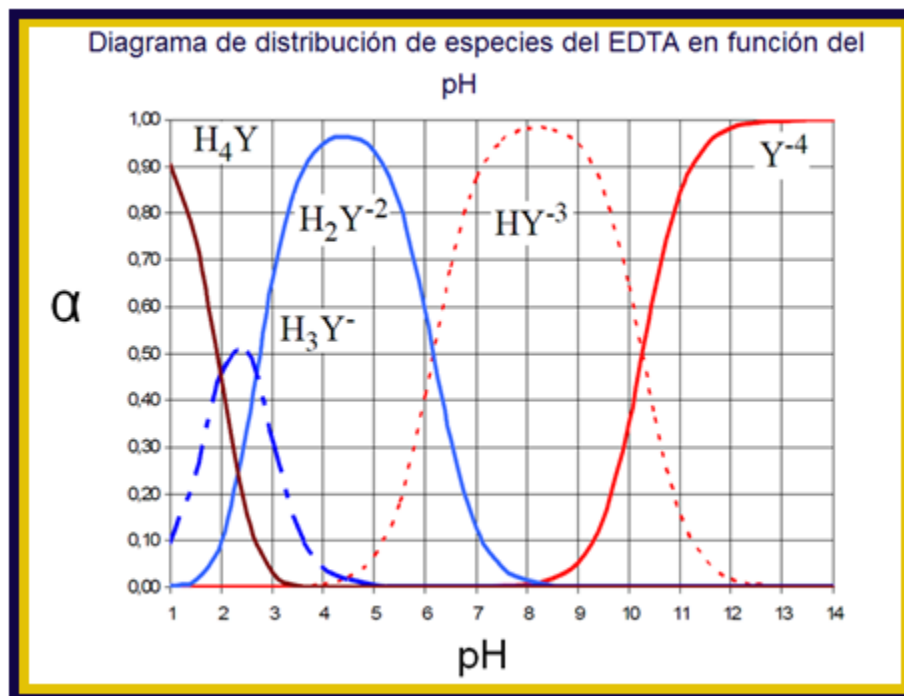


Fig. No. 3.16 Diagrama de distribución de especies en función del pH para el EDTA: todas las especies existen a cualquier pH pero en cantidades variables, la especie  $\text{H}_4\text{Y}$  es la prioritaria a pH ácidos ( $\text{pH} < 3$ ), en el intervalo de pH (3 a 10) predominan las especies:  $\text{H}_3\text{Y}^-$ ,  $\text{H}_2\text{Y}^{2-}$  y  $\text{HY}^{3-}$ , la especie totalmente desprotonada  $\text{Y}^{4-}$  predomina sólo a  $\text{pH} > 10$ .

### 3.13.2 VOLUMETRÍA DE FORMACIÓN DE COMPLEJOS.

La cuantificación de iones divalentes como calcio, magnesio y zinc puede efectuarse por volumetría de formación de complejos o complejometría, por ejemplo el calcio y magnesio forman complejos de tipo  $CaY^{2-}$  y  $MgY^{2-}$  respectivamente, con el ión etilendiaminotetraacetato «ión del ácido etilendiaminotetracético, que comúnmente se abrevia como EDTA o  $H_4Y$ ». <sup>(16)</sup>

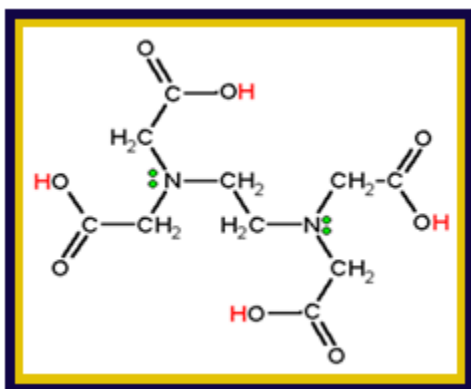


Fig. No. 3.13. Ácido etilendiaminotetracético  
(EDTA o  $H_4Y$ )

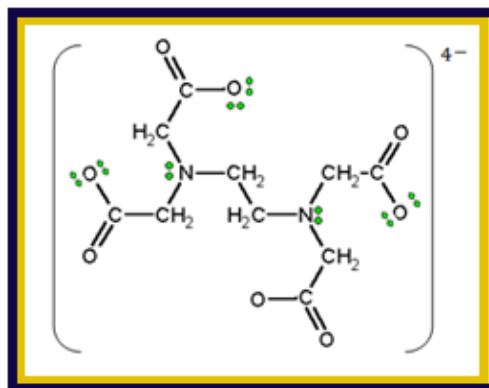


Fig. No.3.14. Ión  
etilendiaminotetraacetato ( $Y^{4-}$ )

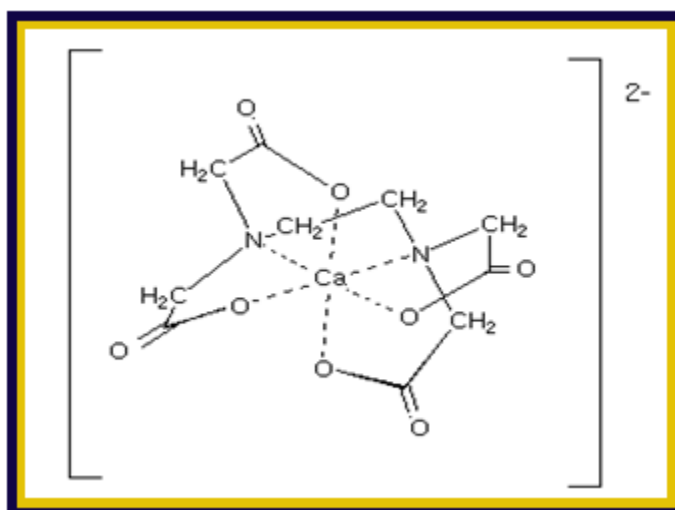


Fig. No.3.15 Complejo  $CaY^{2-}$

La cuantificación de calcio y magnesio se determina a partir de dos valoraciones como se indica en los siguientes puntos:

1.- Ajustando el pH >10 con hidróxido de amonio y utilizando Negro de Eriocromo T como indicador del punto final de la valoración, observando un cambio de coloración de rojo (complejo metal-indicador) a azul (complejo metal-EDTA).

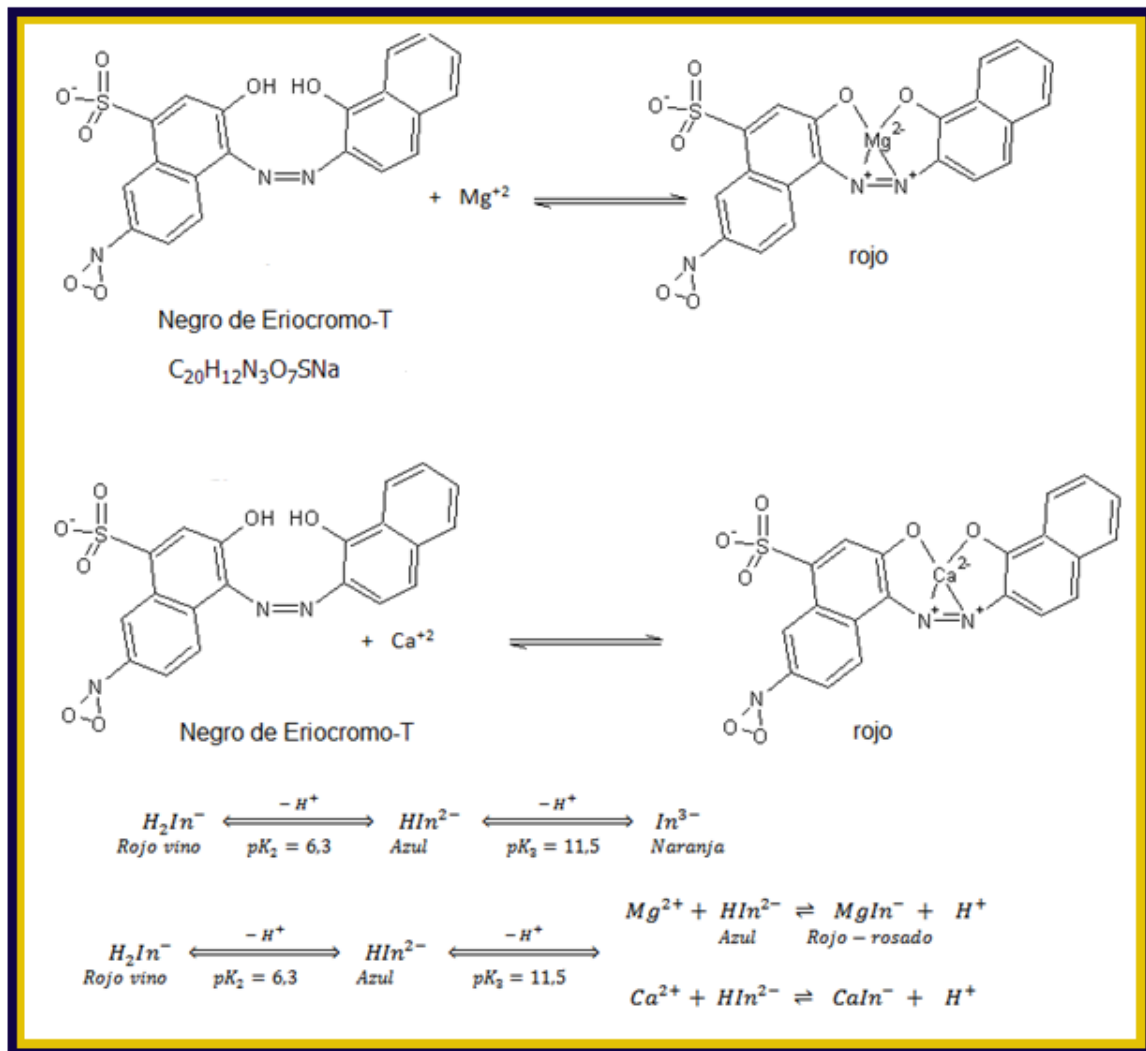


Fig. No. 3.17 Características del indicador metalocrómico Negro de Eriocromo T. Fritz (1924)

2.- Ajustando el pH a 12 con hidróxido de sodio y Murexida como indicador del punto final de la valoración, observando un cambio de rosa pastel a violáceo.

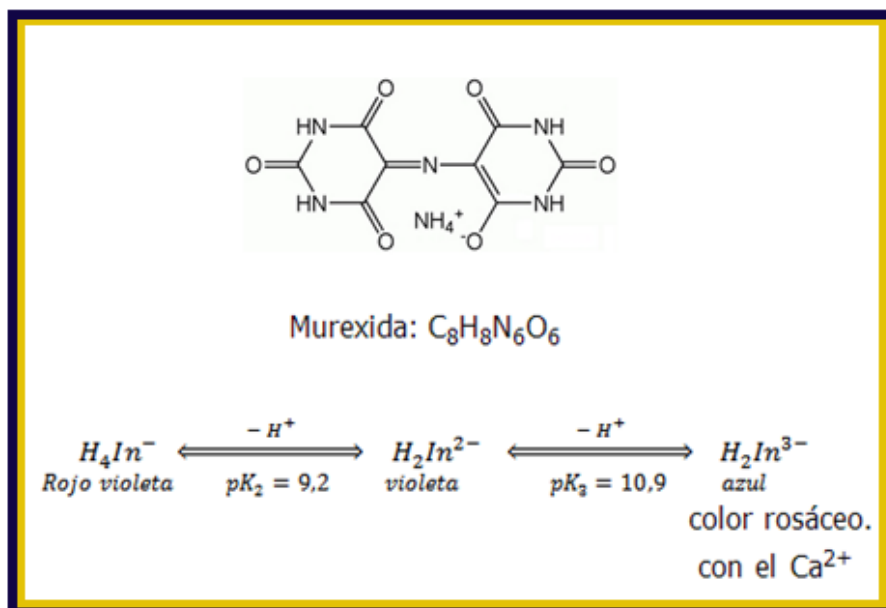


Fig. No.3.18 Características del indicador metalocrómico Murexida. Fritz (1924)

A partir de la primera valoración se cuantifica calcio y magnesio mientras que en la segunda se cuantifica sólo calcio ya que en presencia de NaOH el magnesio se precipita como hidróxido de magnesio, por diferencia de estas valoraciones se determina el contenido de magnesio presente en la muestra.<sup>(16,33)</sup>

Algunas interferencias en la valoración son los iones fosfato, los cuales son matrices de los productos sintetizados, la cuantificación de  $Ca^{2+}$  y  $Mg^{2+}$  es posible a partir del enmascaramiento de los iones fosfato con iones acetato, se adiciona un exceso de EDTA a la muestra problema y valora por retroceso el exceso con una disolución valorada de acetato de zinc, utilizando hidróxido de amonio para ajustar el pH y Negro de Eriocromo-T como indicador.<sup>(8,32)</sup>

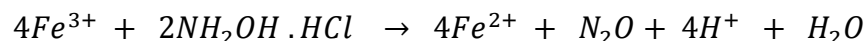
### 3.13.3 ESPECTROSCÓPICOS.

#### ➤ DETERMINACIÓN DE HIERRO.

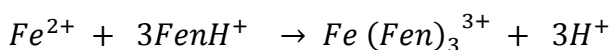
La determinación colorimétrica de hierro se basa en la formación de un complejo rojo conocido como ferroína [tris (1,10-fenantrolina) hierro (II)] que absorbe luz visible alrededor de 505-512 nm, a partir de 1,10-fenantrolina y  $Fe^{2+}$  en medio buffer de acetatos. <sup>(16)</sup>

El método puede emplearse para determinar cantidades muy pequeñas de hierro, porque la absorbancia molar es muy alta ( $1.11 \times 10^4$ ). El límite de detección ( $A=0.01$ ) es aproximadamente  $1 \times 10^{-6}$  M, el intervalo usual de análisis es de 0.4 a 8 ppm de hierro en una celda de 1cm. <sup>(16)</sup>

En el procedimiento primero se reduce el  $Fe^{3+}$  a  $Fe^{2+}$  con un agente reductor como el clorhidrato de hidroxilamina de acuerdo a la siguiente reacción: <sup>(16)</sup>

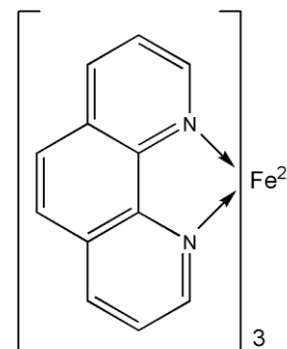


Se ajusta el pH con buffer de acetatos (pH=4.5) y se agrega una solución de 1,10-fenantrolina, la cual en un medio ácido se encuentra en su forma protonada como ion 1,10-fenantrolin ( $FenH^+$ ), la reacción de complejación está descrita por la siguiente reacción:



El complejo tiene tres moléculas de 1,10-fenantrolina por cada ión ferroso, cada átomo de nitrógeno de la fenantrolina forma 6 enlaces covalentes coordinados con el hierro (II). <sup>(16)</sup>

La concentración de hierro se obtiene interpolando en una curva patrón, preparada a partir de una disolución de sulfato ferroso amoniacal tratada de la misma forma. <sup>(20)</sup>



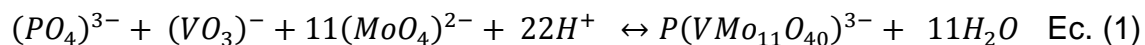
➤ **DETERMINACIÓN DE FÓSFORO.**

❖ **Método ácido vanadomolibdofosfórico:**

Este método se basa en la formación de un heteropoliácido o heteropolicomplejo amarillo «ácido vanadomolibdofosfórico o molibdovanadofosfato» el cual se determina espectrofotométricamente a 400-420 nm, éste se forma a partir del fósforo contenido en una muestra como ortofosfato y una mezcla de molibdato y vanadato de amonio en medio ácido. <sup>(21,25)</sup>

El método permite detectar cantidades superiores a 1.0 mg/L, la intensidad del color amarillo desarrollado es directamente proporcional a la concentración de fósforo en la muestra. <sup>(41)</sup>

En soluciones ácidas los vanadatos y molibdatos forman isopoliácidos como el hexamolíbico y tetravanádico, que en presencia de iones fosfatos se agrupan en torno al fósforo como átomo central, obteniéndose dicho heteropoliácido. <sup>(41)</sup>



La ecuación (1) muestra la relación molar de vanadatos y molibdatos, sin embargo no se tiene bien establecida, Huheey (1981) y Hüchel (1950) afirman que el complejo amarillo es una mezcla de heteropolicomplejos de diferentes relaciones molares vanadato/molibdato y que la estabilización de algunos de ellos depende de la concentración de fosfatos. Otros autores como Carrasquero y Adams (1995) determinaron la relación molar 1:2 vanadato/molibdato en dicho complejo con absorbancia ajustada a la ley de Beer, a partir de la mezcla de volúmenes iguales de soluciones de vanadato y molibdato de amonio de concentraciones 0.25% (p/v) y 5% (p/v) respectivamente.

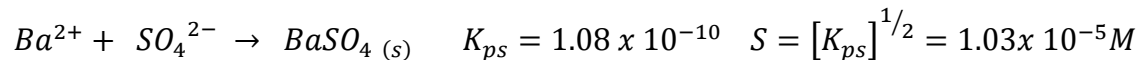
La concentración de fósforo expresada como (mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/L) se obtiene interpolando en una curva patrón, preparada a partir de una solución de fosfato diácido de potasio KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>. <sup>(21, 25)</sup>



### 3.13.4 DETERMINACIÓN DE SULFATOS POR GRAVIMETRÍA.

La determinación gravimétrica del ión sulfato se realiza precipitándolo como sulfato de bario, sal insoluble, agregando una solución de cloruro de bario a la muestra en un medio ligeramente ácido no menor a pH de 4.<sup>(16)</sup>

A partir del valor de  $K_{ps}$  se determina la solubilidad molar de la sal, como se observa en las siguientes expresiones:



El sulfato de bario se seca, evitando que el monóxido de carbono formado durante la ignición del papel reduzca el sulfato de bario a sulfuro de bario, una vez sin restos de papel y a la vista de un residuo blanco se calcina a temperaturas de entre 800 y 900°C, una vez seco y frío se pesa.<sup>(42)</sup>

La determinación gravimétrica del contenido de un analito ( $Pa$ ) en una muestra, se calcula a partir del producto de su pesada gravimétrica ( $Pg$ ) y su factor gravimétrico.<sup>(33)</sup>

$$Pa = G * Pg$$

El factor gravimétrico ( $G$ ) para el ión sulfato es de 0.4112, este factor expresa la relación estequiométrica que existe entre el analito y su forma de pesada.<sup>(33)</sup>

$$G = \frac{\text{peso fórmula analito } (SO_4^{2-})}{\text{peso molecular forma pesada } (BaSO_4)} = \frac{96}{233.43} = 0.4112$$

### 3.13.5 ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL (D.T. A.)

A menudo se usa la termogravimetría (TG) junto con el análisis térmico diferencial, la primera técnica permite medir la variación del peso de los sólidos o precipitados en función de la temperatura y la segunda los cambios de entalpía es decir si la muestra con el tratamiento térmico libera o absorbe calor. En el análisis térmico diferencial el calor es proporcionado a la muestra a una velocidad regulada, seguido de la elevación de temperatura. <sup>(38, 39)</sup>

Ambas técnicas permiten estudiar el comportamiento térmico de los sólidos o precipitados obtenidos. <sup>(33)</sup>

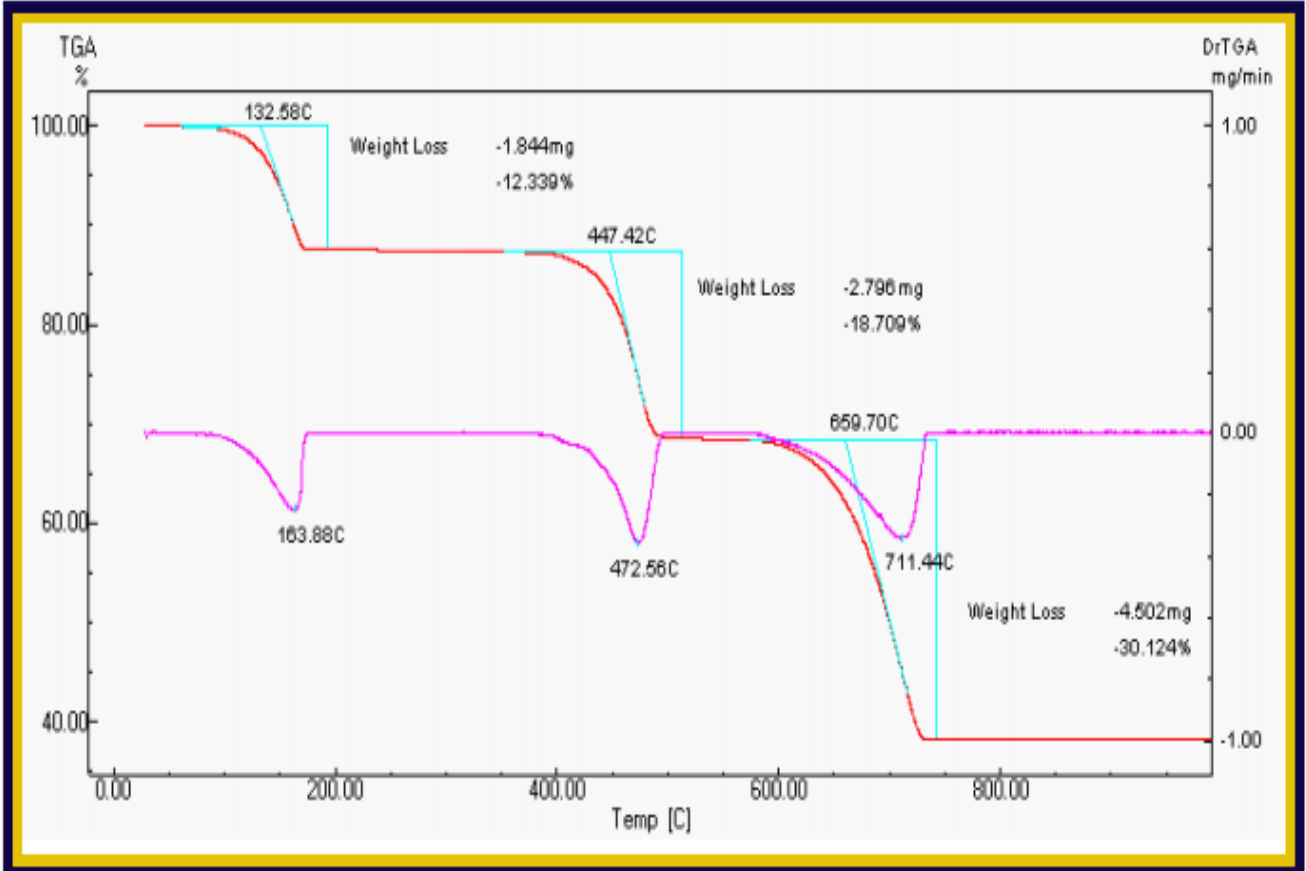
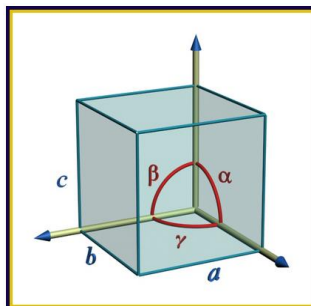


Fig. No. 3.19 Diagrama donde se observa la Curva TG y D.T.A. para el oxalato de calcio monohidratado, en el cual se observa su descomposición a carbonato de calcio a 472°C y posteriormente la descomposición de carbonato de calcio a óxido de calcio a temperaturas mayores de 800°C.

### **3.13.6 DETERMINACIÓN DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X.**

Cuando los Rayos X penetran un sólido cristalino las partículas del cristal lo dispersan, ya que estructuralmente en un sólido cristalino las partículas que lo constituyen están dispuestas en un patrón ordenado y repetitivo en tres dimensiones, formando una disposición regular de planos que permiten al cristal comportarse como rejillas de difracción para los Rayos X. <sup>(6)</sup>

La cristalografía de Rayos X se fundamenta en la ley de Bragg, que permite representar a los cristales como espejos semitransparentes donde al incidir un haz monocromático de rayos X penetra bajo la superficie del cristal y es reflejado. A partir del estudio de las separaciones entre los planos y las intensidades del patrón de difracción, se determina el tamaño, la forma de la celda unitaria y la disposición de las partículas en la celda. El método de Debye - Scherrer o método de los polvos, consiste en mantener constante la longitud de onda de los Rayos X y variar el ángulo de difracción al girar el cristal, para encontrar los ángulos de incidencia en que la radiación es reflejada, esta radiación es registrada sobre una placa o película fotográfica obteniéndose el espectro o diagrama de difracción conocido como Lauegrama o diagrama de Laue. Otra posibilidad es midiendo la intensidad de los haces difractados mediante un detector y enviando dicha información a un procesador que despliega una gráfica de Intensidad del haz difractado contra ángulo de difracción ( $2\theta$ ). <sup>(6)</sup>



*Fig. No.3.20 Esquema de la celda unitaria de un cristal.*

## 4. METODOLOGÍA

### EQUIPOS

- ❖ Espectrofotómetro mod. Spectronic 20 de Bausch & Lomb.
- ❖ Potenciómetro mod. pH meter 220 de Sargent.
- ❖ Horno tubular mod. Hevi-Duty de Lindberg.
- ❖ Mufla mod. Hevi-Duty.
- ❖ Estufa eléctrica mod. Boekel.
- ❖ Balanza analítica mod. BP 2105.

### REACTIVOS

REACTIVOS	PUREZA	MARCA COMERCIAL
Edetato disódico dihidratado	R.A	Merck
Murexida	R.A	Merck
Negro de Eriocromo t	R.A	HYLEL
HCl	R.A 36.5-38%	J.T. Baker.
NaOH	R.A	J.T. Baker.
Sulfato de sodio decahidratado	R.A	J.T. Baker.
Sulfato de aluminio decaoctahidratado	R.A	J.T. Baker.
Granalla de zinc	R.A	J.T. Baker.
Cloruro de bario dihidratado	R.A	Mallinckrodt
Molibdato de amonio	R.A	Mallinckrodt
Metavanadato de amonio	R.A	Mallinckrodt
Bicarbonato de sodio	USP	Droguería Cosmopolita
Carbonato de calcio	R.A	Mallinckrodt
Hidróxido de amonio	R.A 28.0-30%	J.T. Baker.
Etanol	R.A	J.T. Baker.
Ácido nítrico	R.A conc.	Merck
Ácido fosfórico	R.A 85%, 1.69 g/mL	J.T. Baker
Carbonato de sodio	R.A	Mallinckrodt

## REACTIVOS

REACTIVO	PUREZA	MARCA COMERCIAL
Fosfato diácido de potasio	R.A	Merck
1-10 ortofenantrolina	R.A	Mallinckrodt
Clorhidrato de hidroxilamina	R.A	Merck
Acetato de sodio trihidratado	R.A	J.T. Baker
Sulfato ferroso amoniacal	R.A	Mallinckrodt
Ácido acético	R.A conc.	J.T. Baker
Acetato de zinc dihidratado	R.A	Mallinckrodt

## MUESTRAS

- ❖ Lote 2: residuos de cascarón blanco de huevo de gallina libre de membranas testáceas y residuos de albúmina, se recolectó residuos de huevo por 5 semanas de un negocio de comida ubicado en el estado de Morelos, se limpió manualmente conforme se recolectaba a fin de tener los residuos por separado.
- ❖ Lote 6: residuos de cascarón blanco de huevo de gallina con membranas testáceas y residuos de albúmina, recolectados en una semana en casas habitación de Cuautla Mor.
- ❖ Cascarón (libre de membranas testáceas) de 1.0 Kg de huevo blanco de cada marca, Calvario<sup>®</sup>, Bachoco<sup>®</sup> y San Juan<sup>®</sup> obtenidos en tiendas de abasto en Cuautla Mor.
- ❖ Cascarón (libre de membranas testáceas) de 1.0 Kg de huevo blanco de cada marca de Calvario<sup>®</sup>, Bachoco<sup>®</sup> y San Juan<sup>®</sup> obtenidos en supermercados de la Delegación Coyoacán.

#### **4.1 % EN PESO DE LAS PARTES PRINCIPALES DEL HUEVO.**

1.- Se separó manualmente y pesó cada parte del huevo pieza a pieza de 1.0 Kg en condiciones de ruptura comercial.

#### **4.2 % RECOLECCIÓN DE RESIDUOS Y TRATAMIENTO DE LOS MISMOS.**

1.- Se recolectó residuos de cascarón de un negocio de comida ubicado en el estado de Morelos, hasta obtener un 1.0 Kg de cascarón limpio y seco libre de membranas testáceas (LOTE 2).

2.- Se compró 1.0 Kg de huevo blanco de cada marca (Bachoco<sup>®</sup>, Calvario<sup>®</sup> y San Juan<sup>®</sup>), en el estado de Morelos y en una tienda de supermercado ubicada en la delegación Coyoacán.

3.- Se limpiaron los cascarones de los diferentes lotes, enjuagando con agua destilada ligeramente caliente y removiendo manualmente las membranas testáceas.

4.- Cada lote se secó en la estufa a 40.0°C por 3.0 h, una vez frío, se trituró y molió hasta obtener harina o polvo de cascarón de huevo.

#### **4.3 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE CASCARÓN BLANCO DE HUEVO DE GALLINA.**

##### **4.3.1 Determinación de Ca<sup>2+</sup> y Mg<sup>2+</sup>.**

- Tratamiento de la muestra

Se pesó aproximadamente 2.0 g de cascarón blanco de gallina (en polvo y libre membranas testáceas de las diferentes muestras), a cada muestra se le agregó en porciones pequeñas HCl concentrado hasta un total de 2.0 a 4.0 mL (evitando pérdidas de muestra debido a la efervescencia producida), se calentó y agitó en reflujo por cinco minutos hasta obtener soluciones translúcidas, se trasvasó

cuidadosamente en matraces volumétricos de 50.0 y 100.0 mL, utilizando agua destilada para el aforo.

Tabla No. 4.1 Preparación de disoluciones de cascarón.

Muestra	Cantidad (g)	Aforo (mL)	g de muestra/ mL de disolución
Lote2	2.5267	100.0	0.0252
Calvario Cuautla	2.2448	50.0	0.0448
Calvario D.F	2.0928	100.0	0.0209
Bachoco Cuautla	2.1582	50.0	0.0431
Bachoco D.F	2.1101	100.0	0.0211
S. Juan Cuautla	2.1771	100.0	0.0217
S. Juan D.F	2.0929	100.0	0.0209

- Preparación y estandarización de solución de EDTA 0.0364M

1.- Se pesó la cantidad necesaria de Edetato disódico dihidratado ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ ), se adicionó agua destilada, se agitó y calentó a 50.0°C hasta disolver, se enfrió, se trasvasó cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1.0 L.

2.- Preparación de solución estándar de  $Zn^{2+}$  0.0270 M: se pesó 0.1768 g de zinc metálico, se disolvió en 2.0 mL de HCl concentrado, se trasvasó a un matraz volumétrico y se aforó a 100.0 mL con agua destilada.

3.- Se tomó una alícuota de 10.0 mL de solución de  $Zn^{2+}$  0.0270 M, se le agregó amoníaco hasta un pH de 11.0, se le adicionó NET como indicador y se valoró con la disolución de EDTA, gastándose en promedio 7.40 mL de la disolución.

- Valoración complejométrica

#### 1.- Determinación de $\text{Ca}^{2+}$ y $\text{Mg}^{2+}$

Se tomó una alícuota de 5.0 mL de las diferentes muestras descritas en la tabla No. 4.1 (pág. 68), a cada muestra se le agregó amoníaco hasta un pH de 11.0, se adicionó NET como indicador y se valoró con la disolución de EDTA 0.0364 M.

#### 2.- Determinación de $\text{Ca}^{2+}$

Se tomó una alícuota de 5.0 mL de las diferentes muestras, a cada muestra se le agregó una solución de NaOH concentrada hasta un pH de 11.0, se adicionó Murexida como indicador y se valoró con la disolución de EDTA 0.0364 M.

La diferencia de volumen de EDTA entre la primera y segunda valoración, permite cuantificar la cantidad de  $\text{Mg}^{2+}$ .

### **4.3.2 Determinación de Fósforo.**

- Preparación de reactivo metavanadato-molibdato de amonio

1.- Se pesó 10.0 g de molibdato de amonio y se disolvió en 100.0 mL de agua destilada.

2.- En 62.50 mL de agua destilada ligeramente caliente, se disolvió 0.50 g de metavanadato de amonio.

3.- Ambas soluciones se mezclaron en frío con 70.0 mL de ácido nítrico concentrado, una vez fría la disolución obtenida se trasvasó a un matraz aforado de 500.0 mL.



- Preparación de la curva patrón

1.- Se pesó 4.4067 g de fosfato diácido de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , previamente secado a  $105^\circ\text{C}$  durante 2.0 h) se adicionó 300.0 mL de agua destilada tibia, se disolvió, se trasvasó y aforó a 500.0 mL.

2.- Se tomó 10.0 mL de la disolución anterior, se diluyó hasta completar un volumen de 100.0 mL en un matraz aforado, de esta disolución se tomaron diferentes volúmenes, a cada volumen se le agregó 20.0 mL del reactivo metavanadato-molibdato de amonio antes preparado, se mezcló y se dejó en reposo por 20.0 min, para desarrollar color posteriormente se aforó a 50.0 mL obteniendo concentraciones de 9.18 a 50.49 mg de  $\text{P}_2\text{O}_5/\text{L}$ .

- Tratamiento de las muestras

De las diferentes muestras tratadas en el punto 4.3.1 (pág. 67), se tomaron 15.0 y 20.0 mL (ver tabla No. 4.2), todas las soluciones se trataron de la misma forma que los puntos de la curva patrón.

Tabla No. 4.2 Volumen utilizado para desarrollar color para la determinación de fósforo.

Muestra	g de muestra/ mL de disolución	mL utilizados para desarrollar color	Aforo Final (mL.)
Lote2	0.0252	20.0	50.0
Calvario Cuautla	0.0448	15.0	50.0
Calvario D.F	0.0209	20.0	50.0
Bachoco Cuautla	0.0431	15.0	50.0
Bachoco D.F	0.0211	20.0	50.0
S. Juan Cuautla	0.0217	15.0	50.0
S. Juan D.F	0.0209	20.0	50.0

- Calibración del equipo y lecturas de absorbancia

1.- Se conectó el equipo, se dejó estabilizar por 15.0 min, se levantó la tapa y se ajustó a 0% de absorbancia con la perilla del equipo, se cerró la tapa del equipo, se seleccionó una longitud de onda de 400.0 nm y se ajustó a 100% de transmitancia con la perilla.

2.- Se leyó en las celdas correspondientes el blanco, los puntos de la curva patrón de menor a mayor concentración y las muestras.

#### **4.3.3 Determinación de Hierro.**

- Preparación de soluciones

- Se preparó una disolución de 1-10 ortofenantrolina al 0.10%
- Se preparó una disolución de clorhidrato de hidroxilamina al 10.0%
- Se preparó un Buffer de acetatos de pH igual a 4.5

- Preparación de la curva patrón

1.- Se pesó 3.5197 g de sulfato ferroso amoniacal, se disolvió en 200.0 mL de agua destilada, se transfirió cuantitativamente a un matraz y aforó a 500.0 mL.

2.- Se tomó de 0.50 a 2.20 mL de la solución anterior, cada volumen se trató de la siguiente manera y en el orden indicado:

- ✓ Se agregaron 10.0 gotas de ácido nítrico concentrado, se agitó y calentó en la parrilla eléctrica por 5.0 minutos.
- ✓ En frío se adicionó 3.0 mL de clorhidrato de hidroxilamina, se mezcló.
- ✓ Se agregó 5.0 mL de buffer de acetatos y se continuó la agitación.
- ✓ Se añadió 2.0 mL de 1-10 ortofenantrolina, se agitó por 3.0 min posteriormente se dejó reposar por 15.0 minutos para desarrollar color.

- ✓ Se trasvasó a un matraz aforado de 50.0 mL cuidando que todo fuese cuantitativo y se aforó con agua destilada.

- Tratamiento de la muestras

A partir de 20.0 mL de las muestras tratadas de la tabla 4.1 (pág. 68), se desarrolló color de igual forma que en los puntos de la curva patrón.

Tabla No. 4.3 Volumen utilizado para desarrollar color para la determinación de Hierro.

Muestra	g de muestra/ mL de disolución	mL utilizados para desarrollar color	Aforo Final (mL.)	g de muestra/ mL de disolución
Lote2	0.0252	20.0	50.0	0.0100
Calvario Cuautla	0.0448	20.0	50.0	0.0179
Calvario D.F	0.0209	20.0	50.0	$8.36 \times 10^{-3}$
Bachoco Cuautla	0.0431	20.0	50.0	0.0172
Bachoco D.F	0.0211	20.0	50.0	$8.44 \times 10^{-3}$
S. Juan Cuautla	0.0217	20.0	50.0	$8.68 \times 10^{-3}$
S. Juan D.F	0.0209	20.0	50.0	$8.36 \times 10^{-3}$

- Calibración del equipo y lecturas de absorbancia

1.- Se conectó el equipo, se dejó estabilizar por 15.0 min, se levantó la tapa y se ajustó a 0% de absorbancia con la perilla del equipo, se cerró la tapa del equipo, se seleccionó una longitud de onda de 505.0 nm y se ajustó a 100% de transmitancia con la perilla.

2.- Se leyó el blanco, los puntos de la curva patrón de menor a mayor concentración y las muestras.

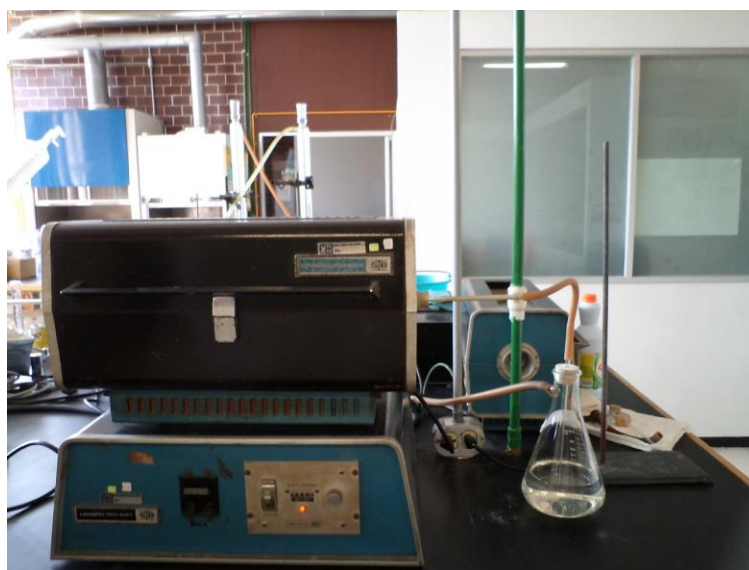
#### **4.4 CALCINACIÓN DE CASCARÓN Y DETERMINACIÓN DEL % DE CENIZA.**

- 1.- Se pesó en cápsulas de porcelana a peso constante, polvo de cascarón de gallina blanco libre de membranas testáceas de las diferentes marcas o lotes.
- 2.- Se calcinó a 850.0°C durante 2.0 h en la mufla, una vez frías las cápsulas se pesaron y se calculó el % de ceniza.

##### **4.4.1 OBTENCIÓN DE CARBONATO DE SODIO A PARTIR DE LA RECOLECCIÓN DEL DIÓXIDO DE CARBONO LIBERADO EN LA CALCINACIÓN DE CASCARÓN DE HUEVO.**

1.- En el horno tubular y mediante dos trampas para la recolección de gases como se muestra en la fotografía No. 4.1, se calcinó una muestra de 31.7595 g de cascarón blanco de gallina (en polvo del lote 2) a 850.0°C por 2.0 h, el dióxido de carbono generado de la calcinación, se recibió en 672.0 mL de una solución de hidróxido de sodio 1.0276 M y fenolftaleína.

Nota: los gases generados a 400.0°C se recuperaron en un matraz bola con solución de hipoclorito de sodio, una vez alcanzado los 450.0°C se recolectó el dióxido de carbono en el matraz que contenía la solución de hidróxido de sodio.



*Fotografía No. 4.1. Horno tubular modelo Hevi-Duty de Lindberg adaptado a un sistema de recolección de gases.*

2.- Para cuantificar la cantidad de carbonato de sodio formado: se agregó fenolftaleína al matraz y valoró con HCl 1.0276 M hasta observar un cambio de color de rosa a incoloro, posteriormente se adicionó anaranjado de metilo y se siguió valorando hasta observar el cambio de vire del indicador.

#### **4.5 FORMACIÓN DE HIDRÓXIDOS A PARTIR DE LA CENIZA U ÓXIDOS.**

1.- Se pesó ceniza rica en óxido de calcio (cal viva) obtenidas anteriormente de los diferentes lotes, cada muestra se vertió en un vaso de precipitados con suficiente agua destilada fría para formar el respectivo hidróxido o cal apagada, cada lechada se mantuvo en agitación por 30.0 min.

2.- Se filtró al vacío el precipitado o cal apagada de cada lote, se secó por 4.0 horas a 40°C, una vez seco y frío el producto, se calculó el % de rendimiento de la reacción.

3.- Los productos obtenidos se molieron y se tamizaron al paso de la malla No. 80, posteriormente se guardaron en frascos de vidrio.

#### **4.6 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LA MATERIA PRIMA PARA LA SÍNTESIS DE LAS DIFERENTES SALES.**

##### **4.6.1 Determinación de Ca<sup>2+</sup> y Mg<sup>2+</sup>**

- Tratamiento de la muestra

1.- Se pesó aproximadamente 2.0 g de ceniza hidratada o hidróxido de los diferentes lotes o marcas (ver tabla No. 4.4, pág. 75), se agregó agua destilada sólo a humedecer y posteriormente 2.0 mL de HCl concentrado, se calentó y agitó en la parrilla eléctrica hasta disolver la muestra.

2.- Las soluciones obtenidas se trasvasaron cuidadosamente a matraces aforados de 100.0 mL.

Tabla No. 4.4 Preparación de disoluciones de cal apagada.

Muestra	Cantidad (g)	Aforo (mL)	g de muestra/ mL de disolución
Lote2	2.0509	100.0	0.0205
Calvario D.F	2.0010	100.0	0.0200
Bachoco D.F	2.0089	100.0	0.0200
S. Juan D.F	2.0229	100.0	0.0202

- Preparación y estandarización de solución de EDTA 0.0113M.

1.- Se pesó 2.1290 g de Edetato disódico dihidratado ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ ), se le adicionó 350.0 mL de agua destilada, se agitó y calentó a 50.0 °C hasta disolver, se enfrió, se trasvasó cuantitativamente a un matraz volumétrico y se aforó a 500.0 mL.

2.- Se tomó una alícuota de 10.0 mL de solución de  $Zn^{2+}$  0.0270 M, se le agregó amoníaco hasta un pH de 11.0, se le adicionó NET como indicador y se valoró con la disolución de EDTA 0.0113 M.

- Valoración complejométrica

1.- De las soluciones descritas en la tabla No. 4.4, se tomó 5.0 mL y diluyeron a 50.0 mL.

2.- Se tomaron alícuotas de 5.0 mL de la dilución anterior, a cada muestra se le agregó amoníaco hasta un pH de 11.0, se le adicionó NET como indicador y se valoró con la disolución de EDTA 0.0113 M.

3.- Se tomó otra alícuota de 5.0 mL de las diferentes muestras, a cada muestra se le agregó una disolución de NaOH concentrada hasta un pH de 11.0, se adicionó Murexida como indicador y valoró con disolución de EDTA 0.0113 M.

La diferencia de volumen de EDTA entre la primera y segunda valoración, permite cuantificar la cantidad de  $Mg^{2+}$ .

#### **4.6.2 Determinación de Fósforo.**

- Curva patrón para la determinación de fósforo

Se utilizó la misma curva patrón descrita en el punto 4.3.2 (pág. 69), las lecturas de absorbancia para muestras de cascarón e hidróxidos se realizaron el mismo día.

- Tratamiento de las muestras

1.- Se pesó aproximadamente 4.0 g de cal apagada o hidróxidos de los diferentes lotes o marcas (ver tabla No. 4.5), se agregó agua destilada sólo a humedecer y posteriormente 2.0 mL de HCl concentrado, se calentó y agitó en la parrilla eléctrica hasta disolver la muestra.

2.- Las soluciones obtenidas se trasvasaron cuidadosamente a matraces aforados de 100.0 mL.

Tabla No. 4.5 Preparación de disoluciones de hidróxidos, para la determinación de fósforo.

Muestra	Cantidad (g)	Aforo (mL)	g de muestra/ mL de disolución
Lote2	4.1182	100.0	0.0411
Calvario D.F	4.1059	100.0	0.0415
Bachoco D.F	3.9817	100.0	0.0398
S. Juan D.F	4.0007	100.0	0.0400

3.- Se tomó 20.0 mL de las muestras descritas en la tabla anterior, a cada muestra se le agregó 20.0 mL de reactivo metavanadato-molibdato de amonio, se mezcló y se dejó desarrollar color por 20.0 min, posteriormente se aforó a 50.0 mL con agua destilada.

### **4.6.3 Determinación de Hierro.**

- Curva patrón para la determinación de hierro

Se utilizó la misma curva patrón descrita en el punto 4.3.3 (pág. 71), las lecturas de absorbancia para muestras de cascarón e hidróxidos se realizaron el mismo día.

- Tratamiento de las muestras

A partir de 20.0 mL de las muestras descritas en la tabla No. 4.6, se desarrolló color de igual forma que en los puntos de la curva patrón del apartado 4.3.3, pág. 71.

Tabla No. 4.6 Determinación de hierro en hidróxidos.

Muestra	g de muestra/ mL de disolución	mL utilizados para desarrollar color	Aforo Final (mL)	g de muestra/ mL de disolución
Lote2	0.0411	20.0	50.0	0.0176
Calvario D.F	0.0415	20.0	50.0	0.0166
Bachoco D.F	0.0398	20.0	50.0	0.0159
S. Juan D.F	0.0400	20.0	50.0	0.0160



## 4.7 SÍNTESIS DE SALES INORGÁNICAS

### 4.7.1 Síntesis de Fosfato monocálcico monohidratado « $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ »

1.- Se pesaron las siguientes cantidades de cal apagada o hidróxidos:

Muestra	Masa (g)
<b>Bachoco D.F</b>	1.8595
<b>Calvario D.F</b>	15.8769
<b>S. Juan D.F</b>	25.782
<b>Lote 2</b>	33.415
<b>TOTAL</b>	76.9334

2.- Se agregó agua destilada sólo a humedecer, en porciones se adicionó la pasta a un volumen de 145.50 mL de ácido fosfórico concentrado, agitándose vigorosamente entre cada adición, se agregó agua destilada, se dejó en agitación por 30.0 min a 45.0°C, a temperatura ambiente y en agitación se agregaron 100.0 mL de etanol, se filtró al vacío, una vez evaporado el etanol, se secó el producto en la estufa a 60.0°C por tres horas.

3.- Se pesó el producto para obtener el % de rendimiento de la reacción.

4.- Se molturó el producto obtenido y se tamizó al paso de una malla No. 80. El producto se guardó en un frasco de vidrio previamente etiquetado.

#### **4.7.2 Síntesis de Fosfato dicálcico anhidro «CaHPO<sub>4</sub>» y obtención de Pirofosfato de calcio «Ca<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>»**

1.-Se pesaron las siguientes cantidades de cal apagada o hidróxidos:

Muestra	Masa (g)
<b>Bachoco D.F</b>	4.9803
<b>Calvario D.F</b>	10.0265
<b>S. Juan D.F</b>	10.0180
<b>Lote 2</b>	15.3030
<b>TOTAL</b>	40.3278

2.- Se agregó agua destilada sólo a humedecer, en porciones se adicionó la pasta a un volumen de 37.10 mL de ácido fosfórico concentrado, agitándose vigorosamente entre cada adición, se dejó en agitación por 30.0 min a 45.0°C.

3.- Se agregó 40.0 mL de agua destilada y se dejó en agitación por 30.0 min.

4.- Una vez frio el precipitado y el líquido sobrenadante, se le adicionó 40.0 mL de etanol, se agitó por 10.0 min en la parrilla, posteriormente se filtró al vacío, una vez evaporado el etanol, se secó en la estufa a una temperatura no mayor de 60.0 °C por tres horas.

5.- Se pesó el producto para obtener el % de rendimiento de la reacción.

6.- Se molturó el producto obtenido y se tamizó al paso de una malla No. 80. El producto se guardó en un frasco de vidrio previamente etiquetado.

7.- Se pesaron diferentes cantidades del producto obtenido (fosfato dicálcico), en cápsulas de porcelana a peso constante, se sometió a diferentes tratamientos térmicos como se muestra en la siguiente tabla:

Tabla No. 4.7 Pesos y tratamientos térmicos para transformar fosfato dicálcico a pirofosfato de calcio.

Masa inicial apatita (g)	Temperatura
10.4621	250.0°C
3.6682	400.0°C
4.2889	600.0°C

#### **4.7.3 Síntesis de Fosfato tricálcico «Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>» y β-Fosfato tricálcico**

- 1.- A un volumen de 8.10 mL de ácido fosfórico concentrado, se le adicionó en porciones 10.0057 g de cal viva del lote 2, se agregó 5.0 mL de agua destilada, se agitó la pasta obtenida por 10.0 min.
- 2.- Se filtró al vacío y secó para obtener el % de rendimiento de la reacción.
- 3.- Se pesó 5.2250 g del producto obtenido (fosfato tricálcico) en una cápsula de porcelana a peso constante y calentó a 800°C durante 2.0 h.

#### **4.7.4 Síntesis de Hidroxiapatita «Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>»**

- 1.-Se pesó 10.7258 g cal viva del lote 6, se agregó a 30 mL de agua destilada y se dejó en agitación por 15.0 min.
- 2.- En porciones se agregó la pasta anterior a 8.0 mL de ácido fosfórico concentrado, se dejó en agitación por 15.0 min.
- 3.- Se filtró al vacío y se secó en la estufa a 60.0°C por 3.0 horas.
- 4.- Se pesó el producto para obtener el % de rendimiento de la reacción.

## 4.8 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LOS PRODUCTOS SINTETIZADOS

### 4.8.1 Determinación de $\text{Ca}^{2+}$ .

- Tratamiento de la muestra

Se pesó aproximadamente 0.50 g de los diferentes fosfatos obtenidos, se les agregó agua destilada sólo a humedecer más 2.0 mL de HCl concentrado, se agitó y calentó en una parrilla eléctrica. Una vez en disolución se trasvasaron cuantitativamente a un matraces y aforados de 100.0 mL.

Tabla No. 4.8 Cantidad de producto obtenido para análisis de calcio.

Muestra problema	Cantidad (g)	Aforo (mL)	g de muestra/ mL
Fosfato monocálcico monohidratado	0.5118	100.0	$5.118 \times 10^{-3}$ g/mL
Fosfato dicálcico anhidro	0.5005	100.0	$5.005 \times 10^{-3}$ g/mL
Fosfato tricálcico	0.5023	100.0	$5.023 \times 10^{-3}$ g/mL
Hidroxiapatita	0.5091	100.0	$5.091 \times 10^{-3}$ g/mL
Pirofosfato de calcio a 250° C	0.5059	100.0	$5.059 \times 10^{-3}$ g/mL
Pirofosfato de calcio a 400° C	0.1029	Se cuantificó toda la muestra	

- Preparación y estandarización de una solución de acetato de zinc.

1.- Se pesó 2.0002 g de acetato de zinc previamente seco (60.0°C por 3.0 h), se disolvió en 50.0 mL de agua destilada, se trasvasó cuantitativamente a un matraz aforado y se aforó a 250.0 mL con agua destilada.

2.- Se valoraron alícuotas de 5.0 mL, con solución de EDTA 0.0364 M, ajustando el pH con amoníaco y utilizando NET como indicador, el gasto promedio de EDTA fue de 4.80 mL por lo que la concentración de  $\text{Zn}^{2+}$  fue de 0.0349 M.

- Valoración complejométrica por retroceso

1.- Se tomaron alícuotas de 5.0 y 10.0 mL de las muestras problema, se ajustaron a pH de 11.0 con amoníaco, se agregó NET como indicador, posteriormente se

adicionó un exceso de disolución de EDTA 0.0364 M y se valoró por retroceso el exceso de EDTA con una disolución de acetato de zinc 0.0349 M.

2.- Se pesó 0.1029 g de pirofosfato de calcio obtenido a 400.0°C, se disolvió con gotas de ácido clorhídrico concentrado y agua destilada, se ajustó el pH con amoníaco, se agregó NET como indicador, posteriormente se adicionó un exceso de EDTA 0.0364 M y se valoró por retroceso el exceso de EDTA con una solución de acetato de zinc 0.0349 M.

#### **4.8.2 Determinación de Fósforo.**

- Preparación del reactivo metavanadato-molibdato de amonio

Se preparó de la misma forma que el punto 4.3.2, pág. 69.

- Tratamiento de las muestras

1.- Se pesó aproximadamente 0.10 g de los fosfatos sintetizados, se disolvieron con gotas de ácido clorhídrico concentrado y agua destilada, una vez en disolución se aforaron a 250.0 mL.

Tabla No. 4.9 Preparación de disoluciones de fosfatos sintetizados, para la determinación de fósforo.

Muestra	Cantidad (g)	Aforo (mL)	g de muestra/ mL de disolución
Fosfato monocálcico monohidratado	0.1106	250.0	$4.424 \times 10^{-4}$
Fosfato dicálcico anhidro	0.1009	250.0	$4.036 \times 10^{-4}$
Fosfato tricálcico	0.1016	250.0	$4.064 \times 10^{-4}$
Hidroxiapatita	0.1150	250.0	$4.6 \times 10^{-4}$
Pirofosfato de calcio obtenido a 250°C	0.1067	250.0	$4.268 \times 10^{-4}$
Pirofosfato de calcio obtenido a 400°C	0.1396	250.0	$5.584 \times 10^{-4}$

2.- Se tomaron alícuotas de 5.0 mL de cada muestra, se les agregó 20.0 mL de reactivo metavanadato-molibdato de amonio, se agitó y se dejó desarrollar color por 20.0 minutos, posteriormente se aforaron a 50.0 mL con agua destilada.

- Preparación de la curva patrón

1.- Se pesó 4.4039 g de fosfato diácido de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , previamente secado a  $105^\circ\text{C}$  por 2.0 h), se agregó 300.0 mL de agua destilada tibia, se disolvió y posteriormente se transfirió a un matraz aforando a 500.0 mL.

2.- Se tomó 10.0 mL de la disolución anterior y se diluyó a hasta completar un volumen de 100.0 mL en un matraz aforado, de esta disolución se tomaron los diferentes volúmenes correspondientes a 5-50 ppm de  $\text{P}_2\text{O}_5$ , se les agregó 20.0 mL de reactivo metavanadato-molibdato de amonio antes preparado, se mezcló y se dejó en reposo por 20.0 min, posteriormente se aforó a 50.0 mL.

- Calibración del equipo y lecturas de absorbancia

1.- Se conectó el equipo, se dejó estabilizar por 15.0 min, se levantó la tapa y se ajustó a 0% de absorbancia con la perilla del equipo, se cerró la tapa del equipo, se seleccionó una longitud de onda de 400.0 nm y se ajustó a 100% de transmitancia con la perilla.

2.- Se leyó en las celdas correspondientes, el blanco, los puntos de la curva patrón de menor a mayor concentración y las muestras.

#### **4.9. ANÁLISIS DE UNA MUESTRA COMERCIAL DE POLVO DE HORNEAR (ROYAL®)**

##### **4.9.1 Determinación de % ceniza.**

1. Se pesó 12.2745 g de polvo de hornear, en una cápsula de porcelana a peso constante.
2. Se precalcinó la muestra con un mechero bunsen en la campana, hasta el cese de humo, posteriormente se calcinó a 650.0°C por 2.0 h en la mufla, se dejó enfriar en el desecador y una vez fría se pesó la cápsula con las cenizas.

##### **4.9.2 Determinación de calcio total en ceniza de polvo de hornear.**

- Preparación de la muestra

1.- Se pesó 0.6066 g de ceniza, se adicionó 3.0 mL de ácido clorhídrico concentrado, se agitó y calentó en una parrilla eléctrica hasta su disolución, una vez fría la disolución se trasvasó cuantitativamente a un matraz y se aforó a 100.0 mL con agua destilada.

- Valoración complejométrica

Se tomaron alícuotas de 5.0 mL, se ajustó el pH con amoníaco, se agregó NET como indicador y se valoró con solución de EDTA 0.0364 M.

##### **4.9.3 Determinación de Fósforo en polvo de hornear.**

1.- Se pesaron muestras de aproximadamente 0.60 g de polvo de hornear, a cada muestra se le agregó 20.0 mL de agua destilada y 2.0 mL de HCl concentrado, se dejaron en agitación por 10.0 min y se filtraron.

2.- El líquido filtrado se recibió en un matraz aforado de 100.0 mL, a cada muestra se le adicionó 20.0 mL de reactivo metavanadato-molibdato de amonio, se mezcló y se dejó en reposo por 20.0 min, posteriormente se aforó.

3.- Se leyó la absorbancia de cada muestra, utilizando la curva patrón descrita en el punto 4.8.2, pág. 82.

#### **4.9.4 Determinación de Bicarbonato de sodio.**

1.- Se pesó 5.1242 g de polvo de hornear, se agregó 30.0 mL de agua destilada se agitó y calentó a 40°C, hasta el cese de efervescencia.

2.- Se filtró la muestra, se recolectó el filtrado en un matraz y se aforó a 250.0 mL con de agua destilada.

3.- Se tomaron alícuotas de 10.0 mL, se les agregó anaranjado de metilo y se valoraron con HCl 0.9851 M.

#### **4.9.5 Determinación de sulfatos en polvo de hornear.**

1.- Se pesó 2.0476 g de polvo de hornear, se adicionó 30.0 mL de agua destilada, se agitó y calentó por 20.0 min.

2.- Se le adicionó 4.0 gotas de HCl concentrado y se dejó en agitación, posteriormente se centrifugó.

3.- El sobrenadante se trasvasó a un matraz, se llevó a un aforo de 100.0 mL con agua destilada.

4.- Se tomaron alícuotas de 10.0 mL de la solución anterior, se les agregó 10.0 mL de solución de cloruro de bario ( $\text{BaCl}_2$ ) al 2.0%, se agitó por 5.0 min, se dejó precipitando en reposo por 15.0 min, cada muestra se filtró y secó a 40.0°C por 3.0 h, una vez frío se pesó cada precipitado.



#### **4.10 SÍNTESIS DE ALUMBRE DE SODIO**

- 1.- Se pesó 139.7401 g de sulfato de aluminio octadecahidratado  $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}]$ , se disolvió en 80.0 mL de agua destilada caliente.
- 2.- Se pesó 66.5759 g de sulfato de sodio decahidratado  $(\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ , se disolvió en 50.0 mL de agua destilada.
- 3.- Se mezclaron ambas soluciones, la solución resultante se agitó por 10.0 min, posteriormente se evaporó el exceso de agua hasta la obtención de una pasta la cual se trasvasó a un vidrio de reloj a peso constante, se secó el producto por 6.0 h a una temperatura no mayor de 60.0°C.
- 5.- El producto obtenido se molió y tamizó al paso de la malla No. 80.
- 6.- Para determinar la cantidad de iones sulfatos en el sulfato de sodio y aluminio antes preparado; se tomaron muestras de 0.3 g aproximadamente del producto sintetizado, disolviendo en la mínima cantidad de agua. A cada muestra se le agregó 15.0 mL de solución de cloruro de bario ( $\text{BaCl}_2$ ) al 2.0%, se agitó por 5.0 min, se dejó precipitando por 15.0 min, cada muestra se filtró al vacío y secó a 40.0°C por 3.0 h. una vez frío se pesó cada precipitado.

#### **4.11 FORMULACIÓN DE POLVO DE HORNEAR.**

Se formuló 30.0 g de tres polvos de hornear, de acuerdo a la siguiente composición:

<b>Formulación</b>	<b><math>\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}</math> %</b>	<b><math>\text{NaHCO}_3</math> %</b>	<b><math>\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> %</b>	<b><math>\text{CaCO}_3</math> %</b>
F1	44.7133	33.9331	12.0	14.0
F2	44.7133	35.7140	14.2903	6.4499
F3	44.7133	32.3779	10.0	12.0

NOTA: El carbonato de calcio y bicarbonato de sodio fueron obtenidos comercialmente mientras que el fosfato monocálcico monohidratado y el alumbre de sodio fueron sintetizados en el laboratorio.

#### **4.12 APLICACIÓN DE POLVO DE HORNEAR EN LA ELABORACIÓN DE PANQUÉS.**

- ★ se elaboraron panqués utilizando polvo de hornear con las formulaciones antes descritas y polvo de hornear marca Royal<sup>®</sup>, de acuerdo a lo siguiente:

##### **INGREDIENTES:**

500 g de harina estándar de trigo San Antonio <sup>®</sup> .	2 pzas. de huevo.
270 g de azúcar granular.	$\frac{3}{4}$ Taza (180.0 mL) de leche entera ultrapasteurizada Santa Clara <sup>®</sup> .
$\frac{1}{4}$ de cucharadita de sal.	$\frac{1}{4}$ Taza (60.0 mL) de esencia de vainilla.
15.0 g de polvo de hornear.	
2 barras (90 g c/u) de mantequilla Gloria <sup>®</sup> .	

1.- Se cernió harina, sal y el polvo de hornear correspondiente, apoyándose de un colador de cocina.

2.- En una licuadora se mezcló azúcar, leche, huevo, mantequilla y vainilla, hasta obtener un líquido homogéneo el cual se agregó a la mezcla de sólidos, se batió hasta obtener una pasta líquida.

3.- Se vertió la pasta obtenida distribuyéndola en un molde para panqués de 24 piezas y se horneó a 180.0°C por 45.0 min en un horno convencional de cocina, previamente calentado por 10.0 min.

4.- Se elaboraron 2 moldes o charolas para cada formulación y 4 charolas utilizando polvo de hornear marca Royal<sup>®</sup>.

Nota: Cada molde se colocó siempre en la misma ubicación del horno. Y se elaboraron un día antes de la prueba triangular.

## 4.13 EVALUACIÓN SENSORIAL

### 4.13.1 PRUEBA TRIANGULAR

- 1.- Apoyándose de una tabla de dígitos aleatorios, se seleccionaron tres dígitos para utilizarlos en la codificación de las muestras.
- 2.- Se elaboró un cuestionario como se muestra a continuación:

Serie	CÓDIGOS		
A			
B			

La muestra que encontró diferente, fue por:

Serie A:

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Serie B:

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Fig. No. 4.1 Cuestionario utilizado para las respectivas pruebas triangulares.

2.- Se prepararon charolas de acuerdo a la tabla No. 4.10, en la cual se muestra un balance de las seis combinaciones posibles para este tipo de prueba, se realizó la prueba con el apoyo del panel de Evaluación Sensorial de la Facultad de Química, en el anexo del laboratorio 4D.

Dónde:

A= panes elaborados con polvo de hornear marca Royal®.

B= panes elaborados con polvo de hornear de las diferentes formulaciones (F1, F2, F3).

Tabla No. 4.10 Balance de las seis combinaciones posibles y preparación de charolas.

Juez	Formulación 1		Formulación 2		Formulación 3	
	Serie 1	Serie 2	Serie 1	Serie 2	Serie 1	Serie 2
1	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
2	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
3	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
4	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
5	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
6	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
7	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
8	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
9	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
10	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
11	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
12	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
13	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
14	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
15	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
16	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
17	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
18	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB

## 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### MÉTODOS INSTRUMENTALES

#### A) ESPECTROFOTOMETRÍA

##### DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN:

- I. CASCARÓN BLANCO DE HUEVO DE GALLINA.
- II. CENIZA HIDRATADA DE CASCARÓN (CAL APAGADA O HIDRÓXIDO).
- III. FOSFATOS DE CALCIO.
- IV. POLVO DE HORNEAR MARCA ROYAL<sup>®</sup>.

##### DETERMINACIÓN DE HIERRO EN:

- I. CASCARÓN BLANCO DE HUEVO DE GALLINA.
- II. CENIZA HIDRATADA DE CASCARÓN (CAL APAGADA).

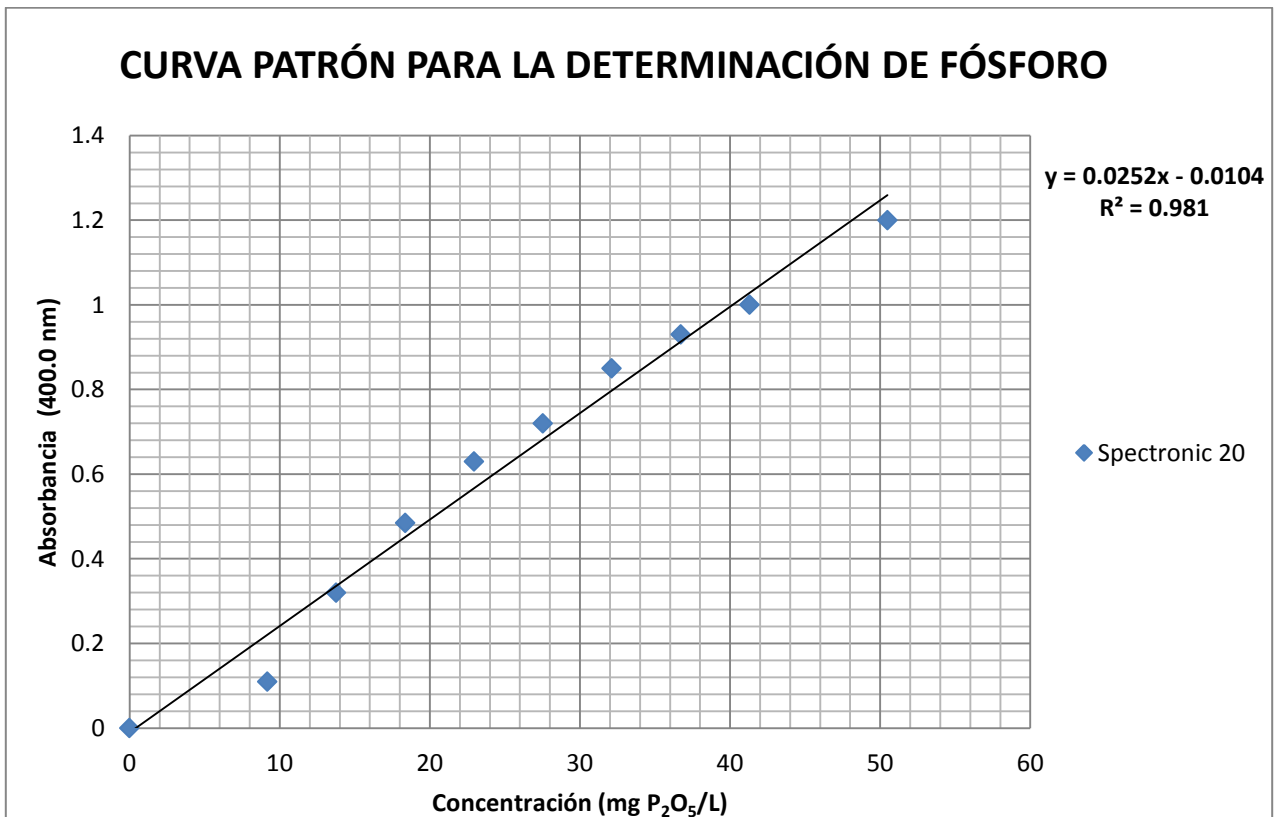
Tabla No. 5.1 Construcción de la curva patrón, para la determinación de fósforo presente en cascarón libre de membranas testáceas y ceniza hidratada del mismo.

Disolución estándar (0.459 mg $P_2O_5$ /mL) (mL)	Aforo final (mL)	Concentración final (mg $P_2O_5$ /L)	Absorbancia (400.0 nm)
0	50.0 (blanco)	0	0
1.0	50.0	9.18	0.11
1.5	50.0	13.77	0.32
2.0	50.0	18.36	0.485
2.5	50.0	22.95	0.63
3.0	50.0	27.54	0.72
3.5	50.0	32.13	0.85
4.0	50.0	36.72	0.93
4.5	50.0	41.31	1.0
5.5	50.0	50.49	1.2

Tabla No. 5.2 Absorbancias medidas para la determinación de fósforo en cascarón e hidróxidos del mismo.

Muestra	Absorbancia (400.0 nm)
<b>CASCARÓN</b>	
Lote2	0.82
Calvario Cuautla	0.82
Calvario D.F	0.65
Bachoco Cuautla	0.80
Bachoco D.F	0.64
S. Juan Cuautla	1.10
S. Juan D.F	0.71
<b>CENIZA HIDRATADA</b>	
Lote2	0.77
Calvario D.F	0.77
Bachoco D.F	0.76
S. Juan D.F	0.80

En la siguiente gráfica se muestra la curva patrón para la determinación de fósforo en cascarón de huevo y ceniza hidratada del mismo.



Gráfica No. 5.1 Curva patrón para la determinación de fósforo en cascarón de huevo y ceniza hidratada del mismo, a partir de la formación del heteropolíacido o heteropolicomplejo amarillo «ácido vanadomolibdofosfórico o molibdovanadofosfato»

Tabla No. 5. Construcción de la curva patrón para la determinación de fósforo en los fosfatos de calcio sintetizados y polvo de hornear marca Royal®.

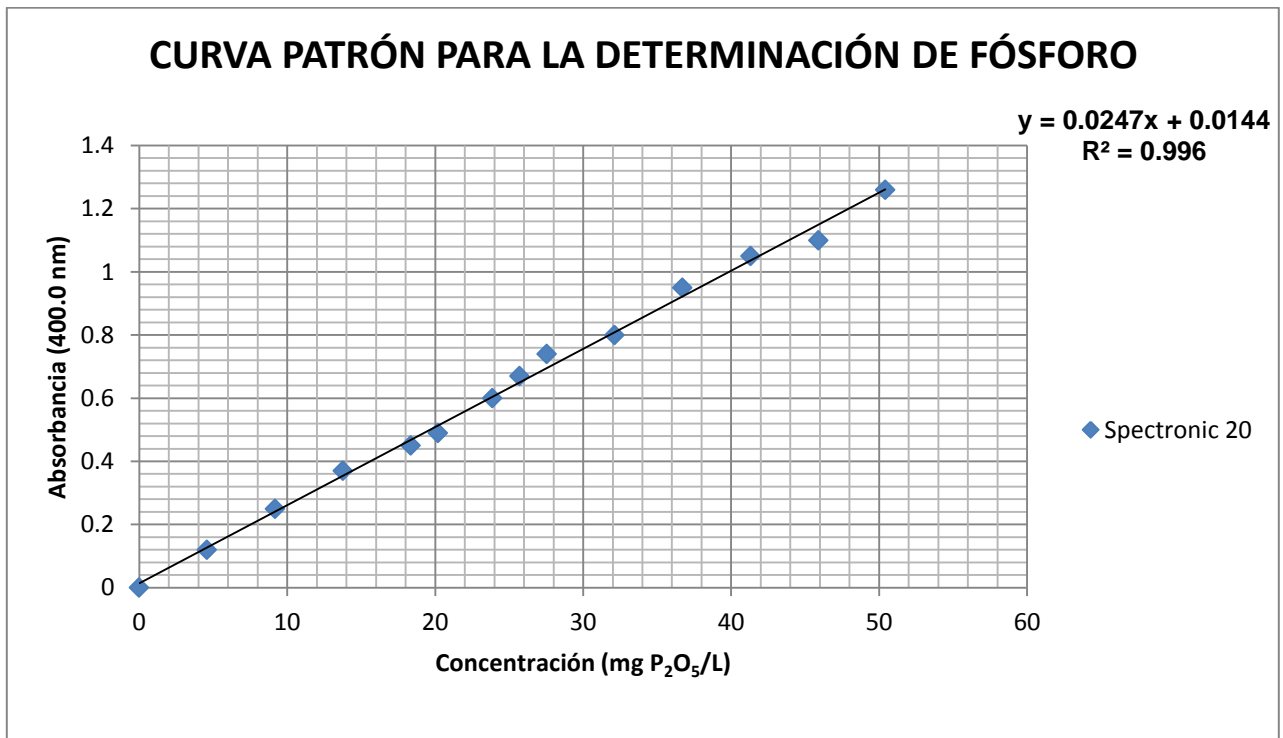
Disolución estándar (0.459 mg $P_2O_5$ /mL) (mL)	Aforo final (mL)	Concentración final (mg $P_2O_5$ /L)	Absorbancia (400 nm)
0	50.0 (blanco)	0	0
0.5	50.0	4.59	0.12
1	50.0	9.18	0.25
1.5	50.0	13.77	0.37
2	50.0	18.36	0.45
2.2	50.0	20.19	0.49
2.6	50.0	23.86	0.60
2.8	50.0	25.70	0.67
3.0	50.0	27.54	0.74
3.5	50.0	32.13	0.8
4.0	50.0	36.72	0.95
4.5	50.0	41.31	1.05
5.0	50.0	45,9	1.2
5.5	50.0	50.49	1.26

Tabla No. 5.4 Determinación de fósforo en los fosfatos de calcio sintetizados y polvo de hornear marca Royal®.

Muestra	Concentración (g de muestra/mL de disolución)	Volumen utilizado para desarrollar color (mL)	Aforo Final (mL)	Absorbancia (400.0 nm)
Polvo de hornear	$6.0 \times 10^{-3}$	(toda la muestra 0.60 g)	100.0	1.25
$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$	$4.424 \times 10^{-4}$	5.0	50.0	0.61
$CaHPO_4$	$4.036 \times 10^{-4}$	5.0	50.0	0.52
$Ca_3(PO_4)_2$	$4.064 \times 10^{-4}$	5.0	50.0	0.41
$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$	$4.6 \times 10^{-4}$	5.0	50.0	0.509
$Ca_2P_2O_7$ 250 °C	$4.268 \times 10^{-4}$	5.0	50.0	0.45
$Ca_2P_2O_7$ 400 °C	$5.584 \times 10^{-4}$	5.0	50.0	0.15



En la gráfica No. 5.2 se muestra la curva patrón utilizada en la determinación de fósforo en los fosfatos de calcio sintetizados y polvo de hornear.



*Gráfica No. 5.2 Curva patrón para la determinación de fósforo en los fosfatos de calcio sintetizados y en polvo de hornear marca Royal<sup>®</sup>, a partir de la formación del heteropoliácido o heteropolicomplejo amarillo «ácido vanadomolibdofosfórico o molibdovanadofosfato»*

Tabla No. 5.5 Datos para la construcción de la curva patrón utilizada en la determinación de Fe (II) en cascarón libre de membranas testáceas y cenizas hidratadas.

Disolución estándar (0.02 mg Fe <sup>2+</sup> /mL) (mL)	Aforo final (mL)	Concentración final (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia (505.0 nm)
0	50.0 (blanco)	0	0
0.5	50.0	0.20	0.025
0.7	50.0	0.28	0.06
0.9	50.0	0.36	0.07
1.1	50.0	0.44	0.095
1.3	50.0	0.52	0.12
1.5	50.0	0.60	0.13
1.7	50.0	0.682	0.15
1.9	50.0	0.762	0.16
2.0	50.0	0.802	0.17

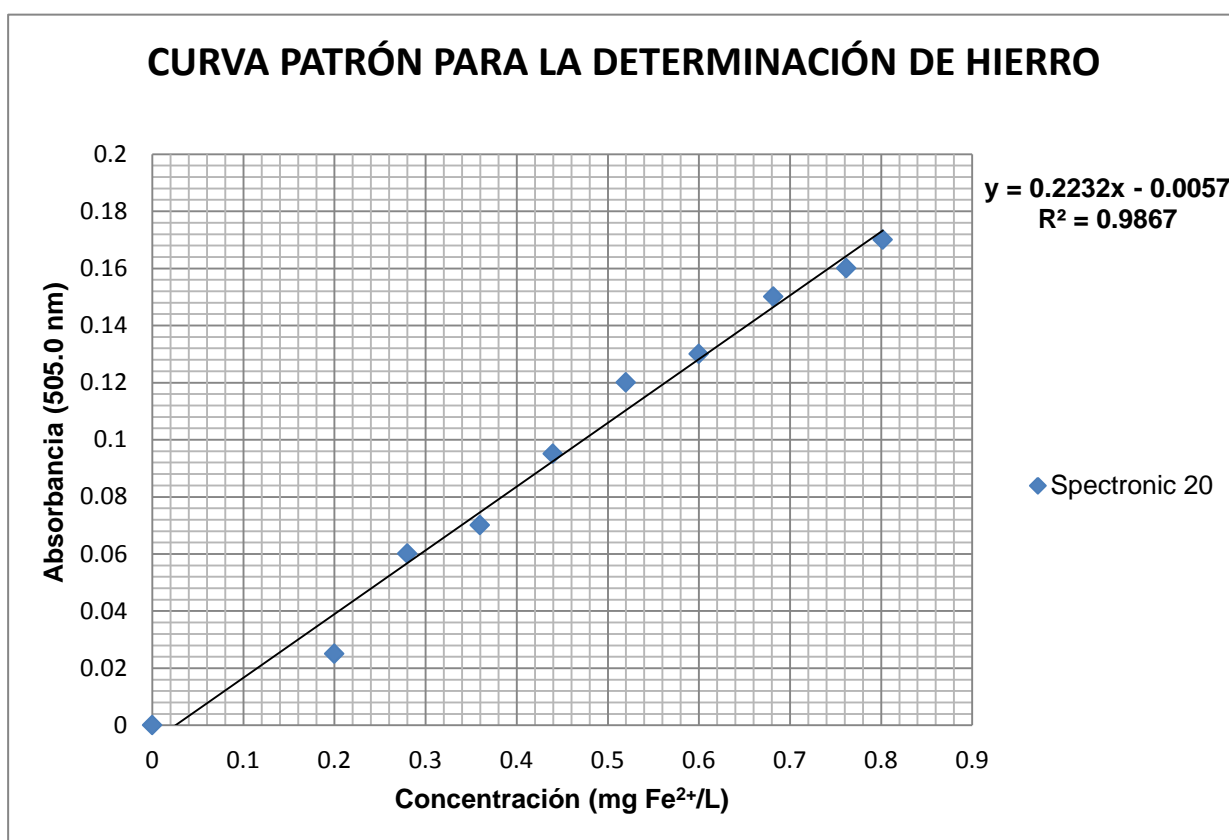
Tabla No. 5.6 Lecturas de absorbancia para la determinación de hierro en cascarón de huevo blanco libre de membranas testáceas.

Muestra problema	Absorbancia (505.0nm)
Lote2	Las muestras no registraron lectura. La cantidad de hierro en cascarones de huevo blanco de gallina es menor a 0.20 ppm. No es detectado para 0.5 g de muestra.
Calvario Cuautla	
Calvario D.F	
Bachoco Cuautla	
Bachoco D.F	
S. Juan Cuautla	
S. Juan D.F	
S. Juan D.F	

Tabla No. 5.7 Lecturas de absorbancia para la determinación de hierro en ceniza hidratada.

Muestra	Absorbancia (505.0 nm)
Lote2	0.03
Calvario D.F	0.042
Bachoco D.F	0.052
S. Juan D.F	0.13

En la siguiente gráfica se presenta la curva patrón para la determinación de Fe (II) presente en cascarón libre de membranas testáceas e hidróxidos o cenizas hidratadas del mismo.



*Gráfica No. 5.3 Curva patrón para la determinación de Fe (II) en cascarón libre de membranas testáceas e hidróxidos o cenizas hidratadas del mismo, a partir de la formación del complejo «ferroína»*

## **MÉTODOS INSTRUMENTALES**

- B) DIFRACCIÓN DE RAYOS X.**
- C) ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL.**

Diagrama No. 5.1 Espectro de difracción de Rayos X para la Hidroxiapatita sintetizada.

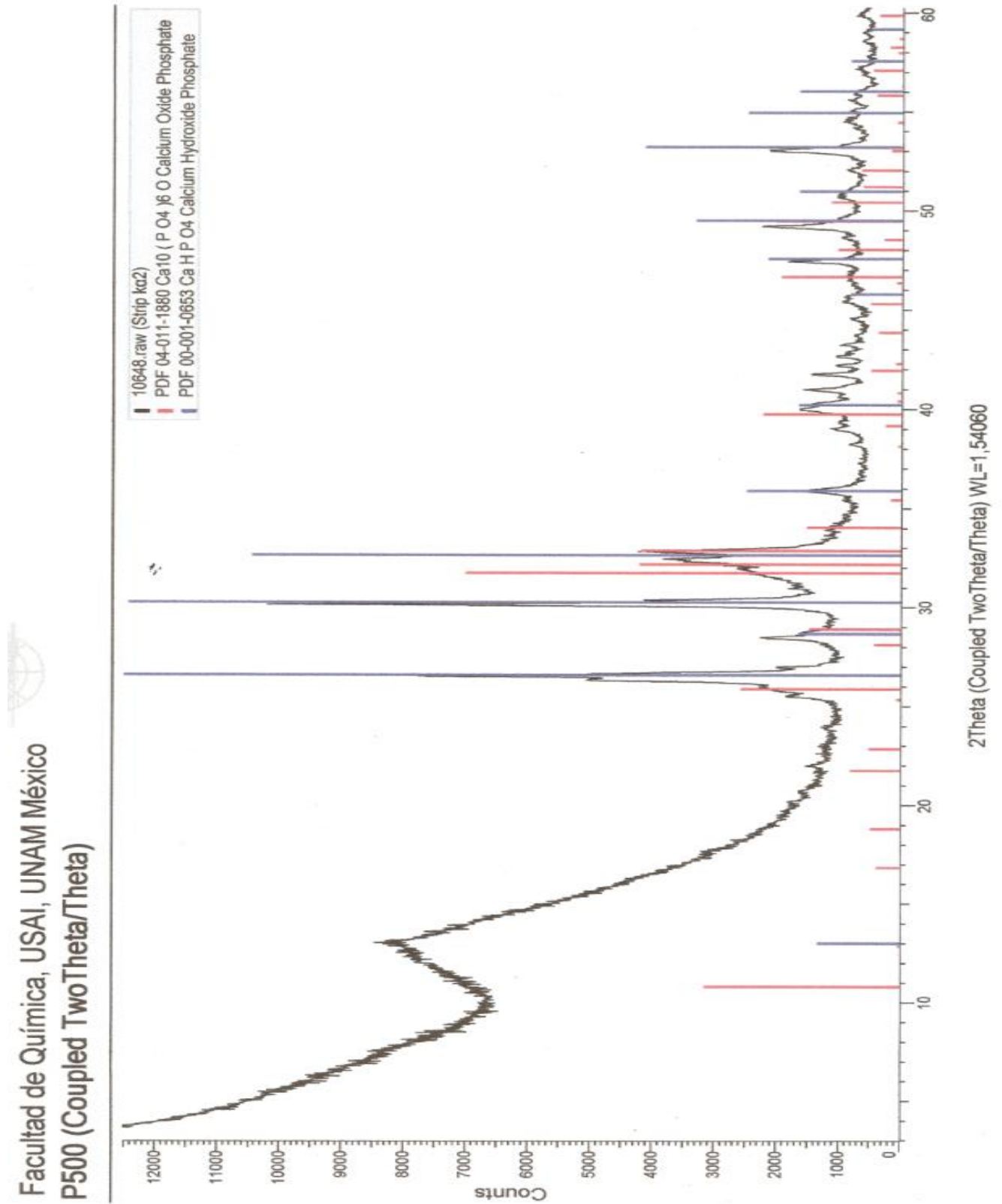


Diagrama No. 5.2 Espectro de difracción de Rayos X del compuesto  $\beta$ -fosfato tricálcico obtenido.

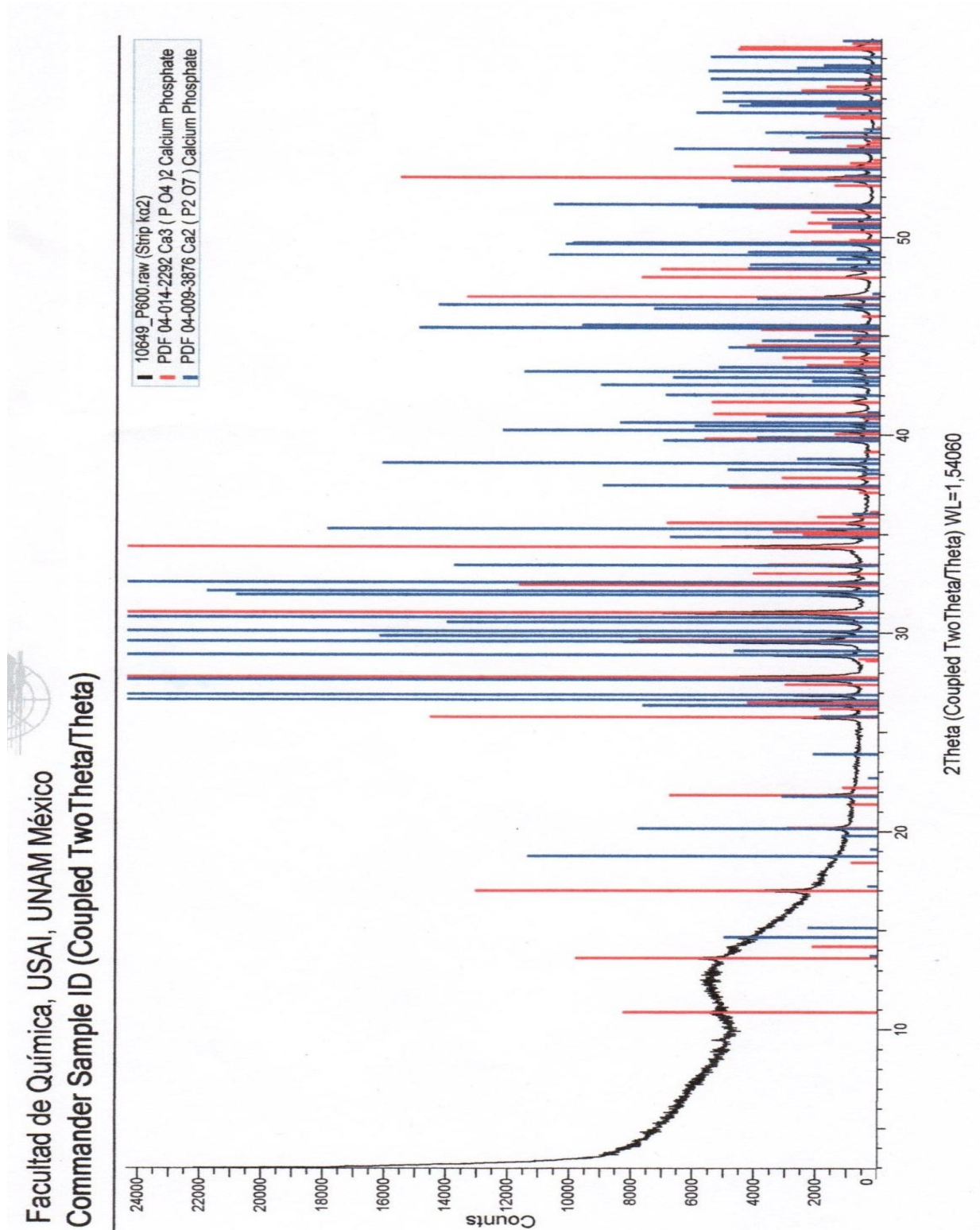


Diagrama No. 5.3. Espectro térmico diferencial y termograma para el Fosfato monocálcico monohidratado sintetizado.

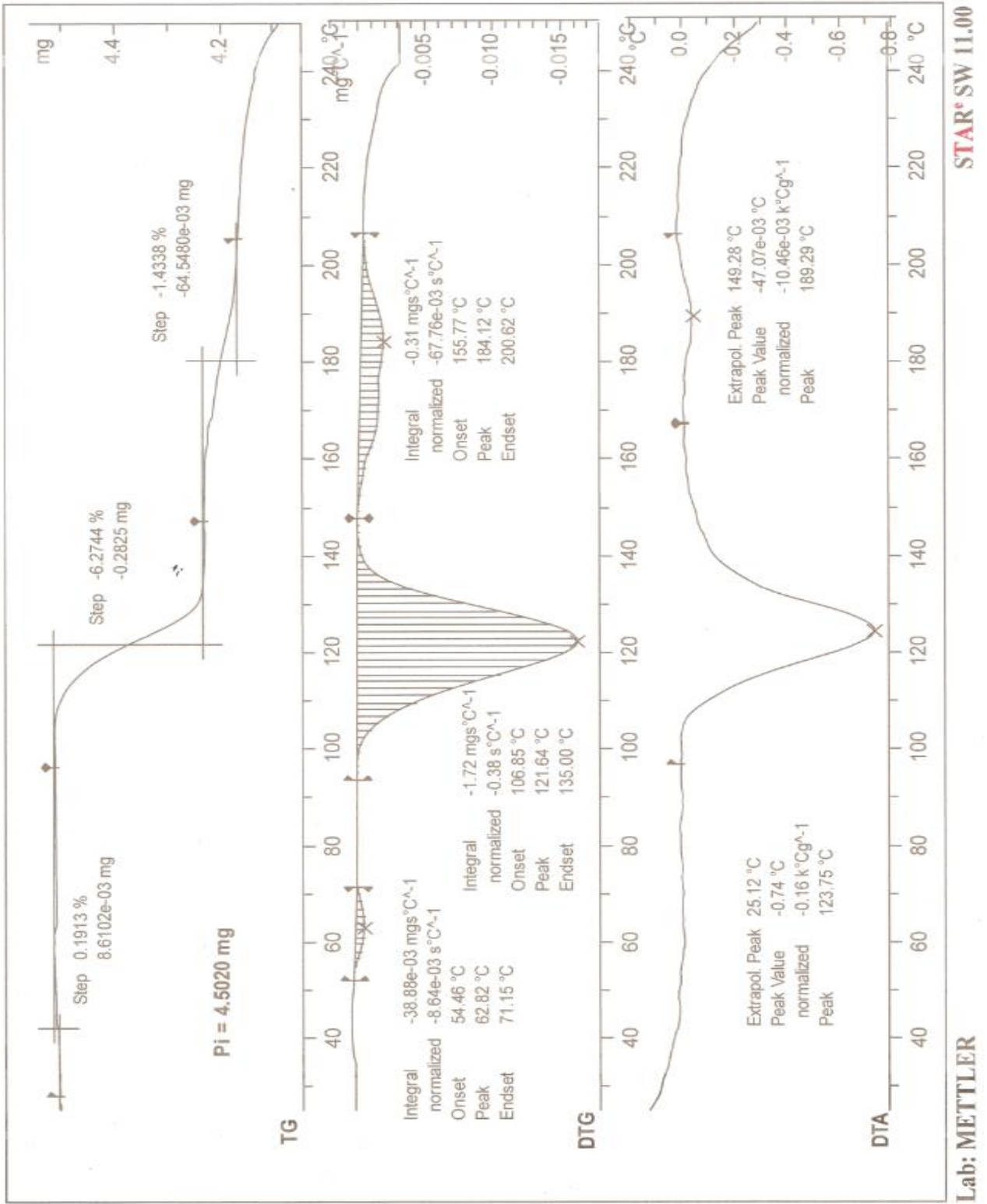
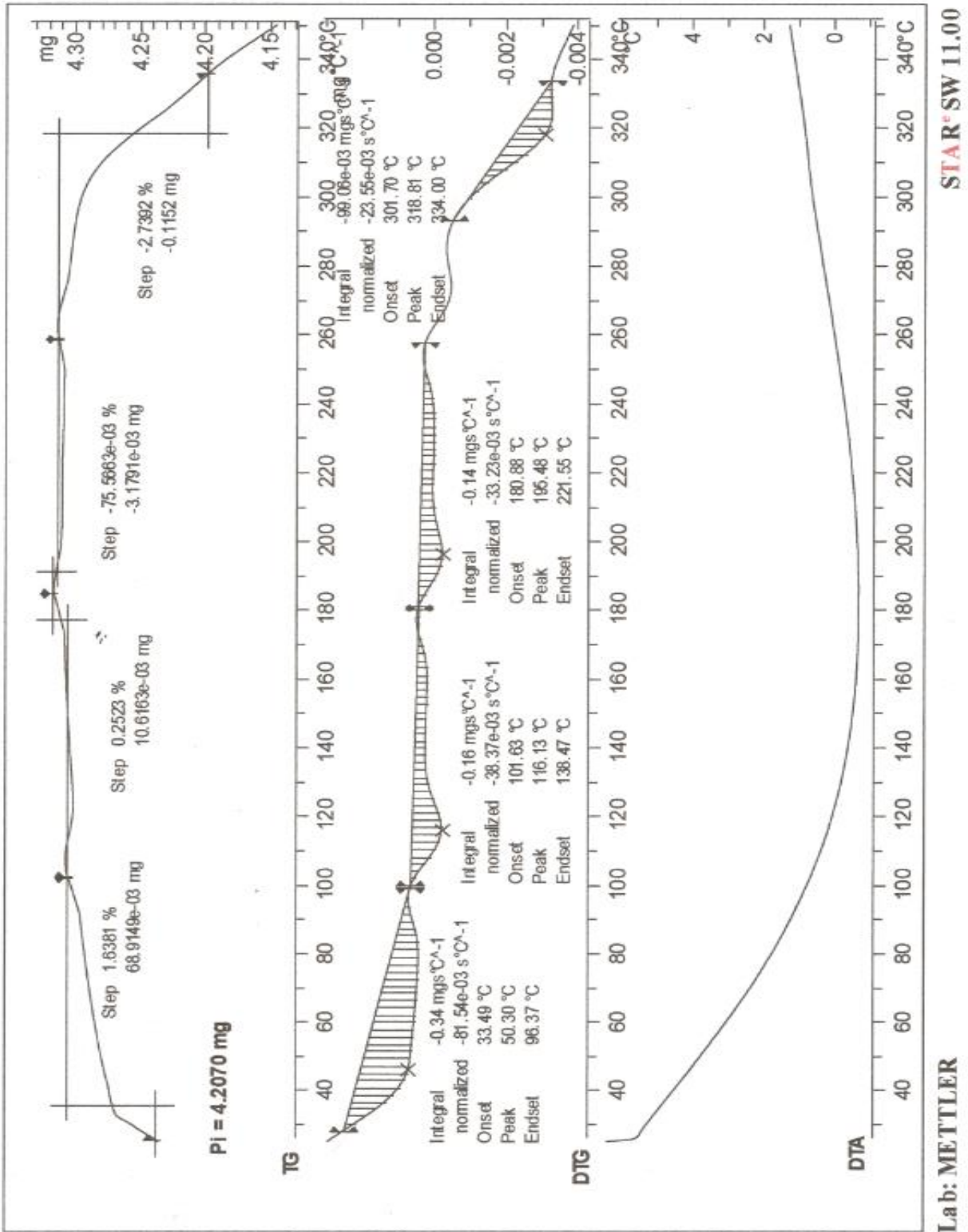


Diagrama No. 5.4 Espectro térmico diferencial y termograma para el Fosfato dicálcico sintetizado.





## PARTE I

- ✚ COMPOSICIÓN QUÍMICA DE CASCARÓN BLANCO DE HUEVO DE GALLINA.
- ✚ CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS DE CASCARÓN.
- ✚ CALCINACIÓN DE RESIDUOS DE CASCARÓN EN MUFLA.
- ✚ CALCINACIÓN DE RESIDUOS DE CASCARÓN EN HORNO TUBULAR Y OBTENCIÓN DE CARBONATO DE SODIO COMO SUBPRODUCTO DE DICHO PROCESO.
- ✚ OBTENCIÓN DE CALES O CENIZAS HIDRATADAS Y SU CARACTERIZACIÓN QUÍMICA.

Tabla No. 5.8 Composición inorgánica de cascarón de huevo blanco de gallina.

Muestra	% Ca <sup>2+</sup>	% Mg <sup>2+</sup>	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% MgCO <sub>3</sub>	% CaCO <sub>3</sub>	% Ca <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	% carbonatos totales
Lote2	35.8924	0.7021	0.3260	2.4359	88.9462	0.7127	91.3821
Calvario Cuautla	32.9701	0.8788	0.2464	3.0490	81.8167	0.5386	84.8657
Calvario D.F	37.8440	0.8506	0.3130	2.9512	93.8476	0.6842	96.7988
Bachoco Cuautla	36.4824	1.0171	0.2480	3.5289	90.5847	0.5421	94.1136
Bachoco D.F	36.1239	0.8425	0.3057	2.9231	89.5673	0.6683	92.4904
S. Juan Cuautla	32.4568	0.6866	0.3373	2.3820	80.3424	0.7374	82.7244
S. Juan D.F	36.2974	0.8465	0.3414	2.9370	89.9251	0.7463	92.8621
$\bar{X}$	35.4381	0.8320	0.3025	2.8867	87.8614	0.6614	90.7482

Tabla No. 5.9 Porcentaje en peso de las principales partes del huevo.

Partes recuperadas de 1.0 Kg (15 piezas) de huevo proveniente del estado de Jalisco, con un costo de \$21.00 por Kg. (19/4/12/).	
Peso promedio por pieza completa de huevo	67.0004 g
% en peso promedio de clara recuperada por pieza	57.71%
Costo promedio de clara recupera por pieza	\$ 0.81
% en peso promedio de yema recuperada por pieza	29.14%
Costo de yema recuperada por pieza	\$ 0.41
Peso promedio de cascarón recuperado por pieza	5.6261 g
% en peso promedio de cascarón recuperado por pieza	7.13
Costo de cascaron recuperado por pieza	\$ 0.12

Tabla No. 5.10 Recuperación de cascarón y membranas testáceas a partir de residuos de huevo recolectados en puestos de comida (lote 2).

Residuos de 4.0 Kg de huevo	
Cascarón, libre de tegumento, limpio y seco	912.0195 g (22.80% en peso recuperado)
Membranas testácea externa, limpia y seca	27.0388 g (0.6759% en peso recuperado)

Tabla No. 5.11 porcentaje de ceniza o cal obtenida de la calcinación de cascarón de huevo blanco de gallina libre de membranas a 850°C durante 2.0 horas en mufla.

Muestra	% cal o ceniza a 850°C
Lote2	54.1108
Calvario Cuautla	53.8743
Calvario D.F	51.9671
Bachoco Cuautla	54.0152
Bachoco D.F	52.6287
S. Juan Cuautla	49.7789
S. Juan D.F	53.8125
$\bar{X}$	52.8939

Tabla No. 5.12 Rendimiento de reacción de la formación de hidróxido o ceniza hidratada.

Muestra	% de rendimiento de reacción
Lote 2	92.2941
Calvario D.F	96.6951
Bachoco D.F	96.6154
S. Juan D.F	94.5368

Tabla No. 5.13 Análisis químico de la ceniza hidratada o hidróxido.

Muestra	% Ca <sup>2+</sup>	% Mg <sup>2+</sup>	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% Mg(OH) <sub>2</sub>	% Ca(OH) <sub>2</sub>	% Fe <sup>2+</sup>
Lote2	51.948	0.5385	0.1879	1.2937	96.1166	9.7006 x10 <sup>-4</sup>
Calvario D.F	52.081	0.2746	0.1885	0.6587	96.3628	1.2972 x10 <sup>-3</sup>
Bachoco D.F	52.534	0.4119	0.1919	0.9881	97.104	1.6230 x10 <sup>-3</sup>
S. Juan D.F	51.5653	1.3596	0.2009	3.2612	95.4087	3.7987 x10 <sup>-3</sup>
$\bar{X}$	52.0320	0.6461	0.1923	1.5504	96.2480	1.9222 x10 <sup>-3</sup>

Tabla No. 5.14 Porcentaje de ceniza obtenida de la calcinación de cascarón de huevo blanco de gallina libre de membranas a 850°C durante 2.0 horas en horno tubular.

Muestra	Peso de cascarón (g)	Peso de ceniza a 850°C (g)	% cal o ceniza
Lote 2	31.7595	17.1817g	54.0994

Tabla No. 5.15 Recolección de dióxido de carbono en solución de NaOH.

Muestra	Peso de cascarón calcinado a 850°C durante 2.0 horas en horno tubular. (g)	mL de HCl 1.0276 M	carbonato de sodio obtenido (g)	CO <sub>2(g)</sub> captado	% de CaCO <sub>3</sub>
Lote 2	31.7595	555.65	30.2622	0.2854 mol ó 9.04 L	89.9730

requeridos para valorar carbonato de sodio formado de la calcinación

## ★ COMPOSICIÓN QUÍMICA DE CASCARÓN BLANCO DE HUEVO DE GALLINA ★

- La composición química de cascarón de huevo blanco de gallina libre de membranas testáceas fue la siguiente: 87.8614%  $\text{CaCO}_3$ , 2.8867%  $\text{MgCO}_3$ , 0.6614%  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  y 0.0019%  $\text{Fe}^{2+}$ .
- Se analizaron cascarones de la marca Calvario<sup>®</sup>, Bachoco<sup>®</sup> y San Juan<sup>®</sup> obtenidos en diferentes regiones (tiendas de abasto en Cuautla Mor. y supermercados de la Delegación Coyoacán) y un lote 2 (recaudado de un negocio de comida localizado en Cuautla del cual se desconoce las marcas que lo componen), encontrándose lo siguiente:
  - La marca Calvario<sup>®</sup> obtenido en el D.F contiene mayor cantidad de calcio (37.8440%) y carbonato de calcio (93.8476%) mientras que la marca San Juan<sup>®</sup> de Cuautla presentó la menor cantidad de los mismos y una cantidad menor de carbonato de magnesio (2.3820%) con respecto a todos los lotes.
  - La marca Bachoco<sup>®</sup> de Cuautla presentó una mayor cantidad de carbonato de magnesio (3.5289%).
  - La marca San Juan<sup>®</sup> del D.F tiene una mayor cantidad de fosfato tricálcico (0.7463%).
  - Los cascarones que contienen mayor cantidad de fósforo (expresado como pentóxido de fósforo y éste a su vez como fosfato de calcio) son de la marca San Juan<sup>®</sup> de ambas regiones, de acuerdo a Fernández (2000) y Hernández (2009) dicho compuesto se relaciona con la fragilidad de los cascarones, misma que fue observada en ambos lotes, ya que al limpiarlos se rompían con mayor facilidad con respecto a los demás lotes.
  - La cantidad de fosfato tricálcico de todos los lotes fue menor o igual al de la literatura (0.73%).<sup>(22, 44, 49)</sup>
  - Todos los lotes se encuentran por encima de lo reportado en la literatura (0.80%) con respecto al carbonato de magnesio.

- Autores como Márquez (1985) y Curiel (1998) citan más del 90% de carbonato de calcio a partir sólo del análisis de calcio por métodos diferentes respecto al presente trabajo (como el descrito en la AOAC 944.03), estos autores no realizaron el análisis químico de fósforo que expresado como fosfato tricálcico disminuye la cantidad de calcio total, afectando el porcentaje de carbonato de calcio, por lo que se espera que el dato obtenido sea menor comparado con dichos autores. Otro factor que pudiese afectar la cuantificación del ión calcio, es la formación de complejos de dicho ión con péptidos o hidrolizados resultantes del tratamiento ácido de la matriz glicoproteínica del cascarón.<sup>(13)</sup>
  
- Como puede observarse la composición química del cascarón blanco de gallina es diferente incluso entre marcas, esto puede atribuirse a la línea genética, factores externos como los ambientales y/o a la alimentación a los que se someten las aves.
  
- Existe poca información del análisis químico experimental de cascarón de huevo blanco de gallina por lo que los datos obtenidos pueden ser utilizados para ampliar la respectiva literatura.
  
- Por otra parte el cascarón de huevo puede ser considerado como una fuente de calcio, si se considera una biodisponibilidad del 100% y un valor promedio de 35.4581% de  $\text{Ca}^{2+}$  en cascarón de huevo libre de membranas testáceas y tratado térmicamente a fin de garantizar su consumo, se necesitaría consumir 2.5396 g de cascarón o  $\frac{1}{2}$  pieza de cascarón para cubrir la ingesta diaria sugerida de  $\text{Ca}^{2+}$  (900.0 mg). Con esta cantidad sólo se cubriría 8.38% de magnesio y 0.5% de fósforo de acuerdo a las IDS reportadas en la NOM-051-SCFI/SSA1-2010.

**★ PORCENTAJE EN PESO DE LAS PARTES PRINCIPALES DEL HUEVO ★**

- De acuerdo a la NMX-FF-079-SCFI-2004 el huevo estudiado es categoría extra grande ya que su peso promedio es mayor a 64.0 g, no se puede establecer el grado porque no se determinaron los parámetros indicados en dicha norma.
  
- A partir de una pieza de 64.0 g en promedio y en condiciones de ruptura comercial, se puede recuperar:
  - ✓ 7.13% (5.6261 g) de cascarón libre de membranas testáceas, con un costo de recuperación por pieza de \$ 0.12, ó \$1.80 por kilogramo de huevo.
  - ✓ 57.71% (36,9344 g) de clara, con un costo de recuperación por pieza de \$ 0.81, ó \$12.15 por kilogramo de huevo.
  - ✓ 29.14% (18.6496 g) de yema, con un costo de recuperación por pieza de \$ 0.41 ó \$ 6.15 por kilogramo de huevo.

**★ CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS DE CASCARÓN ★**

- Se puede proponer una recuperación de 7-8% de cascarón libre de membranas testáceas y 0.6% de las mismas, estos datos permiten hacer estimaciones sobre el costo de materia prima para la industrialización de dichos residuos.
  
- El costo de recuperación de 1.0 Kg de cascarón principalmente usado como fuente de carbonato de calcio sería de \$ 21.32, sin considerar la transformación de dicha materia prima como fuente de cal viva.

**★ CALCINACIÓN DE RESIDUOS DE CASCARÓN EN MUFLA ★**

- En promedio se obtuvo 52.89 g de ceniza por 100.0 g de cascarón libre de membranas testáceas.
- Todos los lotes se encuentran dentro del % de óxido de calcio y magnesio calculado: por ejemplo para el lote 2 se obtuvo una cantidad de ceniza de 54.0%, cuando se esperaba aproximadamente 51% de la descomposición térmica de 88.9462% de carbonato de calcio y 2.4359% de carbonato de magnesio (ver tabla No. 5.8, pág. 103).

**★ CALCINACIÓN DE CASCARÓN EN HORNO TUBULAR Y OBTENCIÓN DE CARBONATO DE SODIO COMO SUBPRODUCTO ★**

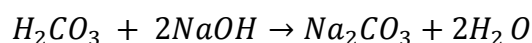
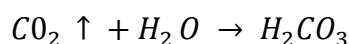
- Se obtuvo el mismo porcentaje de ceniza (54%) en la calcinación de cascarón del lote 2 tanto en mufla como horno tubular, por lo que el sistema es eficiente para la calcinación ya que se obtiene la misma cantidad de ceniza.
- Para saber qué cantidad de carbonato de sodio se obtuvo a partir de la recolección del dióxido de carbono se consideran los siguientes aspectos:



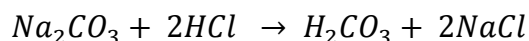
1.- Se calcinó 31.7595 g de cascarón de huevo libre de membranas testáceas del lote 2, a 850°C los carbonatos que en su mayoría son de calcio (88.9462%) se descomponen en óxido de calcio y dióxido de carbono:



2.- El dióxido de carbono liberado es recolectado en una disolución acuosa de hidróxido de sodio 1.0276 M y convertido en carbonato de sodio.



3.- El carbonato de sodio producido es valorado con una solución de HCl 1.0276 M.



A partir de 555.65 mL de HCl 1.0276 M se calcula los moles de dióxido de carbono y a su vez la cantidad de carbonato de calcio (28.5749 g) ya que se encuentra en mayor proporción o bien los iones  $CO_3^{2-}$  para una muestra de 31.7595 g de cascarón.

A partir del cálculo anterior se estima que el cascarón del lote 2 tiene 89.9730% de  $CaCO_3$ , porcentaje cercano al calculado (88.9462%) del análisis químico propuesto en la tabla No. 5.8, pág. 103.

Si se compara el porcentaje de iones  $CO_3^{2-}$  del análisis químico en cascarón para este lote (54.7799%) y el obtenido (53.9352%), el sistema tiene una eficacia del 98.45% ya que sólo se recolectó 39.5524% de dióxido carbono de 40.1719% esperado.

★ **COMPOSICIÓN QUÍMICA DE CENIZA HIDRATADA O HIDRÓXIDO** ★

- El cascarón de marca Bachoco del D.F presentó mayor % de pureza de  $\text{Ca(OH)}_2$  con respecto a los otros lotes al transformarlo en cal apagada.
- La cal apagada proveniente de cascarón marca San Juan<sup>®</sup> presentó mayor contenido en hierro, hidróxido de magnesio y fósforo.
- La cal apagada proveniente del cascarón del lote 2, presentó la menor cantidad de hierro.
- A una temperatura de 850°C se perdió de un 58-62% del fósforo inicial en el cascarón.

## PARTE II

- ✚ COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA MATERIA PRIMA PARA LA SÍNTESIS DE DIFERENTES FOSFATOS DE CALCIO.
- ✚ SÍNTESIS DE FOSFATOS DE CALCIO Y SU CARACTERIZACIÓN.

Tabla No. 5.16 Análisis químico de ceniza hidratada para la síntesis de fosfato monocálcico hidratado «Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>O».

Muestra	Masa (g)	% Ca <sup>2+</sup>	% Mg <sup>2+</sup>	% Mg(OH) <sub>2</sub>	% Ca(OH) <sub>2</sub>	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	mol ácido H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	% Fe <sup>2+</sup>
Bachoco D.F	1.8595	0.9769	0.0077	0.0184	1.8056	0.0036	0.0001	3.0179x10-5
Calvario D.F	15.8769	8.2688	0.0436	0.1046	15.2994	0.0299	0.0004	2.0595x10-4
S. Juan D.F	25.782	13.2946	0.3505	0.8408	24.5983	0.0518	0.0007	9.7938x10-4
Lote 2	33.415	17.3584	0.1799	0.4322	32.1173	0.0628	0.0009	3.2414x10-4
<b>TOTAL</b>	<b>76.9334</b>	<b>39.8987</b>	<b>0.5817</b>	<b>1.396</b>	<b>73.8206</b>	<b>0.1481</b>	<b>0.0021</b>	<b>1.5396x10-3</b>

Tabla No. 5.17. Análisis químico de ceniza hidratada para la síntesis fosfato dicálcico anhidro «CaHPO<sub>4</sub>».

Muestra	Masa (g)	% Ca <sup>2+</sup>	% Mg <sup>2+</sup>	% Mg(OH) <sub>2</sub>	% Ca(OH) <sub>2</sub>	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	mol ácido H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	% Fe <sup>2+</sup>
Bachoco D.F	4.9803	2.6164	0.0205	0.0492	4.8361	0.0096	0.0001	8.0830x10-5
Calvario D.F	10.0265	5.2219	0.0275	0.0660	9.6618	0.0189	0.0003	1.3006x10-4
S. Juan D.F	10.018	5.1658	0.1362	0.3267	9.5580	0.0201	0.0003	3.8055x10-4
Lote 2	15.303	2.6564	0.0824	0.1979	14.7087	0.0288	0.0004	1.4844x10-4
<b>TOTAL</b>	<b>40.3278</b>	<b>15.6604</b>	<b>0.2667</b>	<b>0.6398</b>	<b>38.7646</b>	<b>0.0773</b>	<b>0.0011</b>	<b>7.3987x10-4</b>

Tabla No. 5.18 Porcentaje de rendimiento de la síntesis de fosfato mono y dicálcico.

Muestra	Ceniza hidratada (g)	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 85% (mL)	Producto esperado (g)	Producto obtenido (g)	Rendimiento de reacción
Ca(H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · H <sub>2</sub> O	76.9334	145.50	261.7688	219.247	83.7559%
CaHPO <sub>4</sub>	40.3278	37.10	93.6663	87.3773	93.2858%

Tabla No. 5.19 porcentaje de rendimiento de la síntesis de fosfato tricálcico e hidroxiapatita.

Muestra	Ceniza o cal viva (g)	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 85% (mL)	Producto esperado (g)	Producto obtenido (g)	Rendimiento de la reacción
Ca <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	10.0057	8.1	18,4484	18.4403	99.9561%
Ca <sub>10</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> (OH) <sub>2</sub>	10.7258	8.0	19.2023	16.7704	87.3353%

Tabla No. 5.20 Tratamiento térmico de CaHPO<sub>4</sub> para la obtención de Ca<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>.

Temperatura	Masa inicial apatita (g)	Masa final de pirofosfato (g)	% de pérdida en peso
250°C	10.4621	9.6486	7.7756
400°C	3.6682	3.3773	7.9303
600°C	4.2889	3.9433	8.0580
La pérdida de peso en el producto puro fue de 6.6147%			

Tabla No. 5.21 Transformación de fosfato tricálcico amorfo a β-fosfato tricálcico.

Muestra	Masa (g)	Masa a 800°C/2h (g)
Ca <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	5.225	4.2129

Tabla No. 5.22 Valoración complejométrica por retroceso para la cuantificación de calcio en diferentes fosfatos de calcio.

Muestra problema	Concentración (g de muestra/mL)	Alícuota (mL)	Exceso de disolución de EDTA 0.0364M (mL)	Disolución de acetato de zinc 0.0349M (mL)
$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$5.118 \times 10^{-3}$ g/mL	10.0	10.1	4.75
$\text{CaHPO}_4$	$5.005 \times 10^{-3}$ g/mL	5.0	8.0	3.85
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	$5.023 \times 10^{-3}$ g/mL	5.0	8.0	3.1
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	$5.091 \times 10^{-3}$ g/mL	5.0	8.0	3.25
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 250 °C	$5.059 \times 10^{-3}$ g/mL	5.0	8.0	3.3
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 400 °C	0.1029 g	0.1029 g <sup>***</sup>	22.0	3.3

\*\*\* La muestra se disolvió con gotas de ácido clorhídrico y agua destilada.

Tabla No. 5.23 Pureza de los fosfatos sintetizados.

Muestra problema	% P teórico	% P experimental	% P con respecto al compuesto químico	% $\text{Ca}^{2+}$ teórico	% $\text{Ca}^{2+}$ Experimental	% $\text{Ca}^{2+}$ con respecto al compuesto químico
$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	24.5973	23.7560	96.5797	15.8692	15.7772	99.4202
$\text{CaHPO}_4$	22.7840	22.1506	97.2199	29.3987	25.0936	85.3561
$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	18.0169		122.1506	23.2477		107.9401
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	19.9871	17.2265	86.1880	38.6847	29.1649	75.3913
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	18.5258	19.0250	102.6946	39.8406	27.9968	70.2720
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 250 °C	24.3979	22.1506	90.7889	31.4811	25.0936	79.7100
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 400 °C		17.2265	70.6064		29.16	92.6270

### ★ CARACTERÍSTICAS DE LA MATERIA PRIMA PARA SÍNTESIS DE FOSFATOS DE CALCIO ★

- Para la síntesis de fosfato mono y diácido de calcio se partió de una mezcla de cal apagada de diferentes marcas de alta pureza:
  - ✓ 95.95-96.12% de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .
  - ✓ 1.58-1.81 %  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ .
  - ✓ 0.002% de  $\text{Fe}^{2+}$
  - ✓ 0.19% de  $\text{P}_2\text{O}_5$
- El fósforo residual en cales apagadas o vivas se encuentra como pentóxido de fósforo el cual al entrar en contacto con agua se convierte en ácido fosfórico, sin embargo la cantidad formada no afecta la estequiometría del mismo en la síntesis de cada sal.

### ★ CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LOS DIFERENTES FOSFATOS DE CALCIO ★

#### ★ Fosfato monocálcico monohidratado $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ★

- Existen dos productos posibles, el fosfato monocálcico anhidro y el monohidratado para determinar el compuesto que se sintetizó se parte de las siguientes comparaciones:
  - ✓ El porcentaje de fósforo para el fosfato monocálcico anhidro es de 26.4889% mientras que para el fosfato monocálcico monohidratado es de 24.5973% y el experimental es de 23.7560% (ver Tabla No. 5.23, pág. 115) por lo que en % de fósforo se asemeja al fosfato monocálcico monohidratado.

- ✓ El % de calcio para el fosfato monocálcico anhidro es de 17.0896% mientras que para el fosfato monocálcico monohidratado es de 15.8692% y el experimental es de 15.8693% (ver Tabla No. 5.23, pág. 115) por lo que en porcentaje de calcio es muy cercano al fosfato monocálcico monohidratado.
- El producto sintetizado fue fosfato monocálcico monohidratado, pierde agua de hidratación entre los 100-140°C de acuerdo a los termogramas (Diagrama No. 5.3, pág. 100) obtenidos del análisis térmico diferencial, tiene una pureza 99.4202% con respecto al compuesto químico.
- De acuerdo a la Farmacopea debe contener no menos del 90.0% del producto o no menos de 15.9% de calcio conforme a las monografías toxicológicas del JECFA, por lo que el producto se encuentra dentro de los parámetros requeridos por lo que se puede recomendar su uso en la industria alimenticia, farmacéutica y química.
- No se realizó análisis de metales pesados el cual debe ser menor al requerido por la farmacopea (4.0 mg/Kg) porque se parte de un residuo orgánico derivado de la alimentación humana.
- El rendimiento de la reacción es de 83.7559% el cual se incrementa al cristalizar y recuperar el producto con una mezcla 1:1 etanol: agua.

#### ★ Fosfato dicálcico anhidro $\text{CaHPO}_4$ ★

- En porcentaje de fósforo y calcio la muestra se asemeja al fosfato dicálcico anhidro, sin embargo no presenta el comportamiento térmico de dicho compuesto como puede observarse en el termograma del diagrama No. 5.4 (pág. 101).
- Del análisis térmico diferencial se deduce que la muestra es fosfato dicálcico dihidratado, con las siguientes características:
  - ✓ Pierde agua de humedad a una temperatura de 50.30°C.
  - ✓ A 116.13 y 195.48°C pierde sus respectivas moléculas de agua de hidratación.



- ✓ A 318.81°C se convierte a pirofosfato de calcio.
- El producto sintetizado fue fosfato dicálcico dihidratado con agua de humedad, puede comercializarse después de secar el producto a una temperatura menor del primer pico máximo (50°C) de los termogramas del diagrama No. 5.4. o bien secarse a una temperatura de 195.48°C para ofrecer el producto anhidro.
- El rendimiento de la reacción es de 93.2858%, no se requiere utilizar mezcla de etanol- agua para cristalizar el producto, si se desea recuperar al 100% se puede utilizar etanol puro o utilizar menor cantidad agua en la reacción ya que el producto es más insoluble que el fosfato monocálcico monohidratado.

★ Fosfato tricálcico amorfo  $Ca_3(PO_4)_2$  ★

- Contiene sólo 86.1880% de fósforo y 75.3913% de calcio (Tabla No. 5.23, pág. 115) por lo que el producto tiene CaO como impurezas.
- En primera instancia se cambió el método de síntesis, se agregó la cantidad estequiométrica de cal viva (CaO) al ácido fosfórico, se requiere mayor energía para romper el enlace electrostático del CaO en comparación con la del  $Ca(OH)_2$  por tanto es posible que exista CaO como impureza o reactivo sin reaccionar.
- Se recomienda hidratar la cal y agregar la pasta al ácido fosfórico para obtener el producto.

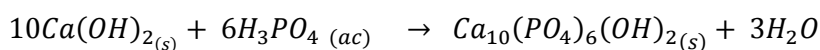
★ Fosfato tricálcico beta  $\beta - Ca_3(PO_4)_2$  ★

- A partir del espectro de difracción de Rayos X descrito en el diagrama No. 5.2, pág. 99, se sabe que el producto es una mezcla de  $\beta$ -fosfato tricálcico y

pirofosfato de calcio, se debe considerar que se partió de un material que contenía CaO como impurezas y una relación Ca/P de 1.69.

### ★ Hidroxiapatita $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ★

- Se quería conocer el resultado de hacer reaccionar a temperatura ambiente cantidades estequiométricas de la reacción que se muestra a continuación, ya que la literatura sobre la síntesis de hidroxiapatita indica que se obtienen mejores resultados por sinterización (reacciones en estado sólido a alta temperatura) de fosfato dicálcico y óxido de calcio.



- Se encontró una mayor cantidad de fósforo del esperado en el producto y una menor cantidad de calcio.
- El espectro de difracción de Rayos X (pág. 98) arroja que el producto es una mezcla de oxiapatita ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_{10}\text{O}$ ) y apatita ( $\text{CaHPO}_4$ ).
- Curiel (1998) sintetizó hidroxiapatita con residuos de óxido de calcio y  $\beta$ -fosfato tricálcico por sinterización de óxido calcio (obtenido de la calcinación de cascarón de huevo de gallina) con fosfato dicálcico comercial. Dedujo que se requiere una relación de materia prima de Ca/P de 1.67 y una temperatura de 850°C para obtener hidroxiapatita pura.
- Por tanto este método de síntesis no es el adecuado para obtener este tipo de producto ya que se obtiene una mezcla de apatita y oxiapatita, sin embargo la relación de Ca/P del producto es 1.6 por lo que se recomienda someter el mismo a 850°C y realizar el análisis químico correspondiente para observar si el producto se transforma a hidroxiapatita.

**★ Pirofosfato de calcio  $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ★**

- Inicialmente no se contaba con la temperatura exacta de transformación de fosfato dicálcico a pirofosfato de calcio, a partir de análisis térmico diferencial y del termograma (diagrama No. 5.4, pág. 101) se sabe que:
  - ✓ Los fosfatos de calcio se pueden secar a 50°C y como máximo a 80°C.
  - ✓ El fosfato dicálcico dihidratado pierde su primer molécula de agua de hidratación a 116.13°C, la segunda a 195.48°C y se descompone a pirofosfato de calcio a 317.81°C.
  
- De acuerdo a lo anterior:
  - ✓ El producto obtenido a 250°C es una mezcla de fosfato dicálcico y pirofosfato de calcio ya que a esa temperatura no se convierte en su totalidad.
  - ✓ El producto obtenido a 400°C contiene 50% de fósforo menos de lo esperado por volatilización del mismo en forma de pentóxido de fósfor

## PARTE III

- ✚ ÁNALISIS QUÍMICO DE POLVO DE HORNEAR MARCA ROYAL®.
- ✚ SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE SULFATO DE SODIO Y ALUMINIO.
- ✚ FORMULACION DE POLVOS DE HORNEAR.
- ✚ ELABORACIÓN DE PANQUÉS.
- ✚ EVALUACIÓN SENSORIAL.

Tabla No. 5.24 Determinación del porcentaje de ceniza y calcio total en ceniza de polvo de hornear.

Muestra: ceniza de polvo de hornear marca Royal <sup>®</sup> , obtenida a 650°C	
% de ceniza (g de ceniza/100g de muestra)	53.2526%
% Ca <sup>2+</sup> total	0.5947%

Tabla No. 5.25 Determinación de fósforo en polvo de hornear.

Muestra: polvo de hornear marca Royal <sup>®</sup>	
Absorbancia a 440 nm	1.25
Porcentaje de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.8070%
Porcentaje de fósforo	0.3516%
Porcentaje de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> expresados en forma de Ca(H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · H <sub>2</sub> O	14.2903%

Tabla No. 5.26 Cuantificación de bicarbonato de sodio e iones sulfatos en polvo de hornear.

Muestra: polvo de hornear marca Royal <sup>®</sup>	
Cantidad mínima de bicarbonato sodio (NaHCO <sub>3</sub> ) presente	22.2042%
Porcentaje de iones sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	18.7444%
Porcentaje de iones sulfatos expresados como NaAl(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	23.6257%
Porcentaje de iones sulfatos expresados como NaAl(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · 12H <sub>2</sub> O	44.7133%

Tabla No. 5.27 Composición propuesta para polvo de hornear marca Royal®.

Componente	% estimado
$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	14.2903%
$\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2$	23.6257%
$\text{NaHCO}_3$	35.6244%
$\text{CaCO}_3$	6.4499%
Almidón	20.0957%

Tabla No. 5.28 Síntesis de alumbre de sodio.

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ (g)	$\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (g)	Producto obtenido (g)	% de iones sulfatos ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) en producto sintetizado	Tipo de alumbre de sodio sintetizada
139.7401	66.5759	189.0180	40.9996	$\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ con una pureza de 97.8054%

Tabla 5.29 Composición química de las diferentes formulaciones de polvo de hornear.

Formulación	$\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ %	$\text{NaHCO}_3$ %	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ %	$\text{CaCO}_3$ %
F1	44.7133	33.9331	12.0	14.0
F2	44.7133	35.7140	14.2903	6.4499
F3	44.7133	32.3779	10.0	12.0
Royal	23.6257 (sal anhidra)	35.6244	14.2903	6.4499

Tabla 5.30 Gramos de calcio total por cada 30.0 g de polvo de hornear.

Formulación	$(\text{Ca}^{2+})$ de $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$(\text{Ca}^{2+})$ de $\text{CaCO}_3$	Gramos de $\text{Ca}^{2+}$ total
Royal	0.6803	0.7732	1.4535
F1	0.5712	1.6784	2.2496
F2	0.6803	0.7732	1.4535
F3	0.476	1.4387	1.9147

Tabla 5.31 Gramos de sodio total por 30.0 g de polvo de hornear.

Formulación	$(\text{Na}^+)$ de $\text{NaHCO}_3$	$(\text{Na}^+)$ de $\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	$(\text{Na}^+)$ total
Royal	2.9262	0.6736	3.5998
F1	2.7873	0.6736	3.4609
F2	2.9336	0.6736	3.6072
F3	2.6596	0.6736	3.3332

Tabla 5.32 Gramos de aluminio total por 30.0 g de polvo de hornear.

Formulación	$(\text{Al}^{3+})$ de $\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
Royal	0.6803
F1	0.5712
F2	0.6803
F3	0.476

Tabla No. 5.33 Balance de las seis combinaciones posibles y presentación de charolas a los panelistas.

Juez	Formulación 1		Formulación 2		Formulación 3	
	Serie A	Serie B	Serie A	Serie B	Serie A	Serie B
1	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
2	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
3	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
4	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
5	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
6	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
7	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
8	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
9	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
10	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
11	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
12	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
13	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
14	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
15	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
16	AAB	ABB	BAA	BAB	ABA	BBA
17	BAB	BAA	ABA	BBA	ABB	AAB
18	BBA	ABA	ABB	AAB	BAA	BAB
19	AAB	ABB	BAB	BAA	ABA	BBA

Dónde: A= panes elaborados con polvo de hornear marca Royal® y B= panes elaborados con polvo de hornear de las diferentes formulaciones (F1, F2, F3).



Tabla No. 5.34 Resultados de la prueba triangular para tres formulaciones diferentes.

Juez	Formulación 1		Formulación 2		Formulación 3	
	Serie A	Serie B	Serie A	Serie B	Serie A	Serie B
1	0	1	1	0	1	0
2	1	0	0	1	1	1
3	0	1	1	1	1	0
4	0	0	1	0	0	0
5	0	1	1	1	0	0
6	0	1	1	0	1	0
7	1	0	0	1	0	0
8	1	1	1	1	0	0
9	1	1	1	0	0	1
10	0	1	1	0	0	1
11	1	0	0	0	0	0
12	0	0	0	1	0	0
13	0	1	1	1	0	0
14	1	1	1	1	0	0
15	0	0	0	1	1	1
16	1	1	1	0	0	0
17	0	1	0	1	0	0
18	0	1	0	1	1	0
19	0	1	0	0	0	0
	Aciertos:20 No acertados:18 Totales:38		Aciertos: 22 No acertados: 16 Totales:38		Aciertos: 10 No acertados:28 Totales:38	

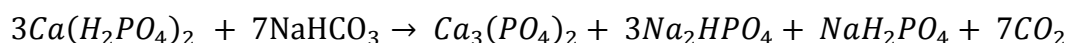
Tabla 5.35 Tratamiento estadístico de los datos.

Formulación	g.f=1 $\alpha=0.05$ n=38			
	$\chi^2_{(tablas)}$	$\chi^2_{(calculada)}$	Relación	Decisión
1	19	5.76	$\chi^2_{(calculada)} < \chi^2_{(tablas)}$	No existe diferencia entre las muestras
2	19	9.55	$\chi^2_{(calculada)} < \chi^2_{(tablas)}$	No existe diferencia entre las muestras
3	19	0.49	$\chi^2_{(calculada)} < \chi^2_{(tablas)}$	No existe diferencia entre las muestras

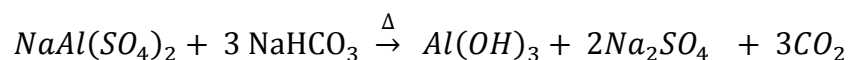
### ★ ANÁLISIS QUÍMICO DE POLVO DE HORNEAR MARCA ROYAL® ★

- El polvo de hornear analizado es de doble acción, por tanto la liberación de dióxido de carbono ocurre en dos etapas: <sup>(23)</sup>

1. En contacto con agua, a temperatura ambiente y en agitación mediante la siguiente reacción:



2.- Reacción durante el horneado:



Existe literatura como Charley (1987) que reporta una estequiometría de 3:8 y con formación de otros productos para la primera reacción, por lo que se comprobó que la estequiometría es 7:3, con una cuantitatividad del 66% a temperatura ambiente y con la formación de los productos indicados. De tal forma que el valor de neutralización del fosfato monocálcico monohidratado es de 80 como indica la mayor parte de la literatura consultada, por otra parte el que la reacción no sea 100% cuantitativa a temperatura ambiente permite explicar por qué mediante una escala de predicción de reacciones ácido-base ésta no se efectúe. Cabe destacar que ambas reacciones se efectúan en su totalidad en las condiciones de horneado.

- El análisis químico de este tipo de producto resulta un poco complicado ya que presenta los siguientes componentes: bicarbonato de sodio, sulfato de sodio y aluminio, carbonato de calcio, fosfato monocálcico y fécula de maíz, los cuales reaccionan entre sí en medio acuoso, como en el caso de bicarbonato de sodio y fosfato monocálcico

- Cuando se toma una muestra de polvo de hornear y se le agrega agua destilada para realizar el análisis de bicarbonato de sodio, se ha perdido una cantidad del mismo como se indica en la primer reacción, por lo que se cuantifica la mínima cantidad (22.2042%) de bicarbonato de sodio presente en dicho producto.
  
- A partir de la cantidad mínima de bicarbonato de sodio se puede hacer un cálculo teórico del % de sulfato de sodio y aluminio necesario (21.3230%) para que se efectúe la segunda reacción, sin embargo se cuantificó la cantidad de iones sulfatos por precipitación de los mismos como sulfato de bario, encontrándose un 18.7444% de los mismos, los cuales pueden expresarse como sulfato de sodio y aluminio anhidro  $[\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2]$  (23.6257%).

Debido a que el producto no especifica el tipo de alumbre de sodio utilizado, se expresó como sulfato de sodio y aluminio anhidro  $[\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2]$ , sin embargo comercialmente se pueden encontrar las siguientes sales:

- $\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
  - $\text{Na}_2\text{Al}_2(\text{SO}_4)_4$
  - $\text{Na}_2\text{Al}_2(\text{SO}_4)_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
- 
- A partir del % de fósforo cuantificado (0.3516%) se expresa el % de fosfato monocálcico monohidratado, este último aporta una cantidad de calcio la cual se restó al % calcio total cuantificado en ceniza del producto, a partir de esta diferencia se dedujo el porcentaje de carbonato de calcio (6.4499%).

- A partir del porcentaje de fosfato monocalcico monohidratado y de alumbre de sodio y conociendo las estequiometrias de las respectivas reacciones con el bicarbonato de sodio o considerando los valores de neutralización, se calculó la cantidad de bicarbonato de sodio necesario para neutralizar ambas sales (35.6244%).
- La composición propuesta concuerda con el etiquetado del producto excepto en la relación de fosfato monocalcico y el carbonato de calcio ya que dicha etiqueta indica que el carbonato de calcio se encuentra en mayor porción que el fosfato monocalcico.

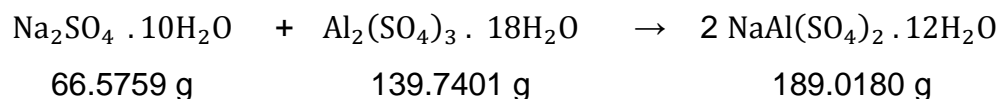
#### ★ SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE SULFATO DE SODIO Y ALUMINIO ★

- Se comparó el porcentaje de iones sulfatos (40.9996%) del producto sintetizado con el porcentaje de los iones sulfatos presentes en las diferentes sales posibles de acuerdo a la siguiente tabla:

Tipo de alumbre de sodio	% de iones sulfatos ( $\text{SO}_4^{2-}$ )
$\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2$	79.3388
$\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	<b>41.9213</b>
$\text{Na}_2\text{Al}_2(\text{SO}_4)_4$	79.3388
$\text{Na}_2\text{Al}_2(\text{SO}_4)_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	54.8571

Como se observa, el producto sintetizado fue el sulfato de sodio y aluminio dodecahidratado  $\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , con una pureza de 97.8054%.

- A partir del producto obtenido se sabe que la reacción que se efectuó fue la siguiente:



A partir de la cantidad usada de sulfato de sodio decahidratado (Reactivo limitante) se obtiene la cantidad de producto esperado (189.2722 g), de acuerdo la tabla 5.28 (pág. 123) se obtuvo 189.0180 g, por tanto el rendimiento de la reacción fue de 99.86%.

### ★ FORMULACIÓN DE POLVOS DE HORNEAR ★

- Se formularon tres polvos de hornear de doble acción de acuerdo a la siguiente tabla:

Formulación	$\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ %	$\text{NaHCO}_3$ %	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ %	$\text{CaCO}_3$ %
<b>F1</b>	44.7133	33.9331	12.0	14.0
<b>F2</b>	44.7133	35.7140	14.2903	6.4499
<b>F3</b>	44.7133	32.3779	10.0	12.0

- El fosfato monocálcico monohidratado y el sulfato de sodio y aluminio dodecahidratado se sintetizaron en el laboratorio, mientras que el carbonato de calcio y el bicarbonato de sodio se obtuvieron comercialmente.
- Todas las formulaciones tienen 18.7444% de iones sulfatos (cantidad de los mismos en el producto comercial), este porcentaje es equivalente a 44.7133% de  $\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  o a 23.6257 % de  $\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2$ .

- No se les agregó fécula de maíz como adsorbente de agua, ya que al sumar los componentes de la tabla anterior daban un valor muy cercano de 100%, esto se debió a que la equivalencia antes descrita es alta, sin embargo se formularon un día antes de su utilización, se les puede agregar fécula de maíz si se utiliza 23.6257% de sulfato de sodio y aluminio anhidro.
- La formulación 2 fue semejante a la formulación propuesta para polvo de hornear marca Royal<sup>®</sup>, descrita en la tabla 5.27, pág. 123.
- La formulación 1 y 3 contenían cantidades de fosfato monocálcico conforme a lo reportado en la literatura y a la información de la etiqueta con respecto a que contiene más carbonato de calcio que fosfato monocálcico.
- La NOM-147-SSA1-1996 especifica que se permite 5.0 g de fosfato monocálcico por Kg de harina, sin embargo no hace énfasis si es monohidratado o anhidro, por su solubilidad el monohidratado es el más utilizado en formulación de polvos de hornear, para un kilogramo de harina se utilizaron 30.0 g de polvo de hornear, las tres formulaciones están dentro de la norma, se tiene una cantidad 3.6 g, 4.2870 g y 3.0 g de fosfato monocálcico respectivamente. El alumbre de sodio y bicarbonato de sodio pueden utilizarse de acuerdo a las buenas prácticas de manufactura y el carbonato de calcio no se considera como gasificante si no como mejorador de textura.
- De acuerdo a la definición de polvo de hornear de Matz (1992), tomada de la FDA, éstos deben desprender como mínimo 12.0 g de dióxido de carbono por cada 100 g de polvo de hornear, las tres formulaciones cumplen con ese parámetro siendo 17.77%, 18.70% y 16.95% respectivamente.

### ★ ELABORACIÓN DE PANQUÉ ★

- Mediante operaciones como mezclado, batido, moldeado y horneado de harina de trigo, sal, polvo de hornear, huevo, mantequilla, leche y saborizante de vainilla, se obtuvo un producto de panificación que de acuerdo a la NOM-147-SSA1-1996 se le denomina panqué.
- No podemos especificar un método de panificación y el rendimiento panadero porque no se usó levadura natural de pan y durante el proceso se obtiene una mezcla líquida homogénea y no una masa.<sup>(12,29, 34)</sup>
- Se utilizó 30.0 g de polvo de hornear por cada 1.0 Kg de harina, para obtener 48 piezas de aproximadamente 25-30 g. Si se consideran sólo los productos de las dos reacciones del polvo de hornear se estaría consumiendo sales de calcio y sodio e hidróxido de aluminio, el aporte de cada ión en la mezcla líquida obtenida sería: 1.4-2.4 g de  $\text{Ca}^{2+}$ , 3.3-3.6 g de  $\text{Na}^+$ , 0.4-0.6 g de  $\text{Al}^{3+}$ .
  - ✓ No se encontró una monografía toxicológica del JECFA para el hidróxido de aluminio, si se hace un comparativo con el antiácido Melox Plus<sup>®</sup> que contiene 3.7% de hidróxido de aluminio se necesitaría consumir aproximadamente 61.0 mL de dicho producto, o la dosis recomendada de 4 días para cubrir el aporte de aluminio de 30.0 g de polvo de hornear; por otra parte la mezcla líquida se dividió en 48 porciones por lo que la cantidad de aluminio de cada panqué es inferior sin riesgos tóxicos.
  - ✓ En cuanto al sodio no existe legislación correspondiente al consumo del mismo o como cloruro de sodio en los alimentos, debido a que es un aditivo tipo GRAS por sus siglas en inglés (Generally Recognized as Safe). A pesar de que el consumo excesivo de éste se ha relacionado con enfermedades como hipertensión, retención de agua y enfermedades cardiovasculares. Tampoco se cuenta con una información respecto al consumo promedio de sodio en las poblaciones humanas, probablemente porque es un ingrediente ampliamente utilizado en la industria y presente en casi todos los alimentos. Se ha establecido que se requiere de 0.1 a 0.2 g de sodio para cumplir con los requisitos mínimos

de funcionalidad biológica, pudiendo elevar esta ingestión hasta 3.3 g sin causar alteraciones. <sup>(37)</sup> Tomando en cuenta lo anterior una persona tendría que consumir las 48 piezas en un día para observar efectos adversos.

### ★ EVALUACIÓN SENSORIAL ★

Se realizaron pruebas triangulares para demostrar que el fosfato monocálcico monohidratado sintetizado puede ser utilizado como leudante químico en la formulación de polvos de hornear, determinando si existe diferencia sensorialmente perceptible entre panqués elaborados con polvo de hornear marca Royal<sup>®</sup> y panqués elaborados de diferentes formulaciones de polvo de hornear utilizando como ingrediente dicho compuesto.

Se eligió utilizar este tipo de prueba debido a que presenta una menor probabilidad (33%) de acierto al azar en un ensayo, en contraste con otras pruebas como la prueba de comparación por pares o dúo-trío las cuales tienen un 50% de probabilidad de escoger una respuesta correcta al azar y donde las muestras se comparan con una referencia directamente. <sup>27</sup> Por otra parte este tipo de prueba permite detectar si existe o no diferencia sensorialmente perceptible entre las muestras cuando se desconoce la variable sensorial. <sup>27</sup>

Las características de la prueba fueron las siguientes:

- ✓ 19 jueces entrenados pertenecientes al panel del área de Evaluación Sensorial de la Facultad de Química.



- ✓ A cada juez se le presentó dos triadas de muestras codificadas de cada formulación, en cada triada dos muestras eran iguales y una diferente, se le pidió que identificara la muestra diferente.

JUEZ NO.1				JUEZ NO.1			
FORMULACIÓN 1				FORMULACIÓN 2			
TRIADA 1	ROYAL	ROYAL	F1	TRIADA 1	F2	ROYAL	ROYAL
TRIADA 2	ROYAL	F1	F1	TRIADA 2	F2	ROYAL	F2

JUEZ NO.1			
FORMULACIÓN 3			
TRIADA 1	ROYAL	F3	ROYAL
TRIADA 2	F3	F3	ROYAL

El análisis estadístico para cada formulación es el siguiente:

- ✓ Formulación 1: se obtuvieron 20 aciertos de las 38 respuestas, lo que equivale al 17.65% de probabilidad de escoger la respuesta correcta, considerando la probabilidad de esta prueba (33.3%), se podría decir que no hay posibilidad de encontrar diferencias entre las muestras, sin embargo se calculó la probabilidad exacta mediante el estadístico de ji-cuadrada ( $\chi^2$ ), el cual nos permite determinar si las comparaciones entre las muestras que se generan en esta prueba son significativamente o no diferentes. La ( $\chi^2$ ) calculada es menor (5.76) que la de tablas (19), por tanto se acepta la hipótesis nula ( $H_0$ = no hay diferencia entre las muestras).<sup>(27)</sup>

- ✓ Formulación 2: se obtuvieron 22 aciertos de las 38 respuestas, la ( $\chi^2$ ) calculada es menor (9.55) que la de tablas (19), por tanto se acepta la hipótesis nula.
- ✓ Formulación 3: se obtuvieron 10 aciertos de las 38 respuestas, la ( $\chi^2$ ) calculada es menor (0.49) que la de tablas (19), por tanto se acepta la hipótesis nula.

De acuerdo a los resultados no existe diferencia significativa entre panqués elaborados con polvo de hornear marca Royal<sup>®</sup> y los elaborados con las diferentes formulaciones y se puede asegurar con un 95% de certeza que los jueces los percibieron como iguales incluso variando la cantidad de fosfato monocálcico monohidratado en un intervalo de 10, 12 y 14.29% en dichas formulaciones.

Por otra parte se sabe que la formulación 2 era igual al producto comercial observando los resultados esperados, sin embargo se encontró que las tres formulaciones son percibidas de igual manera al comercial, es recomendable ampliar el análisis sensorial para tener mayor información del producto final al variar dicha formulación de polvo de hornear, esto implicaría el diseño de un nuevo tema de tesis y de diferentes objetivos que de igual manera serían muy útiles incluso para proponer una nueva formulación o el desarrollo de una nueva marca comercial de polvo de hornear.

## 6 . C O N C L U S I O N E S

1.- El cascarón de huevo blanco de gallina libre de membranas testáceas está compuesto en promedio de 35.43%  $\text{Ca}^{2+}$ , 0.83%  $\text{Mg}^{2+}$ , 0.30%  $\text{P}_2\text{O}_5$  equivalente a 87.86%  $\text{CaCO}_3$ , 2.88%  $\text{MgCO}_3$  y 0.66%  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ .

2.- La recolección de 10.0 Kg de residuos de cascarón de huevo pueden generar de 840.0 a 900.0 g cascarón libre de membranas testáceas, para su calcinación con una producción de 436.0 a 468.0 g de cal viva, la cual se puede utilizar en la síntesis de 2.0 Kg de fosfato monocálcico monohidratado o 1.30 Kg de fosfato monocálcico dihidratado o bien 817.35 g de fosfato tricálcico.

3.- Se captó dióxido de carbono generado de la calcinación de cascarón (lote 2), fue cuantificado como carbonato de sodio, mismo que puede ser utilizado en la industria química. El sistema para dicho proceso tuvo una eficacia de 98.45% ya que se recolectó 39.55% de dióxido carbono de 40.17% (esperado del análisis químico de cascarón para este lote).

4.- Se obtuvo cenizas hidratadas o cal apagada con las siguientes características: 96.24%  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , 1.55%  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , 0.19%  $\text{P}_2\text{O}_5$  y 0.0019% de Fe (II); dichas cenizas fueron utilizadas en la síntesis de diferentes fosfatos de calcio.

5.- se sintetizaron tres fosfatos de calcio:

❖ Fosfato monocálcico monohidratado, con un rendimiento de reacción 83.75% y una pureza de 99.42% de calcio, 96.57% de fósforo con respecto al compuesto químico, cumple con los parámetros requeridos por la Farmacopea y la correspondiente monografía toxicológica del JECFA, se puede recomendar su uso en la industria alimenticia, farmacéutica y química.

- ❖ Fosfato dicálcico dihidratado, con agua de humedad en el producto final, puede comercializarse después de secar el producto a una temperatura menor de 50°C, o bien a una temperatura de 195.48°C para obtener el producto anhidro.
- ❖ Fosfato tricálcico con impurezas de óxido de calcio o cal viva sin reaccionar.

El mejor método de síntesis para los anteriores es preparar una pasta de cal apagada, la cual se añade en constante agitación al volumen requerido de ácido fosfórico, agregar agua destilada y calentamiento a 45°C en agitación. Para evitar tener impurezas de cal viva sin reaccionar.

6.- A partir del tratamiento térmico a 850°C de fosfato tricálcico amorfo con impurezas de CaO y relación de Ca/P de 1.69, se obtuvo una mezcla de  $\beta$ -fosfato tricálcico y pirofosfato de calcio, por lo que se requiere partir de un producto libre de impurezas para obtener el  $\beta$ -fosfato tricálcico.

7.- Se obtuvo una mezcla de oxiapatita y apatita, por tanto, el método de vía húmeda propuesto para la obtención de hidroxiapatita no es el adecuado, dicho producto se puede sintetizar por sinterización de fosfato dicálcico y óxido de calcio como lo reportan otros autores.

8.- Del análisis térmico diferencial se sabe que el fosfato dicálcico dihidratado, se convierte a pirofosfato de calcio a 318.81°C, los productos obtenidos a 250°C y 400°C no pueden considerarse como tal ya que se obtienen mezclas de los mismos.

Con respecto a la parte aplicativa del presente trabajo se concluye lo siguiente:

9.- El alumbre de sodio que se sintetizó corresponde al compuesto:  $\text{NaAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , con una pureza de 97.80% y un rendimiento de reacción de 99.86%.

10.- La estequiometría de reacción de fosfato monocálcico y bicarbonato de sodio es 3:7 y se efectúa en un 66% de cuantitatividad a temperatura ambiente.

11.- La composición química de polvo de hornear marca Royal<sup>®</sup> es la siguiente: 35.62% de bicarbonato de sodio, 23.62% de alumbre de sodio, 20.09% de fécula de maíz, 14.29% de fosfato monocálcico monohidratado y 6.44% de carbonato de calcio.

12.- De acuerdo a la prueba sensorial realizada, no existe diferencia significativa entre panqués elaborados con polvos de hornear marca Royal<sup>®</sup> y polvos de hornear cuya formulación sea 10-14.29% de fosfato monocálcico monohidratado, 18.74% de iones sulfatos y el respectivo porcentaje de bicarbonato de sodio requerido para neutralizar los leudantes anteriores.

13.- La obtención de biomateriales o cerámicas de fosfatos de calcio, como hidroxiapatita (HA) o fosfato tricálcico beta ( $\beta$ -TCP) pretenden dar solución al relleno de una cavidad y a su futura colonización por nuevo tejido óseo.<sup>(28)</sup>

Las cerámicas de HA y de  $\beta$ -TCP son biocompatibles y osteoconductoras, es decir, son toleradas por el organismo y en el caso de que sean porosas, aportan una estructura abierta de poros interconectados sobre la que se facilita la deposición de nuevo tejido óseo por los osteoblastos (Fernández 1996), es necesario profundizar en un nuevo tema de tesis o de investigación para la obtención de los mismos y posibles aplicaciones ya que son productos de gran interés médico.

14.- Los residuos de cascarón de huevo de gallina son potencialmente útiles en la obtención de productos y subproductos de importancia química, los resultados del presente trabajo permiten ampliar el panorama de nuevas alternativas de reciclaje e industrialización de dichos residuos.

## 7. ANEXOS

ANEXO I

## EJEMPLOS DE CÁLCULOS REALIZADOS

★ **Determinación del % Ca<sup>2+</sup> y % Mg<sup>2+</sup> en cascarón por valoración complejométrica.**

**Muestra problema:** cascarón Bachoco Cuautla.

**ANALITO****VALORANTE**

**Alícuota:** 1.0 mL de una

**Disolución de EDTA 0.0113M**

disolución de 0.0108 g

*Volumen de valorante gastado utilizando*

cascarón/mL de disolución

*Murexida como indicador: 8.7 mL*

*Volumen de valorante gastado utilizando*

*NET como indicador: 9.1 mL*

$$1.0 \text{ mL} \times \frac{0.0108 \text{ g cascarón}}{\text{mL}} = 0.0108 \text{ g cascarón}$$

$$8.7 \text{ mL} \times \frac{0.0113 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA}} \times \frac{40.0784 \text{ g Ca}^{2+}}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} = 3.9401 \times 10^{-3} \text{ g Ca}^{2+}$$

$$0.0108 \text{ g cascarón} \text{-----} 3.9401 \times 10^{-3} \text{ g Ca}^{2+}$$

$$100 \text{ g cascarón} \text{-----} X = 36.4824 \text{ g de Ca}^{2+} \text{ o } 36.4824\% \text{ de Ca}^{2+}$$

$$0.4 \text{ mL} \times \frac{0.0113 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mol Mg}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA}} \times \frac{24.3051 \text{ g Mg}^{2+}}{1 \text{ mol Mg}^{2+}} = 1.0985 \times 10^{-4} \text{ g Mg}^{2+}$$

$$0.0108 \text{ g cascarón} \text{-----} 1.0985 \times 10^{-4} \text{ g Mg}^{2+}$$

$$0 \text{ g cascarón} \text{-----} X = 0.0172 \text{ g de Mg}^{2+} \text{ o } 1.0172\% \text{ de Mg}^{2+}$$

★ **Determinación de %P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en cascarón por espectrofotometría.**

**Muestra problema:** cascarón Calvario D.F.

ANALITO	CURVA PATRÓN
<p><b>Alícuota:</b> 20.0 mL de una disolución de 2.0928 g cascarón/100 mL de disolución</p> <p><b>Aforo final al desarrollar color:</b> 50.0 mL.</p> <p><b>Absorbancia:</b> 0.65</p>	<p><b>Ec. de linealidad:</b> <math>y=0.0252x - 0.0104</math></p> <p><b>Concentración de los estándares:</b> mg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/L</p>
$X = \frac{0.65 + 0.0104}{0.0252} = 26.2063 \frac{mg P_2O_5}{L} \text{ o } 26.2063 \times 10^{-3} \frac{g P_2O_5}{L}$	
$20 mL \times \frac{2.0928 g \text{ cascarón}}{100.0 mL} = 0.41856g \text{ cascarón}$	
$\frac{0.41856g \text{ cascarón}}{0.05 L} = 8.3712 g \text{ de cascarón/L}$	
8.3712 g cascarón/L. -----	26.2063 x 10 <sup>-3</sup> g P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /L
209.28 g cascarón/L-----	X= 0.6551 g P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /L
	209.28 g cascarón/L-----100%
	0.6551 g P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /L ----- X= 0.3130% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>

★ **Determinación de % Ca<sup>2+</sup> y % Mg<sup>2+</sup> en ceniza hidratada o cal apagada, por valoración complejométrica.**

**Muestra problema:** ceniza hidratada o cal apagada.

ANALITO	VALORANTE
<p><b>Alícuota:</b> 5.0 mL de una disolución de 2.05 x 10<sup>-3</sup> g de ceniza hidratada/mL de disolución</p>	<p><b>Disolución de EDTA 0.0113M</b></p> <p><i>Volumen de valorante gastado utilizando Murexida como indicador:</i> 11.7 mL</p> <p><i>Volumen de valorante gastado utilizando NET como indicador:</i> 11.9 mL</p>

$$5.0 \text{ mL} \times \frac{2.05 \times 10^{-3} \text{ g ceniza hidratada}}{\text{mL}} = 0.0102 \text{ g ceniza hidratada}$$

$$11.7 \text{ mL} \times \frac{0.0113 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA}} \times \frac{40.0784 \text{ g Ca}^{2+}}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} = 5.2987 \times 10^{-3} \text{ g Ca}^{2+}$$

$$5.2987 \times 10^{-3} \text{ g Ca}^{2+} \times \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{40 \text{ g Ca}^{2+}} \times \frac{1 \text{ mol Ca(OH)}_2}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} \times \frac{74.01 \text{ g Ca(OH)}_2}{1 \text{ mol Ca(OH)}_2} = 9.8039 \times 10^{-3} \text{ g Ca(OH)}_2$$

% en peso de calcio en ceniza hidratada.

$$0.0102 \text{ g hidróxido} \text{-----} 5.2987 \times 10^{-3} \text{ g Ca}^{2+}$$

$$100 \text{ g hidróxido} \text{-----} X = 51.9480 \text{ g de Ca}^{2+} \text{ o } 96.1166 \% \text{ de Ca}^{2+}$$

% en peso de hidróxido de calcio en ceniza hidratada.

$$0.0102 \text{ g ceniza hidratada} \text{-----} 9.8039 \times 10^{-3} \text{ g Ca(OH)}_2$$

$$100 \text{ g ceniza hidratada} \text{-----} X = 96.1166 \text{ g de Ca(OH)}_2 \text{ o } 96.1166 \% \text{ de Ca(OH)}_2$$

Para la determinación del % de  $\text{Mg}^{2+}$ , se considera la diferencia de los volúmenes de las dos valoraciones (0.2 mL).

$$0.2 \text{ mL} \times \frac{0.0113 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mol Mg}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA}} \times \frac{24.3051 \text{ g Mg}^{2+}}{1 \text{ mol Mg}^{2+}} = 5.4929 \times 10^{-5} \text{ g Mg}^{2+}$$

$$5.4929 \times 10^{-5} \text{ g Mg}^{2+} \times \frac{1 \text{ mol Mg}^{2+}}{24.3051 \text{ g Mg}^{2+}} \times \frac{1 \text{ mol Mg(OH)}_2}{1 \text{ mol Mg}^{2+}} \times \frac{58.39 \text{ g Mg(OH)}_2}{1 \text{ mol Mg(OH)}_2} \\ = 1.3196 \times 10^{-4} \text{ g Mg(OH)}_2$$

% en peso de calcio presente en ceniza hidratada.

$$0.0102 \text{ g ceniza hidratada} \text{-----} 5.4929 \times 10^{-5} \text{ g Mg}^{2+}$$

$$100 \text{ g ceniza hidratada} \text{-----} X = 0.5385 \text{ g de Mg}^{2+} \text{ ó } 0.5385 \% \text{ de Mg}^{2+}$$

% en peso como hidróxido de calcio en ceniza hidratada.

$$0.0102 \text{ g ceniza hidratada} \text{-----} 1.3196 \times 10^{-4} \text{ g Mg(OH)}_2$$

$$100 \text{ g ceniza hidratada} \text{-----} X = 1.2937 \text{ g de Mg(OH)}_2 \text{ o } 1.2937 \% \text{ de Mg(OH)}_2$$



★ **Determinación de %P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en ceniza hidratada por espectrofotometría.**

**Muestra problema:** ceniza hidratada de San Juan D.F.

ANALITO	CURVA PATRÓN
<p><b>Alícuota:</b> 20.0 mL de una disolución de 4.0007 g ceniza hidratada/100 mL de disolución</p> <p><b>Aforo final al desarrollar color:</b> 50.0 mL.</p> <p><b>Absorbancia:</b> 0.8</p>	<p><b>Ec. de linealidad:</b> <math>y=0.0252x - 0.0104</math></p> <p><b>Concentración de los estándares:</b> mg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/L</p>
$X = \frac{0.8 + 0.0104}{0.0252} = 32.1587 \frac{\text{mg P}_2\text{O}_5}{\text{L}} \text{ o } 32.1587 \times 10^{-3} \frac{\text{g P}_2\text{O}_5}{\text{L}}$	
$20 \text{ mL} \times \frac{4.0007 \text{ g ceniza hidratada}}{100 \text{ mL}} = 0.8001 \text{ g ceniza hidratada}$	
$\frac{0.8001 \text{ g ceniza hidratada}}{0.05 \text{ L}} = 16.0028 \text{ g de ceniza hidratada/L}$	
16.0028 g ceniza hidratada/L. -----	32.1587x 10 <sup>-3</sup> g P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /L
40.007 g ceniza hidratada/L-----	X= 0.0803 g P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /L
	40,007g ceniza hidratada/L-----100%
	0.0803 g P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /L ----- X=0.2009% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>

★ **Determinación de %Fe (II) en ceniza hidratada por espectrofotometría.**

**Muestra problema:** ceniza hidratada de Bachoco D.F.

ANALITO	CURVA PATRÓN
<p><b>Alícuota:</b> 20.0 mL de una disolución de 3.9817 g ceniza hidratada/100 mL de disolución</p> <p><b>Aforo final al desarrollar color:</b> 50.0 mL.</p>	<p><b>Ec. de linealidad:</b> <math>y=0.2232x - 0.0057</math></p> <p><b>Concentración de los estándares:</b> mg de Fe<sup>2+</sup>/L</p> <p><b>Absorbancia de la muestra:</b> 0.052</p>

$$X = \frac{0.052 + 0.0057}{0.2232} = 0.2585 \frac{\text{mg } Fe^{2+}}{L} \text{ ó } 2.585 \times 10^{-4} \frac{\text{g } Fe^{2+}}{L}$$

$$20 \text{ mL} \times \frac{3.9817 \text{ g hidróxido}}{100 \text{ mL}} = 0.79634 \text{ g hidróxido}$$

$$\frac{0.79634 \text{ g hidróxido}}{0.05 \text{ L}} = 15.9268 \text{ g de hidróxido/L}$$

Se calcula el % en peso de  $Fe^{2+}$  en ceniza hidratada o hidróxido.

$$15.9268 \text{ g hidróxido/L} \text{ -----} 2.585 \times 10^{-4} \text{ g } Fe^{2+}/L \quad 39.817 \text{ g hidróxido/L} \text{ -----} 100\%$$

$$39.817 \text{ g hidróxido/L} \text{ -----} X = 6.4625 \times 10^{-4} \text{ g } Fe^{2+}/L \quad 6.4625 \times 10^{-4} \text{ g } Fe^{2+} /L \text{ -----} X = 1.6230 \times 10^{-3} \text{ g } Fe^{2+}$$

o %  $Fe^{2+}$

★ **Determinación de calcio en productos sintetizados por volumetría de formación de complejos.**

Tabla No. 5.22 Valoración complejométrica por retroceso de calcio en diferentes fosfatos.

Muestra problema	g de muestra/ mL	Alícuota (mL)	Exceso de disolución de EDTA 0.0364M (mL)	Disolución de acetato de zinc 0.0349M (mL)
$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$	$5.118 \times 10^{-3} \text{ g/mL}$	10.0	10.1	4.75
$CaHPO_4$	$5.005 \times 10^{-3} \text{ g/mL}$	5.0	8.0	3.85
$Ca_3(PO_4)_2$	$5.023 \times 10^{-3} \text{ g/mL}$	5.0	8.0	3.1
$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$	$5.091 \times 10^{-3} \text{ g/mL}$	5.0	8.0	3.25
$Ca_2P_2O_7$ 250 °C	$5.059 \times 10^{-3} \text{ g/mL}$	5.0	8.0	3.3
$Ca_2P_2O_7$ 400 °C	0.1029 g	0.1029 g <sup>***</sup>	22.0	3.3

\*\*\* La muestra se disolvió con gotas de ácido clorhídrico y agua destilada.

**Muestra problema:**  $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$

**ANALITO**

**Alícuota:** 10 mL de una disolución de 0.5118g de muestra/100 mL de disolución

**VALORACIÓN**

*Volumen de valorante<sub>1</sub> en exceso:* 10.1 mL de disolución de EDTA 0.0364M

*Volumen de valorante<sub>2</sub>:* 4.75 mL de disolución de  $Zn^{2+}$  0.0349M

$$10 \text{ mL} \times \frac{0.5118 \text{ g mta}}{100 \text{ mL}} = 0.05118 \text{ g de muestra}$$

Se calcula los moles totales de disolución de EDTA agregados.

$$10.1 \text{ mL EDTA} \times \frac{0.0364 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ mL EDTA}} = 3.6764 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA}$$

Se calcula los moles de EDTA que reaccionaron con el  $Zn^{2+}$ .

$$4.75 \text{ mL } Zn^{2+} \times \frac{0.0349 \text{ mol } Zn^{2+}}{1000 \text{ mL } Zn^{2+}} \times \frac{1 \text{ mol EDTA}}{1 \text{ mol } Zn^{2+}} = 1.6577 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA}$$

Se calculan los moles que reaccionaron con  $Ca^{2+}$ .

$$3.6764 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA} - 1.6577 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA} = 2.0187 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA}$$

Se transforman los moles de EDTA a gramos de iones calcio.

$$2.0187 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA} \times \frac{1 \text{ mol } Ca^{2+}}{\text{mol EDTA}} \times \frac{40 \text{ g } Ca^{2+}}{1 \text{ mol } Ca^{2+}} = 8.0748 \times 10^{-3} \text{ g } Ca^{2+}$$

Se calcula los gramos de  $Ca^{2+}$  en 100 g muestra o él %  $Ca^{2+}$ .

$$0.05118 \text{ g muestra} \text{ -----} 8.0748 \times 10^{-3} \text{ g } Ca^{2+}$$

$$100 \text{ g muestra} \text{ -----} X = 15.7772 \text{ g } Ca^{2+}$$

Se calcula el peso de  $Ca^{2+}$  contenido en 100 unidades en peso de compuesto químico.

$$\frac{40 \text{ g } Ca^{2+}}{252.06 \text{ g } Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O} \times 100\% = 15.8692\%$$

Se sabe que el % de iones calcio en el compuesto es de 15.8629.

$$15.8692\% \text{-----} 100\%$$

$$15.7772\% \text{-----} X = 99.4202\%$$

El producto ofrece 15.7772% de  $\text{Ca}^{2+}$ , es decir el 99.4202% del que se encuentra en  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

➤ Muestra: pirofosfato de calcio obtenido a 400°C.

$$22 \text{ mL EDTA} * \frac{0.0364 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ mL EDTA}} = 8.008 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA}$$

$$3.3 \text{ mL Zn}^{2+} * \frac{0.0349 \text{ mol Zn}^{2+}}{1000 \text{ mL Zn}^{2+}} * \frac{1 \text{ mol EDTA}}{1 \text{ mol Zn}^{2+}} = 1.1517 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA}$$

$$8.008 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA} - 1.1517 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA} = 6.8563 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA}$$

$$6.8563 \times 10^{-4} \text{ mol EDTA} * \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{\text{mol EDTA}} * \frac{40 \text{ g Ca}^{2+}}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} = 0.0274 \text{ g Ca}^{2+}$$

$$0.1029 \text{ g muestra} \text{-----} 0.0274 \text{ g Ca}^{2+}$$

$$100 \text{ g muestra} \text{-----} X = 26.6277 \text{ g Ca}^{2+}$$

$$\frac{40 \times 2 \text{ g Ca}^{2+}}{254.12} * 100\% = 31.4811\%$$

$$31.4811\% \text{-----} 100\%$$

$$26.6277\% \text{-----} X = 84.5831\%$$

El pirofosfato de calcio contiene un 31.4811% de  $\text{Ca}^{2+}$ , el producto obtenido a 400°C sólo ofrece el 26.6277%  $\text{Ca}^{2+}$ .

★ **Determinación del %  $\text{Ca}^{2+}$  total en ceniza a 650°C de polvo de hornear marca Royal® por valoración complejométrica.**

**Muestra problema:** ceniza de polvo de hornear marca Royal®.

Antecedentes de la muestra problema: se calcinó 12.2745 g de polvo de hornear marca Royal obteniendo 6.5364 g de ceniza.

**ANALITO**

**Alícuota:** 5.0 mL de una disolución de 0.6066 g ceniza/100 mL de disolución

**VALORANTE**

**Disolución de EDTA 0.0364M**

*Volumen de valorante gastado utilizando NET como indicador:* 2.2 mL

$$5 \text{ mL} \times \frac{0.6066 \text{ g ceniza}}{100 \text{ mL}} = 0.0303 \text{ g ceniza}$$

$$2.2 \text{ mL} \times \frac{0.0364 \text{ mol EDTA}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol EDTA}} \times \frac{40 \text{ g Ca}^{2+}}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} = 3.2032 \times 10^{-3} \text{ g Ca}^{2+}$$

Se calcula el % en peso de calcio presente en ceniza de polvo de hornear.

$$0.0303 \text{ g ceniza} \text{-----} 3.2032 \times 10^{-3} \text{ g Ca}^{2+}$$

$$0.6910 \text{ g ceniza total} \text{-----} X = 0.0730 \text{ g Ca}^{2+}$$

Se calcula el % en peso de calcio presente en polvo de hornear.

$$12.2745 \text{ g Polvo de hornear} \text{-----} 100\%$$

$$0.0730 \text{ g Ca}^{2+} \text{-----} 0.5947\% \text{ Ca}^{2+} \text{ TOTAL}$$

★ **Determinación de % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en polvo de hornear marca Royal® espectrofotométricamente.**

**Muestra problema:** polvo de hornear marca Royal®.

**ANALITO**

0.60 g de polvo de hornear

**CURVA PATRÓN**

**Ec. de linealidad:**  $y=0.0247x + 0.0144$

**Aforo final al desarrollar color:** 100 mL.

**Concentración de los estándares:** mg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/L

**Absorbancia:** 1.25

$$X = \frac{1.25 - 0.0141}{0.0247} = 50.0364 \frac{\text{mg P}_2\text{O}_5}{\text{L}} \text{ o } 50.0364$$

$$50.0364 \times 10^{-3} \frac{\text{g P}_2\text{O}_5}{\text{L}} * \frac{1 \text{ mol P}_2\text{O}_5}{141.9476 \text{ g P}_2\text{O}_5} * \frac{2 \text{ mol P}}{1 \text{ mol P}_2\text{O}_5} * \frac{31 \text{ g}}{1 \text{ mol P}} = 0.0218 \text{ g P/L}$$

$$0.0218 \text{ g P} * \frac{1 \text{ mol P}}{31 \text{ g P}} * \frac{1 \text{ mol Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}}{2 \text{ mol P}} * \frac{252.06 \text{ g}}{1 \text{ mol Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}}$$

$$= 0.0886 \text{ g Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$$

$$\frac{0.6200 \text{ g Royal}}{100 \text{ mL}} = 6.2 \text{ g Royal/L}$$

6.2 g Royal/L. -----0.0886g/L Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>O

1000g Royal/L ----- 14.2903 g/L **14.2903% de Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>O**

★ **Determinación de la composición química del polvo de hornear marca Royal®.**

Se resta el aporte de iones calcio de 14.2903% de Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>O al contenido total de iones calcio, para obtener por diferencia el contenido de carbonato de calcio.

$$12.2745 \text{ g muestra} * \frac{14.2903 \text{ g Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}}{100 \text{ g}} = 1.7540 \text{ g Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$$

$$1.7540 \text{ g Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O} * \frac{1 \text{ mol Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}}{252.06 \text{ g Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} * \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{1 \text{ mol Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} * \frac{40 \text{ g Ca}^{2+}}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} = 0.2783 \text{ g Ca}^{2+}$$

$$0.5947 \text{ g Ca}^{2+} - 0.2783 \text{ g Ca}^{2+} = 0.3164 \text{ g Ca}^{2+}$$

$$0.3164 \text{ g Ca}^{2+} * \frac{1 \text{ mol Ca}^{2+}}{40 \text{ g Ca}^{2+}} * \frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} * \frac{100.09 \text{ g CaCO}_3}{1 \text{ mol CaCO}_3} = 0.7917 \text{ g CaCO}_3$$

$$12.2745 \text{ g muestra} \text{-----} 0.7917 \text{ g CaCO}_3$$

$$100 \text{ g muestra} \text{-----} \mathbf{X=6.4499 \% CaCO_3}$$

A partir de la determinación de sulfatos gravimétricamente, se estima la cantidad de bicarbonato de sodio necesario para neutralizar **23.5397% NaAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>**.

$$100 \text{ g royal} \frac{23.5397 \text{ g NaAl(SO}_4)_2}{100 \text{ g royal}} * \frac{1 \text{ mol NaAl(SO}_4)_2}{242 \text{ g NaAl(SO}_4)_2} * \frac{6 \text{ mol NaHCO}_3}{2 \text{ mol NaAl(SO}_4)_2} * \frac{84 \text{ g NaHCO}_3}{1 \text{ mol NaHCO}_3} \\ = 24.5124 \text{ g NaHCO}_3$$

Se estima la cantidad de bicarbonato de sodio necesario para neutralizar 14.2903% Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> H<sub>2</sub>O .

$$100 \text{ g Royal} \frac{14.2903 \text{ g Ca(H}_2\text{PO}_4)_2 \text{ H}_2\text{O}}{100 \text{ g Royal}} * \frac{1 \text{ mol Ca(H}_2\text{PO}_4)_2 \text{ H}_2\text{O}}{252.06 \text{ g Ca(H}_2\text{PO}_4)_2 \text{ H}_2\text{O}} * \frac{7 \text{ mol NaHCO}_3}{3 \text{ mol Ca(H}_2\text{PO}_4)_2 \text{ H}_2\text{O}} \\ * \frac{84 \text{ g NaHCO}_3}{1 \text{ mol NaHCO}_3} = 11.1120 \text{ g NaHCO}_3$$

Se estima la cantidad de bicarbonato de sodio total para neutralizar 14.2903 % de Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> H<sub>2</sub>O y 23.5397 % NaAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> .

$$\mathbf{Bicarbonato \text{ total} = 24.5124 \text{ g NaHCO}_3 + 11.1120 \text{ g NaHCO}_3 = 35.6244 \text{ g NaHCO}_3}$$

### ★ Tratamiento estadístico de los datos de la prueba triangular.

Ejemplo de cálculo para la formulación 2:

$$\chi^2 = \frac{(|x_1 - np| - 0.5)^2}{np(1-p)}$$

$$\chi^2_{(\text{Calculada})} = \frac{(|22 - (38 \times 0.33)| - 0.5)^2}{(38 \times 0.33)(1 - 0.33)} = \frac{80.2816}{8.4018} = 9.55$$

$$\chi^2_{(\text{Calculada})} = 9.55 \quad \chi^2_{(\text{Tablas})} = 19$$

## 8 . B I B L I O G R A F Í A

1. Anzaldúa, M. A., 1994. La evaluación sensorial de los alimentos en la teoría y la práctica. Zaragoza, Acribia, pp. 67, 78-81.
2. Arias, J. L., Fernández, M. S., 1991. The fabrication and collagenous substructure of the egg shell membrane in the isthmus of the hen oviduct. *Matrix*, 11, pp. 313-320.
3. Brumblay, R. U., 1975. Análisis cuantitativo. México. Continental, pp. 180-185.
4. Cameán, V. MA., Repetto, M., 2006. Toxicología alimentaria. México, Díaz de Santos, pp. 86-93.
5. Casanueva, E., 2001. Nutriología médica. 2ª ed. México, Médica Panamericana, pp. 598-599.
6. Castellán, W. G., 1987. Fisicoquímica. 2ª ed. México, Pearson educación, pp. 718, 738-742.
7. Castillo, H, M., 1996. Explotación de roca caliza y fabricación de agregados pétreos en trituradora de piedra Hoajajutla. Tesis de licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México.
8. Chairman, J. H., 1983. Ecología microbiana de los alimentos. Vol. 2. Zaragoza, Acribia, pp. 526-571.
9. Charley, H., 1987. Tecnología de los alimentos. Procesos químicos y físicos en la preparación de alimentos. México, Limusa, pp. 236-248.
10. Coultate, T. P., 2000. Alimentos química de sus componentes. Zaragoza, Acribia, pp. 94-99.



11. Curiel, L. R., 1998. Uso de cascarón de huevo en la síntesis de hidroxiapatita. Tesis de licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México.
12. Dueñas, G. C., Navarrete, L. A., 2000. Tecnología de productos Horneados (nivel microindustrial). México, IPN, pp. 26-30 43-52.
13. Fennema, R. O., 1993. Química de los alimentos. 2ª ed. Zaragoza, Acribia, pp. 745, 761-765, 911-916.
14. Flores, M. G., 2012. Pan dulce mexicano. Secretos de la panadería casera. 7. [1]. pp. 4, 25.
15. Francis, J. F., 2000. Encyclopedia of food science and technology. 2ª ed. Vol. 1. New York, J. Wiley, pp. 133-145.
16. Fritz, J. S., 1924. Química analítica cuantitativa. 3<sup>th</sup> ed. México, Limusa, pp. 82-83 114-115, 226-231, 277-283.
17. Gerhardt, U., 1980. Aditivos e ingredientes en productos cárnicos. Zaragoza, Acribia, pp. 37-46.
18. Herrera, E., 1993 Bioquímica aspectos estructurares y vías metabólicas. Vol. 2. México, Interamericana McGraw-Hill, pp. 406-407.
19. Hui, Y.H., 2006. Ciencia y tecnología de carnes. México, Limusa, pp. 89-99, 230-233.
20. Jacobs, B. M., 1973. The chemical analysis of foods and food products 3<sup>th</sup> ed. New York, Van Nostrand Reinhold, pp. 773-776.
21. James, C. S., 1995. Analytical chemistry of foods. Londres. Blackie Academic & Professional, pp. 75, 82-89.
22. Márquez, S, M., A., 1985. Estudio bromatológico del cascarón de huevo como fuente potencial de calcio para animales domésticos. Tesis de Licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México.

23. Matz, S. 1992. Bakery technology and Engineering. 3<sup>th</sup> ed. New York, Van Nostrand Reinhold, pp. 64-73.
24. Mendoza, E., Calvo, M., 2011. Bromatología: composición y propiedades de los alimentos. México, Interamericana McGraw-Hill, pp. 129-141.
25. Nielsen, S. S., 2007. Análisis de los alimentos: manual de laboratorio. Zaragoza. Acribia, pp. 133-141.
26. Ordóñez, J. A., 1998. Tecnología de los alimentos: alimentos de origen. Vol. 2. Madrid, Síntesis S.A, pp. 354-361.
27. Pedrero, D., Pangborn, R.M., 1989. Evaluación sensorial de los alimentos. Métodos analíticos. México, Alhambra, pp. 73-78, 123-125.
28. Piñera, B. S., 2007. Cementos óseos obtenidos a partir de fosfatos de calcio y quitosan. Tesis de maestría. Universidad Nacional Autónoma de México.
29. Quaglia, G., 1991 Ciencia y tecnología de la panificación. 1991. Zaragoza, Acribia, pp. 220-225, 241-242, 329-337.
30. Ranken, M. D., 1993. Manual de industrias de los alimentos. 2<sup>a</sup> ed. Zaragoza, Acribia, pp. 21-30.
31. Rodríguez, S. L. 1966. Estudio técnico económico para la fabricación de fosfatos de calcio grado alimenticio en México. Tesis de licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México.
32. Secretaria de Salud Pública. 2004. Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. 8<sup>a</sup> ed. pp. 705-710.

33. Silva, M., Barbosa, J., 2002. Cap. 4: Valoraciones ácido-base. pp. 128-190. Cap. 6: Valoración de formación de complejos. pp. 220-248. Cap. 7: Gravimetrías 298-314 En: Equilibrios iónicos y sus aplicaciones analíticas. Madrid, Sintesis D.L.
34. Stanley, C., Young, L., 2002. Fabricación de pan. Zaragoza, Acribia, pp. 21-45, 63-67, 79-81, 317-323.
35. Stauffer, C., 1990. Functional additives for bakery foods. New York, Van. N. R, pp. 189-221.
36. Stone, H., Silde. J.L., Sidel J. L., 1993. Sensory evaluation practices. 2ª ed. California, Academic Press. pp. 84, 117, 150.
37. Valle, V. P., Lucas, F. B., 200. Toxicología de alimentos. México, Instituto Nacional de Salud Pública, Centro Nacional de Salud Ambiental, pp. 166-167.
38. Walton, H. F., Reyes, J., 1964. Principios y métodos de análisis químicos. México, Reverté Mexicana, pp. 83-83.
39. Walton, H. F., Reyes, J., 1983. Análisis químico e instrumental moderno. Barcelona, Reverté, pp. 186-187.

#### ARCHIVOS DISPONIBLES EN INTERNET:

40. Barroeta, A., ND. Manual de avicultura, breve manual de aproximación a la empresa avícola para estudiantes de veterinaria. [En línea]

Disponible en:

[http://www.uclm.es/profesorado/produccionanimal/ProduccionAnimalIII/GUIA%20AVICULTURA\\_castella.pdf](http://www.uclm.es/profesorado/produccionanimal/ProduccionAnimalIII/GUIA%20AVICULTURA_castella.pdf) [Último acceso el 29 de mayo de 2013]

41. Carrasquero, A., Adams, M., 1995. Estudio del complejo amarillo vanadomolibdofosfórico para el análisis de fósforo en suelos. *Venesuelos*, 3 [2] pp. 83-89. [En línea]

Disponible en:

<http://www.venesuelos.org.ve/index.php/venesuelos/article/view/33/33> [Último acceso el 29 de mayo de 2013]

42. Departamento de Química, Facultad de Ciencias Exactas de la Universidad Nacional de La Plata. *Métodos gravimétricos*. Buenos Aires. [En línea] (Actualizado al 27 de Diciembre de 2011 11:26)

Disponible en: <http://catedras.quimica.unlp.edu.ar/qa/Capitulo%209%20-%20Gravimetria.pdf>

43. Fernández, A. E., 1996. Obtención y caracterización de nuevos cementos óseos de fosfatos de calcio en el sistema  $CaHPO_4 - \alpha - Ca_3(PO_4)_2$ . Barcelona. [En línea] Disponible en: <http://www.tdx.cat/handle/10803/6056>

[Último acceso el 18 de julio de 2013]

44. Fernández, M., Arias, J., 2000. La cáscara del huevo: Un modelo de biomineralización *Monografías de Medicina Veterinaria*, 20 [2]. [En línea]

Disponible en:

<http://www.monografiasveterinaria.uchile.cl/index.php/MMV/article/viewArticle/5017/491> [Último acceso el 29 de mayo de 2013]

45. Guerrero, C., 2001. Rocas calizas: Formación, ciclo del carbonato, propiedades, aplicaciones, distribución y perspectivas en la Mixteca Oaxaqueña. *Temas de ciencia y tecnología*, 5 [14], pp. 3-14 [En línea]

Disponible en: <http://www.utm.mx/temas/temas-docs/ensayo1t14R.pdf> [Último acceso el 14 de abril de 2013]

46. Hernández, Ma. A. H., 2009. Estudios de precipitación de  $\text{CaCO}_3$  como herramienta para entender los procesos de biomineralización, usando como modelo biológico la cáscara de huevo de gallina. Tesis de Doctorado. Universidad de Granada, Granada. [En línea].  
Disponible en: <http://digibug.ugr.es/bitstream/10481/2215/1/17928138.pdf> [Último acceso el 19 de Febrero de 2013]
47. Organización Mundial de la salud (OMG), 2006. Guidelines on food fortification with micronutrients. pp. 131-132. [En línea]  
Disponible en: [http://whqlibdoc.who.int/publications/2006/9241594012\\_eng.pdf](http://whqlibdoc.who.int/publications/2006/9241594012_eng.pdf) [Último acceso el 15 de mayo de 2013]
48. Servicio Nacional de Sanidad Inocuidad y Calidad Agroalimentaria (SENASICA), Secretaria de Agricultura Ganadería Desarrollo Social Pesca y Alimentación (SAGARPA), 2009. Manual de Buenas Prácticas Pecuarias para la Producción de Huevo para Plato. [En línea] (Actualizado al 3 de Diciembre de 2012 10:54:53)  
Disponible en: <http://www.senasica.gob.mx/?id=718> [Último acceso el 2 de mayo de 2013]
49. Valdés, F. M., 2007. La cáscara del huevo: ¿desecho o valor agregado para la salud humana y la producción avícola? una experiencia cubana. En: seminario internacional sobre nutrición del huevo, Instituto Latinoamericano del huevo, la Habana. [En línea]  
Disponible en:  
<http://www.fao.org/docs/eims/upload/cuba/5393/CONFERENCIA%20INVESTIGACION%20Y%20APLIC.%20CASCARA%20DE%20HUEVO-2.pdf> [Último acceso el 11 de mayo de 2013]

PÁGINAS WEB:

[http://www.obras.df.gob.mx/?page\\_id=85](http://www.obras.df.gob.mx/?page_id=85)

<http://faostat.fao.org/DesktopDefault.aspx?PageID=339&lang=es>

[http://www.siap.gob.mx/index.php?option=com\\_wrapper&view=wrapper&Itemid=367](http://www.siap.gob.mx/index.php?option=com_wrapper&view=wrapper&Itemid=367)

<http://www.economia-noms.gob.mx/noms/inicio.do>

<http://faostat.fao.org/site/339/default.aspx>

<http://www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfcfr/cfrsearch.cfm>

<http://www.codexalimentarius.org/>

<http://www.salud.gob.mx/unidades/cdi/nom/compi/rcsps.html>

[http://www.revicubalimentanut.sld.cu/Vol\\_19\\_1\\_Suplemento/Ponencia%20Jesus%20Valdes.pdf](http://www.revicubalimentanut.sld.cu/Vol_19_1_Suplemento/Ponencia%20Jesus%20Valdes.pdf)

<http://www.cofepris.gob.mx/MJ/Paginas/Reglamentos.aspx>

[http://www.huevo.org.es/el\\_huevo\\_estructura.asp](http://www.huevo.org.es/el_huevo_estructura.asp)