



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Química

ANALISIS DE AGENTES ADULTERANTES
EN LA LECHE.

M O N O G R A F I A
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A :
ATILANO SAN ANDRES WONG



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

LAS TESIS 1979

DE M. T. ~~316~~

FECHA 319

PROF. _____



Jurado asignado originalmente según el tema:

PRESIDENTE: PROF. CARLOS ROMO M.

VOCAL: PROF. JORGE CAMPOS R.

SECRETARIO: PROF. PEDRO VILLANUEVA G.

1er. SUPLENTE: PROF. ROBERTO CONTRERAS R.

2do. SUPLENTE: PROF. BENJAMIN ORTIZ M.

Sitio donde se desarrolló el tema:

BIBLIOTECA DE LA FACULTAD DE QUIMICA UNAM Y
EN COMPAÑIA NESTLE.

Nombre y firma del sustentante:

ATILANO SAN ANDRES WONG.

Nombre y firma del asesor del tema:

PROF. CARLOS ROMO MEDRANO.

I N D I C E

Página

CAPITULO I	
Introducción.	1
CAPITULO II	
Generalidades.	3
1).- Formación de la leche.	4
2).- Composición de la leche.	5
3).- Adulteración de la leche.	6
CAPITULO III	
Técnicas.	10
1).- Determinación de limpieza de la leche.	11
2).- Determinación del contenido de agua de la leche por medio del índice de refracción.	13
3).- Determinación del punto de congelación de la leche.	16
4).- Determinación de cocción.	23
5).- Determinación de los agentes neutralizantes.	24
6).- Ensayo al alizarol.	27
7).- Ensayo al alcohol.	31
8).- Determinación de los cloruros.	34
9).- Determinación de la sacarosa.	38
10).- Determinación de la harina.	40
11).- Determinación de suero.	42
12).- Determinación de la leche de cabra.	46
13).- Investigación de la leche calentada.	48
14).- Determinación del formaldehído.	54
15).- Determinación del hipoclorito.	61
16).- Determinación del ácido bórico.	63
17).- Determinación de las sales de amonio cuaternario.	66

18).- Determinación del bicromato.	70
CAPITULO IV Conclusiones.	72
CAPITULO V Bibliografía.	75

CAPITULO I

INTRODUCCION.

Durante mucho tiempo la leche ha sido uno de los alimentos más importantes con que ha contado la humanidad. Por esta razón tal vez ha sido que se ha escrito tanto acerca de ella. Es la leche un alimento importante de la dieta del hombre y lo ha sido durante mucho tiempo. Todos los mamíferos producen leche después del parto y el hombre ha usado esa leche para su propia alimentación, siendo la vaca el más importante de todos los animales para proveer al hombre de alimento.

Por muchas generaciones numerosas familias eran dueñas de su propia vaca que las dotaba de leche fresca, sin embargo con el crecimiento de las ciudades y la aparición de especialidades se desarrolló la industria lechera.

Los gobiernos y las industrias lecheras han desarrollado métodos para checar la pureza de la leche química y bacteriológicamente.

En el presente trabajo se han seleccionado los métodos más rápidos y sencillos para determinar los agentes adulterantes más comúnmente usados en la leche cruda. Además en la selección de los artículos se trató de que no se hiciera uso de material y equipo de laboratorio muy costoso por lo que se puede tomar como un auxiliar en las fabricas en que la materia prima es la leche cruda.

CAPITULO II

GENERALIDADES.

Formación de la leche.

La producción de leche por la glándula mamaria de cualquier mamífero femenino depende de tres fases: (a) el desarrollo de la glándula mamaria, - (b) secreción de la leche, y (c) el llenado de la glándula. Después de la concepción y la implanta--ción del embrión dentro de la pared uterina, empieza una serie de cambios en la glándula mamaria, estas sufren la influencia de hormonas elaboradas - por el ovario y el cuerpo lúteo. Las glándulas mamarias empiezan a proliferar, el epitelio de los - lóbulos se incrementará rápidamente y las células-secretorias se desarrollan. Hacia el final de la - gestación estas glándulas empiezan a formar una secreción. Cuando el parto ocurre, la influencia de las hormonas placentales desaparece de la pituitaria permitiéndole formar a otra hormona, la prolactina, que causa la secreción en las glándulas marias ya preparadas.

La primer secreción de las glándulas difiere de la leche y es llamada calostro, este es un - fluido relativamente espeso durante los primeros - días posteriores al parto, que gradualmente cambia de apariencia y composición hasta llegar a la leche natural permaneciendo su composición relativamente constante. Si la leche es sacada de la ubre-regularmente la producción permanece por algunos--meses, si no es removida la producción cesa y la - ubre regresa al estado anterior a la preñez.

Composición de la leche.

La leche es una mezcla compleja de lípidos, carbohidratos, proteínas, y muchos otros compuestos orgánicos y de sales orgánicas disueltas o dispersas en agua. Algunos de esos compuestos tales - como los carbohidratos, la lactosa, y muchas de las sales y vitaminas son solubles en agua. Otros tales como los lípidos, proteínas y el fosfato dicálcico están dispersados en el agua en estado coloidal o cercano al coloidal.

Los lípidos están formados principalmente - por grasas sin embargo hay también pequeñas cantidades de fosfolípidos, esteroides, vitaminas A y D - solubles en grasa y carotenos. Las proteínas son numerosas y están clasificadas tradicionalmente en las siguientes fracciones que no son proteínas puras: (1) caseína precipitada por ácidos, (2) lactalbúmina, y (3) lactoglobulina precipitada por calentamiento. El carbohidrato de la leche de vaca u otra especie es la lactosa que es el único carbohidrato presente. La ceniza de la leche tiene todos los minerales que en ella aparecen pero no necesariamente en la misma forma, las sales no son solamente las de los ácidos inorgánicos sino también de algunos orgánicos tal como el ácido cítrico. Parte de los fosfatos están como fosfoproteínas y fosfolípidos parte combinados con calcio. El fosfato de calcio está dispersado coloidalmente en el agua debido a su baja solubilidad, además la leche contiene sodio, potasio, y magnesio, así como pequeñas cantidades de cobre, hierro, zinc, manganeso, aluminio y yodo. El Azufre está presente en algunos de los Aminoácidos de las Proteínas.

Las leches contienen un buen número de enzimas, algunas de ellas aparentemente secretadas en la leche y otras formadas por los microorganismos que en ella habitan, tales enzimas son la amilasa, la lipasa, la triptasa, la peroxidasa, la catalasa, la reductasa, la galactasa, la lactasa y la aldehidasa. Algunas de las anteriores enzimas son destruidas o reducidas en la pasteurización y pruebas de su presencia o nivel pueden ser usadas para saber que tan efectiva a sido la pasterización.

Adulteración de la leche.

En 1856 se aprobó en Massachusetts USA una legislatura que prohibía la adulteración de la leche. Esta fué la primer reglamentación que se hacía a la leche en todo el continente. La regla más común en todos los países es la que se apoya en el hecho de que el distribuidor de la leche es el responsable de la adulteración del producto aún cuando conozca o desconozca la anterior situación. De ahí se ha derivado una serie de leyes que prohíben el uso de preservativos dañinos o no a la salud humana pero que promuevan el fraude o que imposibilititen el uso de la leche para posteriores productos.

La forma más común de la leche adulterada - ha sido añadiéndole agua. La adición de agua hace que baje el porcentaje de todos los componentes, - pero si la cantidad añadida es pequeña puede simplemente reducirlos a los límites más bajos del - rango de composición. La grasa presenta mucha variación como porcentaje de la leche consecuentemente la determinación de sólidos no grasos se usa - frecuentemente como un índice de aguado de la leche. El rango de sólidos no grasos es de 7.5 a - - 10.6% pero si el valor de una muestra de leche es cercano al valor más bajo del anterior, esto nos - va a despertar una sospecha de leche adulterada.

Uno de los datos más confiables de la leche es su punto de solidificación. La presencia de sustancias disueltas, abaten el punto de solidificación por abajo de 0°C. La leche pura solidifica entre -0.530 y -0.566°C, la leche adulterada con - - agua tiene un valor muy cercano a 0°C. Aquí tam- -

bién el rango de valores no debe presentar una - - gran diferencia ya que resultaría sospechosa la leche, pero una pequeña cantidad de agua mantendría a la leche alrededor de su rango normal.

Los preservativos en la leche son prohibi-- dos por ley. La leche debe ser guardada y manteni-- da en condiciones frescas por el uso de procedi-- mientos higiénicos o sea que, debe estar refrigera da y contenida en recipientes limpios. Hace ya - - tiempo los preservativos fueron comúnmente usados para alargar el tiempo durante el cual la leche pu diera ser vendida. El formaldehido tiene la propie dad de preservar la leche igual que el ácido bóri-- co, el hipoclorito de sodio, el bicromato de pota-- sio, etc. Se han hecho ilegales ya que estos pue-- den interferir en la producción de otros productos tales como el yogurth, el queso, etc. ocasionando fuertes pérdidas en la industria lechera.

La leche se puede adulterar accidentalmente por el uso de productos químicos para controlar in sectos en la agricultura, ya que pueden ir como - contaminantes del forraje que se usará en la ali-- mentación de las vacas y por el uso de desinfectan tes en la higiene del equipó que se necesita en la industria lechera.

La presencia de desinfectantes en la leche suprime el crecimiento bacteriano. El conteo de - bacterias se usa como un indicador de la calidad - sanitaria de la leche, entonces los residuos de de sinfectantes pueden ser usados para disimilar prac ticas poco higiénicas en la producción de la leche, se puede tomar como ejemplo el caso de las sales -

de amonio cuaternario residuales estas afectan el crecimiento bacteriano que se desea que ocurra en la producción de queso.

En los últimos años se han usado considerables cantidades de antibióticos para el tratamiento de enfermedades animales como la mastitis en primer lugar. Cuando tales tratamientos son hechos, se supone que la leche del animal tratado no debe ser usada para el consumo del ser humano hasta pasadas 72 horas después del último tratamiento. Si tal leche se agrega a la de vacas que no han sido tratadas, el antibiótico residual puede ser detectado en todo el lote de leche. Esos antibióticos pueden llegar a la leche directamente como en los tratamientos intermamarios de la mastitis o indirectamente a través de la corriente sanguínea de un animal que ha sido inyectado intravenosamente con algún antibiótico para alguna condición patológica. Este antibiótico residual al ser ingerido por una persona hipersensible como por ejemplo a la penicilina puede afectar la salud de quien lo ingiere.

CAPITULO III

TECNICAS.

Determinación de limpieza (1, 2).

1.- Objetivo.

Detectar las impurezas presentes en la leche.

2.- Principio.

Filtración de una cantidad determinada de leche a través de un filtro de algodón. Estimación de las impurezas retenidas mediante estándares.

3.- Material.

- Botella Gerber Z1300b ó Z 200, o aparato semejante.
- Filtro de algodón, de un diámetro de 30 mm.

4.- Procedimiento.

- Introducir un filtro de algodón de un diámetro de 30 mm. en el aparato (botella Gerber o aparato semejante).
- Filtrar 0.5 litros de leche a examinar.
- Comparar el residuo hallado en el filtro con los estándares.

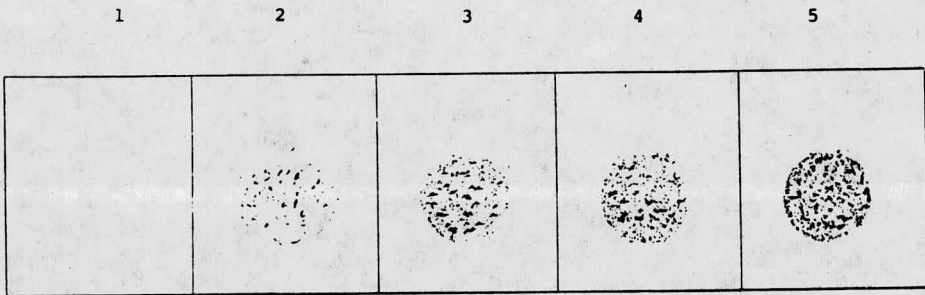


Fig. 1

Se muestran cinco filtros de algodón que se han tomado como estandares. De izquierda a derecha se va del más limpio al más sucio después de haber se efectuado la prueba.

- 1 Muy bueno.
- 2 Bueno.
- 3 Regular.
- 4 Sucio.
- 5 Muy sucio.

Determinación del agua por medio del índice de refracción. (3, 4).

1.- Objetivo.

Estimación del aguado de la leche fresca.

2.- Principio.

Precipitación de las proteínas de la leche con una solución de sulfato de cobre. Medida del índice de refracción del suero filtrado.

3.- Reactivo a preparar.

- Solución de sulfato de cobre de un contenido de 72.5 g/l. Esta solución se sujeta a un índice de refracción $n_D^{20} = 1.3412$ que es obtenido ajustando con agua destilada.

4.- Material y Reactivos.

- Refractometro ZEISS según Abbé, modelo A, o aparato similar, con prisma de medida montado para índices de refracción n_D^{20} 1.17 a 1.56 y °Brix de 0 a 95.
- Baño termostatzado a 20°C para circulación de agua en el refractómetro.
- Balanza analítica, precisión 0.1 mg.
- Matraz aforado, de 1000 ml.
- Pipetas aforadas de 10 ml.
- Pipetas graduadas de 10 ml.
- Tubos de ensayo.

- Varilla de vidrio, 4 mm de diam.
- Sulfato de cobre (II) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) p. anal.

5.- Procedimiento.

- Introducir en un tubo de ensayo 2.5 ml de la solución de sulfato de cobre a 20°C , y añadir 10 ml de la leche a examinar, igualmente a 20°C .
- Tapar el tubo y agitar unas 20 veces en 5 segs.- Filtrar inmediatamente sobre un filtro plegado.- El suero debe ser claro, o eventualmente ligeramente opalescente, pero sin contener precipitado.
- Utilizar para la medida del índice de refracción un aparato ZEISS del tipo Abbé o en modelo semejante.

6.- Interpretación de los resultados.

El índice de refracción y los grados Brix varían según un cierto número de factores, como la raza del ganado, la estación, etc. Por tanto, es necesario determinar el índice de refracción de un caso a otro sobre una leche normal (no adulterada).

Medidas efectuadas en el laboratorio han dado valores de refracción de 1.3420 a 1.3425, a 20° , que corresponden a entre 6.2 y 6.5° Brix. La influencia media del aguado de la leche es la siguiente:

% de Agua Agregada	Índice de refracción
0	1.3423 = 6.41° Brix
5	1.3419 = 6.13 "
10	1.3415 = 5.86 "
15	1.3411 = 5.57 "

20 1.3407 = 5.30° Brix

25 1.3403 = 5.03 "

lo que significa que por 5% de aguado la diferencia de índice de refracción es de aproximadamente 0.0004 y de aproximadamente 0.28° Brix.

7.- Notas.

Para no obtener un suero turbio en el momento de la preparación, es importante filtrar inmediatamente después de la agitación. No obstante es posible esperar unos minutos entre la adición de la leche al sulfato de cobre y la agitación.

8.- Reproducibilidad del Método.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista no debe exceder $0.0002n_D^{20}$.

Determinación del punto de congelación de la leche. (5)

1.- Objetivo.

Poner de manifiesto la presencia de agua añadida y estimar su cantidad.

2.- Principio.

Determinar el punto de congelación de la leche fresca en el crioscopio mediante un termómetro de precisión.

El punto de congelación se acerca a 0°C -- cuando aumenta el contenido en agua añadida.

3.- Material y Reactivos

- Crioscopio Gerber Z 1010, con una cuba, dos agitadores, tubos para leche de 210 mm de longitud, con una marca de 70 mm al fondo, una tapadera de metal y un tapón de goma.

También se puede utilizar el aparato Gerber con un pequeño motor incorporado para el agitador, modelo S 1114 b o un aparato semejante eventualmente automatizado.

- Termómetro de control para la solución refrigerante de -10 a $+50^{\circ}\text{C}$, graduado de grado en grado.
- Termómetro de precisión de $+1$ a -1°C , graduado $1/100$ de $^{\circ}\text{C}$.
- Lupa.
- Urea pr. anal. NH_2CONH_2 .

- Cloruro de sodio. La calidad técnica es suficiente se puede usar igualmente sal de cocina.
- Hielo molido o dividido en pequeños pedazos.

4.- Procedimiento.

- Llenar a los $\frac{2}{3}$ de altura del recipiente exterior del crioscopio con hielo molido y añadir 2- a 3 puñados de sal de cocina, completando seguidamente con agua fresca hasta que el líquido llegue a 3 ó 4 cm del borde.
- Introducir el agitador anular grande en el recipiente y cubrir con la tapa, poner el termómetro de control en el baño refrigerante y agitar la solución. Verificar que la temperatura descienda hasta -3 ó -5° y que la solución se mantenga a esta temperatura durante la determinación. Se puede ajustar la temperatura por variación de las proporciones de hielo y de sal.
- Preparar 3 tubos de vidrio limpios y secos, verter en el primer tubo hasta la marca, a 70 mm del fondo, agua destilada recientemente hervida, en el segundo la solución de urea y en el tercero, la leche a examinar.
- Poner en el primer tubo el agitador anular pequeño, el tapón de goma y el termómetro de precisión y el todo en el orificio central de la tapa.
- Remover de vez en cuando la mezcla refrigerante con el agitador grande. El agitador introducido en el tubo debe ser movido verticalmente a un ritmo de 2 veces por segundo, durante toda la duración de la determinación. Observar el termómetro de precisión a intervalos regulares.

- Cuando la temperatura haya descendido a 0.5° - - aproximadamente por debajo del punto de congelación esperado añadir un trozo muy pequeño de hielo y continuar la agitación hasta que la temperatura comience a subir. Interrumpir la agitación y observar la columna de mercurio del termómetro.
- Tan pronto disminuya la velocidad de ascenso de la columna de mercurio, golpear suavemente el termómetro hasta que el menisco del mercurio quede estable por lo menos durante un minuto.
- Leer la temperatura con ayuda de una lupa y estimando hasta $1/1000$ de grado.
- Proceder del mismo modo con la solución de urea y con la leche a examinar.
- Los valores hallados deberan ser:
 0°C para el agua, a la urea le corresponde un valor teórico de -0.550°C .

5.- Notas.

El valor del punto de congelación de la leche puede variar ligeramente no solo de una región a otra, sino también que la muestra media provenga de una mezcla de leches en gran volumen, o de un solo animal. Si para suiza se puede considerar que el punto de congelación de una leche normal es de -0.55°C , la mayoría de los autores estan, sin embargo, de acuerdo en emplear en los cálculos un punto de -0.54°C para las mezclas de leche y - - - -0.53°C para la leche de un solo animal. De ahí la necesidad, cuando se utilice este método, de conocer sea el valor medio para cada región determinada, sea el valor individual determinado por toma -

de muestras en los establos.

- Los tubos deben tener el mismo diámetro.
- La distancia entre el fondo del tubo y el extremo inferior del termómetro debe ser de 1 cm aproximadamente y permanecer constante durante toda la serie de medidas.
- El termómetro de precisión debe conservarse en posición vertical. Entre las medidas de una serie, mantener frío el termómetro a fin de que se eviten las variaciones del punto cero.
- La leche vertida en el tubo no debe servir más que a una sola medida.
- La presencia de agentes conservadores y la acidez de la leche pueden ejercer una influencia sobre el punto de congelación de la leche (descenso).

6.- Cálculo y expresión de los resultados.

Punto de congelación de la solución de urea = A-B

Factor de corrección del termómetro = $\frac{0.550}{A-B}$

Punto de congelación de la muestra = (A-C) $\frac{0.550}{A-B}$

donde:

A = lectura para el agua destilada

B = lectura para la solución de urea

C = lectura para la leche examinada

Calculo del porcentaje de agua añadida:

$$\% \text{ de agua añadida} = \frac{100 \times (D-E)}{D}$$

donde:

- D = punto de congelación de una muestra media del establo o de la región (si se carece de este valor, utilizar el valor medio de -0.54°C).
- E = punto de congelación de la leche examinada.

También puede obtenerse este resultado mediante el gráfico que se da en el capítulo siguiente. Los resultados se deben expresar en tanto por ciento con una cifra decimal.

6.- Reproducibilidad del método.

La diferencia entre el resultado de dos determinaciones efectuadas rápidamente una después de otra no debe exceder 0.005°C .

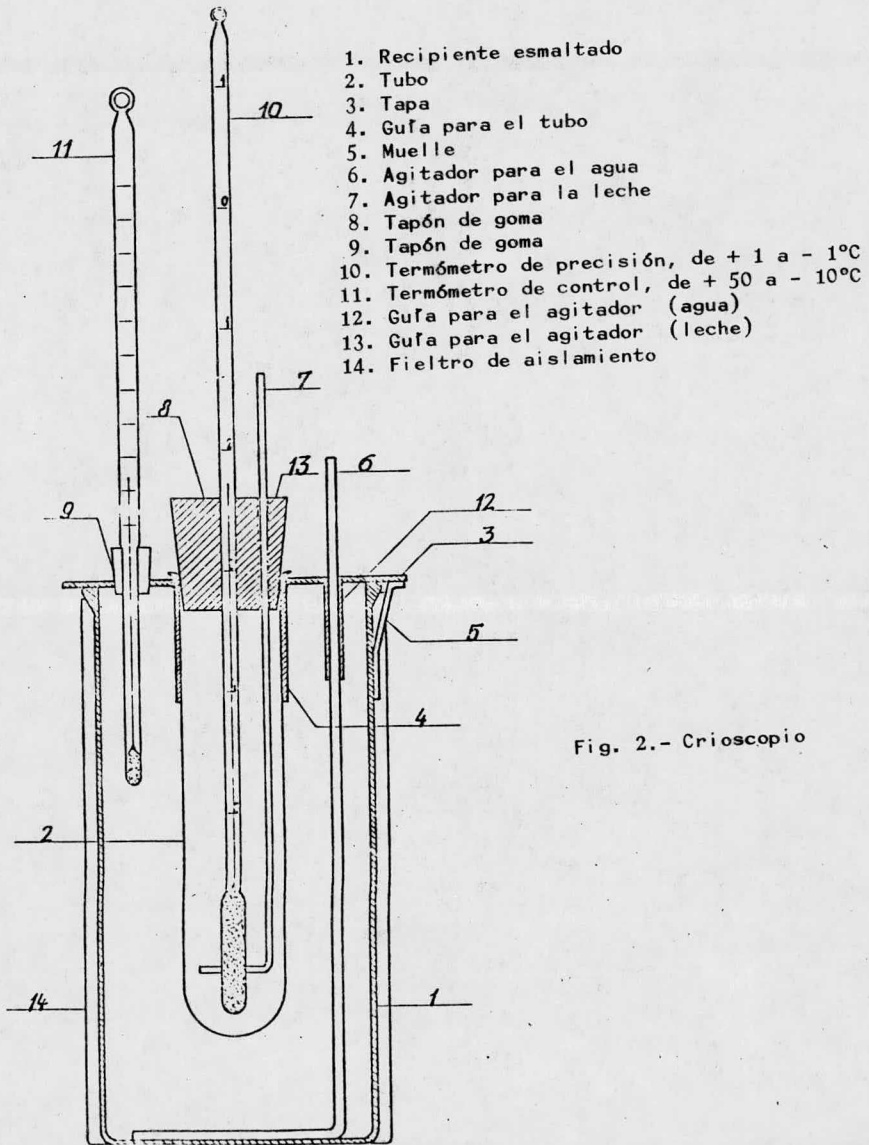
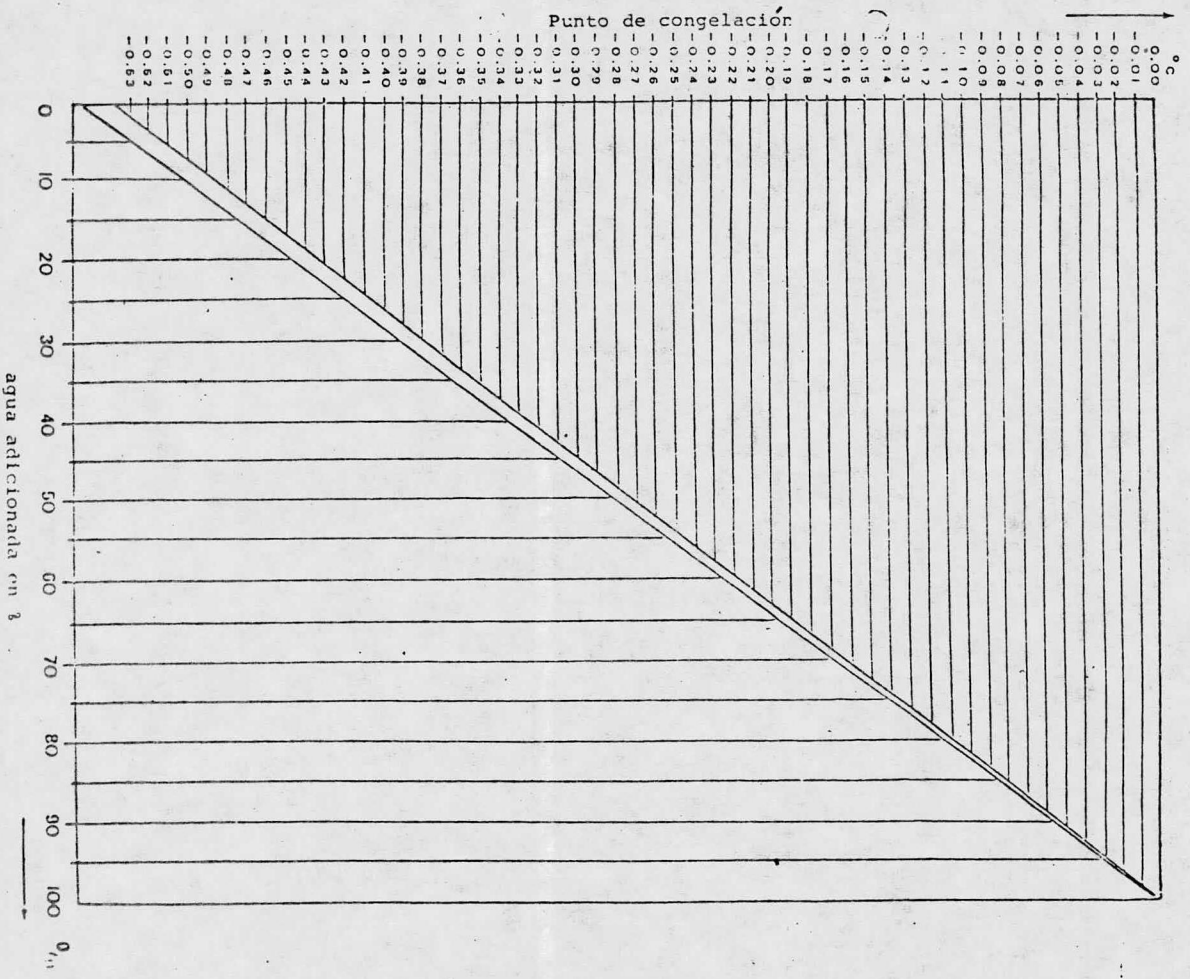


Fig. 2.- Crioscopio



Determinación de coacción. (6).

1.- Objetivo

Descubrir las leches cuya acidificación -- avanzada no permite un tratamiento térmico ulte-- rior.

2.- Principio.

Calentamiento de la leche a ebullición.

3.- Material.

- Mechero Bunsen.
- Pinzas.
- Tubos de ensayo.

4.- Procedimiento.

Verter en un tubo de ensayo de 3 a 5 ml de leche y calentar a ebullición sobre una llama de Bunsen o una lámpara de alcohol.

5.- Interpretación de los resultados.

La leche que coagula durante el calentamiento manifiesta una acidificación avanzada.

Determinación de los agentes neutralizantes. (7, 8, 9, 10, 11, 12)

1.- Objetivo.

Investigar en la leche cruda trazas de una adición de agentes neutralizantes tales como carbonatos, bicarbonatos o hidróxidos de metales alcalinos y alcalinoterreos para neutralizar la leche.

2.- Principio.

Valoración con ácido clorhídrico hasta pH - 2.7.

3.- Material y Reactivos.

- Cronómetro,
- Matraz aforado de 1000 ml,
- Medidor de pH,
- Pipetas aforadas de 50 ml,
- Termómetro de 0 a 50°C,
- Vasos de 100 ml,
- Unidad de valoración con agitador magnético.
- Acido clorhídrico 0.25 N.
- Soluciones tampón (titrisol de pH 3.0 y 7.0).

4.- Procedimiento.

- Calibrar el medidor de pH a un valor cercano de 2.7
- En vaso de 100 ml que contiene una barra magnética, añadir exactamente 50 ml de leche a 20°.

- Añadir en 1. 5 min aproximadamente 18 ml de ácido clorhídrico sin mucha agitación.
- Continuar con la adición de ácido clorhídrico gota a gota hasta que se logre un pH 2.7 de manera que se efectue esta operación en un intervalo de 2 a 3 min.

5.- Notas.

El poder tampon de la leche expresado en cantidad de HCl diluido necesaria para llevar a un pH de 2.7 una cantidad definida de leche, es prácticamente constante independientemente de la acidez inicial de la leche considerada y con mayor motivo cuando se trate de una leche mezclada.

6.- Calculo y expresión de los resultados.

Se calcula el grado de alcalinidad que corresponde al volumen del ácido clorhídrico 0.25N necesario para llevar a un pH 2.7 una cantidad de 25 ml de leche.

$$GA = \frac{\text{volumen HCl 0.25N para 50 ml de leche} \times f}{2}$$

GA = Grado de alcalinidad.

f = Factor de la solución HCl.

Los resultados se expresan con una cifra decimal.

7.- Interpretación de los resultados.

El grado de alcalinidad de una mezcla de leches se situa entre 10 y 10.2, para las leches individuales se puede obtener resultados de 9.2 a 11.2

Una adición de 0.021 gr de bicarbonato de sodio a 25 ml de leche, aumenta el grado de alcalinidad en una unidad.

Un exceso de 4 grados de alcalinidad corresponde a la neutralización de un °SH. El calentamiento de la leche o su conservación con formaldehído no influyen en el resultado.

Si se sospecha una neutralización, se puede complementar la investigación por una determinación de la cal.

8.- Reproducibilidad del método.

Según Kiermeir la desviación máxima permitida en la valoración es de ± 0.1 grado.

Ensayo al alizarol. (13)

1.- Objetivo.

Apreciar el estado de conservación de la leche y determinar su grado de acidez.

2.- Principio.

Adición de una mezcla de colorante y de alcohol en la leche. Determinación de la acidez mediante los estándares para comparación del color y basandose en la coagulación observada.

3.- Reactivo a preparar.

Solución de 0.45 g de alizarina pura en 1 litro de alcohol etílico al 68% en peso. Es necesario adaptar la concentración del alcohol según las fabricas y las estaciones del año.

Neutralizar el alcohol con una solución de NaOH, utilizando fenoftaleina como indicador. A fin de evitar una dilución excesiva del alcohol, neutralizarlo con una solución concentrada de NaOH.

Cuando se mezcla la solución así preparada con leche de grados de acidez conocidos, los colores producidos deben corresponder a los colores estandar de la escala anexa. Sin embargo, si los tonos son más claros o más oscuros (calidad de la alizarina), convendra aumentar o disminuir la concentración de la solución de alizarina.

Existen en el mercado un cierto número de soluciones de alizarol listas para uso, pero su inconveniente mayor es que la concentración del alco

hol utilizado es fija y no corresponde en la mayoría de los casos a la que se usó para preparar la escala anexa.

4.- Material y reactivos.

- Aparato automático Neurex o Rex, para la distribución automática de 2 ml de alizarol y 2 ml de leche.
- Areómetro para el alcohol (alcoholímetro) 0-100% con termómetro.
- Probeta graduada de 500 ml.
- Embudo de vidrio.
- Tubos de ensayo.
- Pipeta automática para 2 ml.
- Alcohol etílico puro preferentemente no desnaturalizado, de aproximadamente 95% v/v. El alcohol etílico desnaturalizado con alcohol metílico pue de usarse igualmente.
- Alizarina p.a.
- Hidróxido de sodio p.a.
- Fenolftaleína.

5.- Procedimiento.

5.1.- Para los laboratorios que tienen aparato automático:

- Llenar el depósito del aparato con la solución de alizarol.
- Mezclar bien la leche con un agitador.

- Sumergir en la leche el tubo del aparato destinado a medir la toma de ensayo.
- Invertir el aparato de 180° para dejar fluir la leche en el vaso. Girar un cuarto de vuelta el disco o comprimir la pera de goma, lo que permite verter 2 ml de solución de alizarol sobre la leche.
- Mezclar sin agitar por rotación de la muñeca y observar la mezcla y su color. Comparar el color con la tabla y anotar el pH correspondiente.

5.2.- Para los laboratorios que no tienen aparato automático:

- Mezclar la leche y tomar 2 ml de la misma con una pipeta. Verterla en un tubo de ensayo, con una pipeta automática añadir 2 ml de solución de alizarol y mezclar.
- Proceder como se ha descrito en 4.1.

6.- Interpretación de los resultados.

Además de que una leche ácida coagula inmediatamente en presencia de alcohol; el color observado orienta rápidamente en cuanto al grado de acidez.

7.- Notas.

Como en el caso del ensayo el alcohol, es necesario modificar ligeramente el porcentaje de alcohol etílico según las condiciones locales. Se recomienda usar para este análisis la misma solución de alcohol utilizada para el ensayo al alcohol descrito posteriormente.



STANDARD-ALIZAROL

Vergleichsfarbtafel



Normale Frischmilch
Keine Gerinnung
Säuregrad: 6,5–7,5 °SH
pH: etwa 6,5



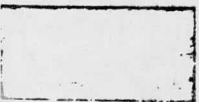
Beginnende Säuerung
Keine oder sehr feinflockige
Gerinnung
Säuregrad: 7,6–8,5 °SH
pH: etwa 6,4



Schwache bis vorgeschrittene
Säuerung
Feinflockige bis flockige Gerinnung
Säuregrad: 8,6–10,5 °SH
pH: etwa 6,3–6,1



Kochfähigkeitsgrenze
Flockige bis dickflockige
Gerinnung
Säuregrad: 10,6–12 °SH
pH: etwa 5,9



Kochfähigkeitsgrenze überschritten
Dickflockige Gerinnung
Säuregrad: 12 °SH und mehr
pH: etwa 5,7 und darunter

Table de comparaison

Leit frais normal
Pas de coagulation
Degré d'acidité: 6,5–7,5 °SH
pH: env. 6,5

Début de l'acidification
Pas de coagulation ou coagulation
floconneuse fine
Degré d'acidité: 7,6–8,5 °SH
pH: env. 6,4

Acidité faible à avancée
Coagulation floconneuse fine à
floconneuse
Degré d'acidité: 8,6–10,5 °SH
pH: env. 6,3–6,1

Limite de la possibilité d'ébullition
Coagulation floconneuse à
floconneuse épaisse
Degré d'acidité: 10,6–12 °SH
pH: env. 5,9

Limite de la possibilité d'ébullition
dépassée
Coagulation floconneuse épaisse
Degré d'acidité: 12 °SH ou plus
pH: env. 5,7 ou moins

Colour comparison table

Fresh milk
No coagulation
Acidity: 6.5–7.5 °SH
pH: appr. 6.5

Beginning acidification
No coagulation or very fine
flocculation
Acidity: 7.6–8.5 °SH
pH: approx. 6.4

Slight to pronounced acidification
Finely flocculent or flocculent
coagulation
Acidity: 8.6–10.5 °SH
pH: appr. 6.3–6.1

Cooking limit
Flocculent to heavy flocculent
coagulation
Acidity: 10.6–12 °SH
pH: appr. 5.9

Cooking limit surpassed
Heavy flocculent coagulation
Acidity: 12 °SH and more
pH: appr. 5.7 and less

Tabla de comparación

Leche fresca normal
Coagulación: ausente
Grado de acidez: 6,5–7,5 °SH
pH: aprox. 6,5

Acidificación: incipiente
Coagulación: ausente o
floculación fina
Grado de acidez: 7,6–8,5 °SH
pH: aprox. 6,4

Acidificación: de ligera a
adelantada
Coagulación: de coposa fina a
coposa
Grado de acidez: 8,6–10,5 °SH
pH: aprox. 6,3–6,1

Límite de la posibilidad de hervir
Coagulación: de coposa a coposa
espesa
Grado de acidez: 10,6–12 °SH
pH: aprox. 5,9

Límite de la posibilidad de hervir
rebasado
Coagulación: coposa espesa
Grado de acidez: 12 °SH y más
pH: aprox. 5,7 o menos

Ensayo al alcohol. (15, 16)

1.- Objetivo.

Descubrir rápidamente las leches cuya acidificación es demasiado avanzada.

2.- Principio.

Coagulación más o menos fina, en presencia de alcohol de la leche acidificada naturalmente - por microorganismos.

3.- Reactivos a preparar.

- Solución acuosa de alcohol etílico al 68% en peso o 75.3% en volumen ($d_{20}^4 = 0.8721$).

Es necesario ajustar la concentración según la región de origen de la leche y estación del año.

El alcohol diluido tiene que dar una reacción neutra con la fenolftaleína. Si es necesario- añadir solución de NaOH al 33%.

- Solución de fenolftaleína al 2% en alcohol.

4.- Material y Reactivos.

- Aparato automático para la dosificación de 2 ml- de alcohol y de 2 ml de leche.

- Areómetro para el alcohol 0-100% con termómetro.

- Pipeta automática.

- Embudo de vidrio.

- Probeta de 500 ml.

- Tubos de ensayo.

- Alcohol etílico puro, preferentemente no desnaturado de aproximadamente 95% (v/v). El alcohol desnaturado con alcohol metílico puede -

igualmente utilizarse.

5.- Procedimiento.

5.1.- Para los laboratorios que tienen aparato automático:

- Llenar el deposito del aparato con alcohol de la concentración deseada, mezclar bien la leche con un agitador. Sumergir en la leche el tubo del aparato destinado a medir la toma de ensayo.
- Invertir el aparato de 180° y dejar fluir la leche en el vaso, girar un cuarto de vuelta el disco (Neurex) o comprimir la parte de goma (Rex), lo que permite verter 2 ml de alcohol sobre la leche.
- Mezclar sin agitar, por rotación de la muñeca y examinar la mezcla. Si esta última coagula el ensayo es positivo.

5.2.- Para los laboratorios que no tienen aparato automático:

- Después de haber mezclado, tomar con un vaso 2 ml de leche y verterlos en un tubo de ensayo.
- Verter sobre la leche 2 ml de alcohol medidos con una pipeta automática y mezclar sin agitar.
- Proceder como mas arriba en 5.1.

6.- Interpretación de los resultados.

Si no coagula la leche fresca después de haber añadido el alcohol, se puede usar normalmente en la fabricación.

Si la leche coagula, debiera ser almacenada separadamente y sera objeto de una decisión tocante a su empleo.

Determinación del contenido de alcohol a partir de la densidad relativa aparente $D^1_{20^{\circ}/20^{\circ}C}$ ó de la densidad reducida a $20^{\circ}/4^{\circ}C$

DENSIDAD relativa $D^1_{20^{\circ}/20^{\circ}C}$	DENSIDAD reducida $d_{20^{\circ}/4^{\circ}C}$	ALCOHOL			DENSIDAD relativa $D^1_{20^{\circ}/20^{\circ}C}$	DENSIDAD reducida $d_{20^{\circ}/4^{\circ}C}$	g/100 ml	o/o en peso m/m	o/o en vol. v/v
		g/100 ml	o/o en peso m/m	o/o en vol. v/v					
0.8890	0.8874	54.65	61.47	69.23	0.8390	0.8375	69.00	82.25	87.41
80	64	54.97	61.90	69.63	80	65	69.26	82.65	87.73
70	54	55.29	62.33	70.03	70	55	69.51	83.05	88.05
60	44	55.60	62.75	70.44	60	45	69.76	83.44	88.36
50	34	55.92	63.19	70.83	50	35	70.00	83.84	88.68
40	24	56.23	63.61	71.23	40	25	70.25	84.23	88.99
30	14	56.55	64.04	71.63	30	15	70.49	84.63	89.30
20	04	56.86	64.47	72.02	20	05	70.74	85.02	89.61
10	0.8794	57.16	64.88	72.41	10	0.8295	70.98	85.42	89.91
00	84	57.47	65.31	72.80	00	85	71.22	85.81	90.21
0.8790	0.8774	57.78	65.73	73.19	0.8290	0.8275	71.45	86.19	90.51
80	64	58.08	66.15	73.58	80	65	71.68	86.58	90.81
70	55	58.39	66.58	73.97	70	55	71.92	86.96	91.10
60	45	58.70	67.01	74.35	60	45	72.15	87.35	91.39
50	35	59.00	67.43	74.73	50	35	72.38	87.73	91.68
40	25	59.30	67.85	75.11	40	25	72.61	88.12	91.97
30	15	59.60	68.27	75.49	30	15	72.83	88.50	92.26
20	05	59.90	68.69	75.87	20	05	73.06	88.88	92.55
10	0.8695	60.19	69.10	76.24	10	0.8195	73.29	89.27	92.84
00	85	60.48	69.52	76.62	00	86	73.51	89.65	93.12
0.8690	0.8675	60.78	69.94	76.99	0.8190	0.8176	73.73	90.02	93.40
80	65	61.07	70.36	77.36	80	66	73.95	90.40	93.68
70	55	61.36	70.77	77.73	70	56	74.16	90.77	93.95
60	45	61.65	71.19	78.10	60	46	74.37	91.14	94.21
50	35	61.94	71.61	78.47	50	36	74.58	91.51	94.47
40	25	62.23	72.03	78.83	40	26	74.79	91.88	94.73
30	15	62.52	72.44	79.20	30	16	74.99	92.24	94.99
20	05	62.81	72.84	79.56	20	06	75.19	92.60	95.25
10	0.8595	63.09	73.28	79.92	10	0.8096	75.39	92.96	95.50
00	85	63.37	73.68	80.28	00	86	75.59	93.32	95.75
0.8590	0.8575	63.66	74.11	80.64	0.8090	0.8076	75.79	93.68	96.00
80	65	63.94	74.52	80.99	80	66	75.98	94.03	96.25
70	55	64.22	74.94	81.35	70	56	76.17	94.39	96.49
60	45	64.50	75.35	81.70	60	46	76.36	94.74	96.73
50	35	64.77	75.75	82.05	50	36	76.55	95.09	96.97
40	25	65.05	76.17	82.40	40	26	76.73	95.44	97.21
30	15	65.32	76.58	82.74	30	16	76.92	95.79	97.43
20	05	65.59	76.98	83.08	20	06	77.09	96.12	97.66
10	0.8495	65.86	77.39	83.43	10	0.7996	77.27	96.47	97.88
00	85	66.13	77.80	83.77	00	86	77.44	96.80	98.10
0.8490	0.8475	66.40	78.21	84.11	0.7990	0.7976	77.62	97.15	98.32
80	65	66.66	78.61	84.44	80	66	77.79	97.48	98.54
70	55	66.93	79.02	84.78	70	56	77.96	97.82	98.76
60	45	67.19	79.42	85.11	60	46	78.13	98.15	98.98
50	35	67.45	79.82	85.45	50	36	78.30	98.49	99.19
40	25	67.71	80.23	85.78	40	26	78.46	98.82	99.41
30	15	67.97	80.63	86.11	30	16	78.62	99.14	99.63
20	05	68.23	81.03	86.44	20	06	78.78	99.47	99.85
10	0.8395	68.49	81.43	86.77	10	0.7896	78.94	99.80	100.07
00	85	68.75	81.83	87.10	00	86	79.10	100.13	100.29

Determinación de cloruros. (14)

1.- Objetivo.

Determinar la cantidad de cloruros presentes en la leche, para contribuir al descubrimiento de las enfermedades de la teta o para determinar una adición de sal.

2.- Principio.

Eliminación de las proteínas de la leche - por precipitación con sulfato de aluminio.

Reacción de los iones cloruro en medio ácido con el nitrato mercúrico. Formación de una intensa coloración violeta con el reactivo de difenilcarbazona.

3.- Reactivos a preparar.

- Solución de nitrato mercúrico. Disolver 15.273 g de óxido de mercurio rojo HgO , en 18 ml de ácido nítrico concentrado (65%) y completar a 1000 ml con agua destilada a $20^{\circ}C$.

1 ml de esta solución corresponde a $5\text{ mg } Cl^{-}$.

El factor (f) de cada nueva solución de nitrato de mercurio debe determinarse valorando una solución de cloruro de sodio de concentración conocida. 5 ml de una solución de cloruro de sodio que contenga 8.241 g/l, diluidos a 100 ml y adicionados de 1 ml de HNO_3 deben consumir 5 ml de solución de nitrato mercúrico.

- Cloruro de sodio: Disolver 8.241 g de cloruro de sodio seco en agua destilada y completar a un litro a $20^{\circ}C$ (= $5\text{ mg } Cl^{-}/\text{ml}$).

- Solución de difenilcarbazona al 0.1% en alcohol-etílico.
- Acido nítrico aproximadamente 1.0N: diluir 85 ml de ácido nítrico concentrado con agua destilada y completar a 1 litro.
- Hidróxido de sodio aproximadamente 2.0N: disolver 80 g de NaOH en agua destilada y completar a un litro.
- Solución de sulfato de aluminio al 20%: disolver 200 g de sulfato de aluminio hidratado en agua destilada y completar a un litro.
- Rojo de metilo: Solución al 0.1% en alcohol al 80%.

4.- Material y productos químicos.

- Agitador magnético.
- Balanza analítica, lectura 0.1 mg.
- Baño maría.
- Bureta.
- Cronómetro.
- Embudos de vidrio.
- Filtros plegados, ϕ 18.5 cm Schleicher & Schüll-597.5.
- Matraces aforados, de 100, 200 y 1000 ml.
- Pinzas de madera.
- Pipeta aforada de 100 ml.
- Pipetas graduadas de 10 y 20 ml.
- Probetas de 25, 250 y 1000 ml.
- Termómetro de 0 a +50°C.
- Varillas de vidrio, ϕ 4 mm.
- Vasos de 50 y 250 ml.
- Acido nítrico, min 65%, p. anal

- Acido nítrico Titrisol N.
- Alcohol etílico.
- Cloruro de sodio, crist. p. anal.
- Rojo de metilo, indicador, $C_{15}H_{15}N_3O_2$.
- 1,5-difenilcarbazona $C_{13}H_{12}N_4$.
- Hidróxido de sodio, en lentes, p. anal.
- Oxido de mercurio rojo, p. anal. HgO .
- Sulfato de aluminio, crist. puro $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$.

5.- Procedimiento.

5.1.- Preparación del filtrado.

- Pesar un vaso de 50 ml que contiene aproximadamente 20 ml de leche a examinar. Trasvasar esta leche en un matraz aforado de 200 ml. Pesar el vaso para conocer la cantidad de leche transferida al matraz.
- Diluir con 150 ml de agua destilada y añadir 7 ml de NaOH 2N. Mezclar.
- Añadir 10 ml de la solución de sulfato de aluminio y completar a 200 ml a 20° con agua destilada.
- Agitar y esperar 10 min.
- Filtrar a través de un filtro plegado. El filtrado debe ser cristalino.

5.2.- Determinación de los cloruros.

- Pipetear 10 ml de filtrado en un vaso de 150 ml.
- Añadir 1 ml de HNO_3 N y 1 ml de difenilcarbazona.
- Colocar sobre un agitador magnético y valorar con la solución de nitrato mercúrico hasta el momento en que la primer gota produce un cambio de

color. Este último pasa del amarillo paja al li-
la claro, persistiendo por unos segundos.

6.- Notas.

Para la precipitación no se debe emplear -
más que el volumen de NaOH necesario, si no el pre-
cipitado queda demasiado turbio y pasa difícilmen-
te por el filtro.

La cantidad exacta para neutralizar 10 ml -
de sulfato de aluminio al 20% es de 7 ml. La colo-
ración amarillenta que se logra en el punto de vi-
raje debe ser idéntica a la observada cuando se -
añade una gota de NaOH 2N al agua destilada en pre-
sencia de rojo de metilo.

7.- Cálculos.

1 ml de solución de nitrato mercúrico utili-
zado corresponde a 5 mg de Cl^- .

$\text{mg Cl}^- / 100 \text{ g} =$

$\frac{\text{Vol. sol. Hg(NO}_3)_2 \text{ (ml)} \times f \times 5 \text{ (mg)} \times 200 \text{ (ml)} \times 100 \text{ (g)}}{\text{toma de muestra (g)} \times 100 \text{ (ml) vol del filtrado}}$

toma de muestra (g) x 100 (ml) vol del filtrado

8.- Reproducibilidad del método.

La diferencia entre los resultados de dos -
determinaciones efectuadas simultáneamente o rápi-
damente una después de otra por el mismo analista-
no debe exceder 3 mg $\text{Cl}^- / 100 \text{ g}$.

El valor medio en Suiza para la leche cruda
es de 95 a 105 mg $\text{Cl}^- / 100 \text{ g}$.

Determinación de la sacarosa. (15)

1.- Objetivo.

Detectar en la fecha fresca la presencia de sacarosa.

2.- Principio.

En presencia de ácido clorhídrico concentrado caliente, la sacarosa da con el alfa-naftol una coloración violeta.

3.- Reactivo.

- Solución alcohólica de α -naftol al 20%.

4.- Material y productos químicos.

- Balanza analítica, lectura 0.1 mg.
- Baño maría.
- Cronómetro, 1/5 seg.
- Matraz aforado de 100 ml.
- Pipeta graduada de 10 ml.
- Pipetas Pasteur.
- Tubos de ensayo.
- Vasos Erlenmeyer de 100 ml de cuello normalizado.
- Acido clorhídrico fumante min. 37% (D=1.19) p. - anal.
- Alcohol etílico de 95%.
- α -naftol p. anal.
- Cloroformo, p. anal.

5.- Procedimiento.

- Añadir en un tubo de ensayo, con una pipeta Pasteur 2 gotas de leche a analizar y paralelamente en un segundo tubo, 2 gotas de leche excenta de-

sacarosa.

- A continuación añadir en cada tubo con una pipeta Pasteur, 1 gota del reactivo de -naftol.
- Añadir 3 ml de ácido clorhídrico concentrado.
- Sumergir los dos tubos en un baño maría hirviente, durante exactamente 10 segs.
- Enfriar inmediatamente con agua corriente y comparar los colores.

6.- Interpretación de los resultados.

Una coloración rosa a violeta en el tubo - que contiene la leche sospechosa, indica la presencia de sacarosa.

El límite de detección conseguido en este - ensayo es de 0.01% (100 ppm de sacarosa) cuando se observa el color en el eje vertical del tubo.

Después de 5 min. este ensayo se puede confirmar, extrayendo el color, por agitación por 20-30 ségs. con cloroformo.

7.- Notas.

Es muy importante no calentar por más de 10 segs. de lo contrario la muestra excenta de sacarousa puede adquirir una ligera coloración rosacea.

Una estimación colorimétrica del porcentaje de sacarosa es posible, preparando soluciones de - concentración conocida de sacarosa en la leche.

Si las coloraciones obtenidas con la leche- que contiene sacarosa son demasiado intensas para- ser comparadas con los testigos, es necesario di--luir la muestra con leche que no tenga sacarosa.

Determinación de la harina. (35)

1.- Objetivo.

Detectar en la leche cruda la presencia de harina.

2.- Principio.

Coloración del almidón de las harinas mediante el yodo.

3.- Material y reactivos.

- Crónómetro.
- Pipetas Pasteur.
- Vidrios de reloj.
- Solución de yodo, 0.1N.

4.- Procedimiento.

- Mezclar bien la leche.
- Depositar sobre un vidrio de reloj, 15 a 20 gotas de leche a analizar.
- Añadir una gota de solución de yodo, aproximadamente 0.1N.
- Mezclar cuidadosamente por rotación del vidrio de reloj y dejar en reposo.
- Después de un minuto examinar el fondo del vidrio de reloj.

5.- Interpretación de los resultados.

La presencia de granos azul oscuro o negros indica una adición de harina. La leche fresca puede sin embargo contener en el volumen examinado 2-3 granos marrones que forman parte del sedimento.

En las condiciones descritas precedentemente, es posible detectar la presencia de 0.001% de harina (30 a 50 pequeños granos negros).

6.- Notas.

La estimación del resultado puede todavía ser mejorada, haciendo una observación 20 min. después, cuando la coloración amarilla del yodo ha desaparecido.

Determinación de suero. (17, 18)

1.- Objetivo.

Detectar la presencia de suero en la leche-fresca.

2.- Principio.

Valoración de la caseína precipitada con ácido acético, después de haber disuelto el precipitado con salicilato de sodio en caliente (método de Körperich).

3.- Reactivos a preparar.

- Acido acético 10%, a preparar cada día de análisis.
- Salicilato de sodio 5%, en agua destilada.
- Hidróxido de sodio 0.02N.
- Fenolftaleína, solución alcohólica al 0.1%.

4.- Material y reactivos.

- Balanza analítica, lectura 0.1 mg.
- Baño maría.
- Bureta para la valoración.
- Cronómetro.
- Embudo de vidrio, $\emptyset = 5$ cm.
- Papel filtro con pliegues, $\emptyset = 12.5$ cm.
- Pipetas aforadas, de 5 y 20 ml.
- Pipetas graduadas, de 1 ml.
- Pipetas Pasteur.
- Vasos, de 100 ml.
- Vasos Erlenmeyer, de 100 ml.
- Acido acético 100% (D=1.05) p. anal.
- Alcohol etílico 95% C_2H_5OH .

- Fenolftaleina indicador pH 8.2 - 9.8
- Hidróxido de sodio, Titrisol 0.01N.
- Salicilato de sodio, crist. p. anal.

5.- Procedimiento.

- Verter con una pipeta en un vaso de 100 ml, aproximadamente 5 ml de leche a examinar.
- Diluir con 50 ml de agua destilada, mezclar bien.
- Añadir 0.25 ml de ácido acético al 10% por las paredes del vaso, tomando la precaución de no remover.
- Después de unos 30 segs. remover cuidadosamente el vaso mediante una rotación de la muñeca, hasta que aparezcan pequeños granos sobre las paredes del vaso.
- Dejar en reposo durante un minuto.
- Agitar de nuevo por rotación y filtrar sobre un filtro.
- Recuperar toda la caseína que quedo todavía fijada sobre las paredes del vaso, enjuagando este último con el filtrado y volver a pasar sobre el filtro.
- Si después de esta segunda filtración el filtrado continua turbio, es necesario filtrar una tercera vez.
- Enjuagar 2 a 3 veces con agua destilada el vaso y el precipitado retenido sobre el filtro.
- Verter 20 ml de la solución de salicilato de sodio en el vaso utilizado para la precipitación.
- Colocar el precipitado todavía humedo con el papel filtro, en el vaso.
- Calentar el vaso sobre un baño maría durante 20 min. a 80°.
- Agitar lo más frecuentemente posible para disol-

ver la caseína.

- Después de enfriamiento, añadir 3 gotas de ferronifftaleína.
- Valorar con una solución 0.02N de NaOH, hasta obtener una coloración rosacea persistente durante un minuto.

6.- Notas.

Durante la precipitación, es necesario evitar la obtención de un precipitado demasiado fino, si no la precipitación es demasiado lenta y el filtrado turbio. Es necesario que la floculación sea grosera con lo que la filtración resulta más rápida. Sin embargo, el precipitado debiera ser lavado aun más cuidadosamente con agua.

En el momento de la valoración, es necesario agitar el contenido del vaso a fin de ponerlo en contacto con el reactivo utilizado para la valoración. Se puede mejorar el procedimiento enjuagando las paredes con 10 y 15 ml de agua para aumentar el volumen. Las soluciones para la valoración deben ser enfriadas.

7.- Cálculos.

$$\% \text{ de caseína} = \text{ml de NaOH } 0.02\text{N} \times 0.38703$$

Si se dispone de una leche testigo correspondiente a la leche antes de la adición del suero, se utilizara para el cálculo el porcentaje medio de caseína encontrado para esta leche.

En caso contrario es necesario basarse sobre la medida regional. En Europa la media es de 2.7%

Si se conoce la media regional de la leche, es posible detectar hasta 5% de suero en la leche entera.

% suero añadido =

$$= \frac{\% \text{ medio de caseína} - \% \text{ encontrado de caseína} \times 100}{\% \text{ medio de caseína}}$$

$$= \frac{2.7 - (0.387 \times \text{ml de NaOH} \times f) \times 100}{2.7}$$

f = factor de la solución = 0.02N de NaOH.

A pesar de que los resultados tengan una buena concordancia con los obtenidos por el método Kjeldahl, dependen en ambos casos del valor medio considerado. Por esta razón es importante conocer las características de las leches de cada región para constatar una diferencia estadística significativa.

Determinación de leche de cabra. (19, 20)

1.- Objetivo.

Poner de manifiesto la presencia de leche de cabra en la leche de vaca.

2.- Principio.

Tratamiento de la leche sospechosa, con amoníaco y centrifugación. La presencia de la leche de cabra se pone de manifiesto por la formación de un sedimento.

3.- Material y reactivos.

- Baño maría.
- Centrifugadora.
- Cronómetro.
- Pipeta graduada de 20 ml.
- Tubos de Skar.
- Vasos de erlenmeyer, de 50 ml.
- Hidróxido de amonio, p.a. ($D=0.91$).

4.- Procedimiento.

Esta investigación se hace en paralelo con una leche excenta de leche de cabra.

- Verter 20 ml de la leche sospechosa en un matraz erlenmeyer de 50 ml.
- Añadir 2 ml de amoniaco concentrado y mezclar bien.
- Poner en el baño maría durante una hora a 55 - 60° agitando de vez en cuando los matraz erlenmeyer.
- Retirar los matraces erlenmeyer del baño maría, mezcla bien y verter 10 ml en los tubos de Skar.

- Centrifugar durante 15 min. a 1200 rpm.
- Examinar el fondo de los tubos y anotar el volumen del sedimento.

5.- Interpretación de los resultados.

Una leche de vaca pura habitualmente no presenta un sedimento de más de 0.01 - 0.02% (sedimento normalmente admisible).

Un sedimento de 0.05% en una leche sospechosa permite pensar que hay en realidad leche de cabra.

Investigación de lá leche calentada. (21, 22, 23,-
24)

Introducción.

La presente investigación comprende dos ensayos para poder estimar el grado de cocción de la leche.

Ensayo I.- Reacción de la fosfatasa que permite detectar si la leche ha sido calentada a 72° o más.

Ensayo II.- Reacción de la peróxidasa que permite poner de manifiesto un calentamiento de la leche a 80° o más.

Notas.

Estos ensayos no son validos más que para una leche cuyo conjunto ha sidó sometidos a tratamiento térmico puesto que una adición de menos de 1% de leche cruda ya no permite afirmar que la leche haya sido calentada (Presencia de fosfatasa y de peróxidasa).

Inactivación de las enzimas por el tratamiento térmico.

Temperatura °C para la inactivación en el tiempo:

Fosfatasa	60.8	62.2	64.5	65.8	67.6	68.9	70.5	71.7
	74.2							
Peroxi dasa	-	72	74	75	77	78	79	80
	81							
1h	30'	10'	5'	2'	1'	30''	15''	
	5''							

Ensayo I.

Investigación de la fosfatasa. (21, 22, 23)

1.- Objetivo.

Poner en evidencia la ausencia de fosfatasa, debida a un tratamiento térmico de la leche a una temperatura de 72° durante 15 segs.

2.- Principio.

Liberación del fenol por la fosfatasa de la leche a 37° a partir de un substrato tamponado con teniendo un ester fenílico del ácido fosfórico.

Reacción coloreada del fenol liberado con el reactivo de Gibbs según la técnica del Lactognost.

3.- Material y reactivos.

- Cuadrado de comparaciones Heyl de colores (1).
- Medida metálica para el Lactognost III (1).
- Tubos de vidrio marcados a 10 y 11 ml (1).
- Baño maría.
- Cronómetro.
- Pipetas graduadas de 1 ml.
- Pipetas graduadas de 10 ml.
- Termómetro de 0--50°C.
- Varilla de vidrio.
- Lactognost I.
- Lactognost II.
- Lactognost III.

4.- Procedimiento.

- Introducir en dos tubos de vidrio, 10 ml de agua destilada a 37-39°.

- Añadir una pastilla de Lactognost I y una pastilla de Lactognost II en cada tubo.
- Disgregar las pastillas con una varilla de vidrio.
- Tan pronto se hayan disuelto las pastillas, añadir en el primer tubo un ml de leche testigo calentada a 85° y enfriada y que por tanto no contiene fosfatasa.
- Proceder de la misma forma con el segundo tubo - añadiendo un ml de leche a analizar.
- Colocar los tubos durante 10 min. en un baño maría a 37° o en una estufa.
- A continuación introducir en cada tubo una medida rasa de Lactognost III y dejar reposar durante 10 min a temperatura ambiente.
- Después mezclar bien los tubos agitandolos varias veces.
- Esperar 3 min. y comparar los colores de los dos tubos entre si y con los del cuadro del reactivo para hacer el ensayo.

Este cuadro facilita la estimación de los resultados teniendo solo un caracter indicativo, visto que las tonalidades pueden variar ligeramente según la procedencia de la leche.

5.- Notas.

Dada la gran sensibilidad de los reactivos-usados, es necesario tomar la precaución de que todo el material de vidrio no contenga vestigios de fenol.

Hay que tomar igualmente la precaución de tener las manos bien limpias para la agitación de los tubos. Finalmente, no utilizar materias plásticas o de goma y tener en cuenta que la saliva y el

sudor, como igualmente la leche cruda contienen - fosfatasa y por consiguiente hay que evitarlos.

Una duración de calentamiento de los tubos - durante 10 min. a 37° es generalmente suficiente - para saber si la leche ha sido sometida a un tratamiento térmico. Sin embargo es preferible prolon--gar el calentamiento a una hora si se desea tener - una mejor sensibilidad del ensayo.

6.- Interpretación de los resultados.

Según el cuadro Lactognost, se puede exami- nar la leche examinada como sigue; negativa (0), - ligeramente positiva (1), o fuertemente positiva - (2). Una reacción negativa o ligeramente positiva - indica que la leche ha sido calentada.

Ensayo II.

Investigación de la peróxidasa. (24)

1.- Objetivo.

Poner de manifiesto la ausencia de peróxidasa debida a un tratamiento térmico de la leche a una temperatura de 80° durante 15 seg.

2.- Principio.

Descomposición del agua oxigenada por la peróxidasa y formación de una coloración por fijación del oxígeno atómico sobre una molécula de p-phenilendiamina en presencia de guayacol (reactivo de Rothenfusser).

3.- Reactivos a preparar.

- Agua oxigenada 1% m/m: diluir una parte de H_2O_2 al 30% en 29 partes de agua destilada.
- Reactivo de Rothenfusser: disolver un g de diclorhidrato de p-phenilendiamina en 15 ml de agua destilada y mezclar con una solución que contenga 2.6 g de guayacol en 135 ml de alcohol etílico.

4.- Material y reactivos.

- Balanza analítica, lectura 0.1 mg.
- Baño maría.
- Cronómetro.
- Pipetas aforadas de 10 ml.
- Pipetas Pasteur.
- Tubos de ensayo.
- Agua oxigenada al 30%.
- Alcohol etílico.

- Diclorhidrato de p-fenilendiamina, p. anal.
- Guayacol líquido.

5.- Procedimiento.

- Introducir la leche a examinar en dos tubos de ensayo a razón de 10 ml en cada uno.
- Calentar uno de los tubos durante un minuto en un baño maría hirviente y enfriar.
- A continuación añadir en cada tubo; 10 gotas del reactivo de Rothenfusser y 1 gota de H_2O_2 al 1%.
- Dejar reposar durante un min. y mezclar, comparar los colores obtenidos.

6.- Notas.

Como para el caso de la fosfatasa, es necesaria una gran limpieza para ejecutar este ensayo.

Por otro lado es preferible introducir el reactivo antes del agua oxigenada, para evitar de esta forma la descomposición de la peróxidasa presente de una forma precoz. Procediendo de esta forma se obtiene una sensibilidad mejor en los casos extremos.

7.- Interpretación de los resultados.

En presencia de peroxidasa, la leche toma una coloración rosacea a violeta según la concentración de enzima presente. Una coloración ligeramente rosa o la ausencia de color permite pensar que la leche ha sido calentada.

Determinación del formaldehído.

Introducción.

La presente investigación comprende dos métodos para poner de manifiesto y determinar el formaldehído en la leche cruda.

Ensayo I: Método cualitativo, reacción coloreada con la fuchsina (reacción de Schiff).

Ensayo II: Método cuantitativo con el ácido cromotrópico. (método de Bremanis).

El método cualitativo es sensible, sencillo y rápido y permite revelar una concentración de - formaldehído de hasta 1 ppm.

El método cuantitativo requiere más tiempo.

Ensayo I

Determinación del formaldehído (reacción de Schiff)
(25)

1.- Objetivo.

Revelar en la leche cruda la presencia de formaldehído añadido para la conservación de la leche.

2.- Principio.

Formación de una coloración rojo-violeta por reacción del formaldehído con el reactivo de Schiff.

3.- Material y reactivos.

- Pipetas graduadas de 10 ml.
- Tubos de ensayo.
- Acido clorhídrico al 25% p. anal.
- Reactivo de Schiff, Merk 9034.

4.- Procedimiento.

Introducir en un tubo de ensayo en el orden siguiente y sin mezclar:

- 10 ml de leche,
- 2 ml de HCl al 25%
- 1 ml de reactivo de Schiff.

En presencia de formaldehído se produce en unos minutos una coloración rosa a rojo-violeta en la parte superior del líquido.

5.- Notas.

Es muy importante no mezclar el contenido -

del tubo de ensayo después de la adición del reactivo.

Bajo las condiciones descritas más arriba - es posible poner de manifiesto una concentración de 1 ppm de formaldehído.

Ensayo II.

Determinación del formaldehído (método con el ácido cromotrópico). (26, 27)

1.- Objetivo.

El objeto de este ensayo es poner de manifiesto y de determinar el formaldehído presente en la leche cruda.

2.- Principio.

Reacción del formaldehído en un medio sulfúrico concentrado con el ácido cromotrópico. Formación de una coloración violeta (reacción de Eegriwe).

3.- Reactivo a preparar.

Mezclar 2 ml de una solución acuosa al 0.5% de ácido cromotrópico con 98 ml de ácido sulfúrico concentrado al 95-97% (preparar esta solución cada día).

La solución de ácido cromotrópico es sensible a la luz y puede alterarse rápidamente. Por esta razón, debe prepararse cada vez en el momento del análisis.

4.- Material y reactivos.

- Balanza analítica, lectura 0.1 mg.
- Bureta.
- Comparador Lovibond 1000.
- Cronómetro.
- Disco de comparación Lovibond para formaldehído-NOD 1-10 meg.
- Dispositivo de Nessler, Lovibond DB 412.

- Matraces aforados, de 100 ml.
- Pipetas graduadas, de 10 ml.
- Prisma adicional para el comparador Lovibond DB-417.
- Probetas de vidrio de 100 ml.
- Soporte para los tubos de Nessler.
- Termómetro de 0 a 50°C.
- Tubos de ensayo.
- Acido cromotrópico, sal disodica (dihidratada) p. anal.
- Acido L (+)-tartárico, p. anal.
- Acido sulfúrico 95-97% (d=1.84), p. anal.

5.- Procedimiento.

- Verter en un matraz de Kjeldahl 50 ml de la leche a analizar más 1 ó 2 g de ácido tartárico - cristalizado.
- En un vaso de 100 ml, con trazos a los 25, 50 y 75 ml, introducir aproximadamente 25 ml de agua destilada y ponerlo a la salida del refrigerante de un aparato de destilación.
- Arrastar el formaldehído por medio del vapor y recoger 50 ml del destilado hasta la marca de los 75 ml.
- Bajar el vaso y enjuagar con agua destilada la extremidad inferior del refrigerante.
- Verter en un matraz aforado de 100 ml y ajustar el volumen a 20° (solución A).
- Introducir en un tubo de ensayo en el orden siguiente:
 - 4 ml de la solución A (o una parte alícuota de volumen inferior más agua para hacer 4 ml).
 - 4 ml de reactivo cromotrópico-sulfúrico.
- Paralelamente preparar en un segundo tubo, un ensayo en blanco para el cual se utilizan 4 ml de-

agua destilada en lugar de 4 ml de la solución a analizar y 4 ml del reactivo.

- Mezclar bien y dejar reposar durante 30 min. a la temperatura ambiente.
- Verter el contenido de los tubos de ensayo en tu bos Nessler y completar hasta la marca con agua destilada, mezclar bien.
- Introducir el disco apropiado en el comparador - Lovibond.
- Poner los tubos de Nessler en el aparato de medi da, con el ensayo en blanco a la izquierda.
- Efectuar la lectura ajustando las playas colorea das mediante el disco.

En la medida de lo posible, efectuar la com paración con el aparato Lovibond de preferencia - utilizando la luz del día en lugar del dispositivo de iluminación de Lovibond.

6.- Notas.

Aun cuando el disco de comparación se refie re solamente a concentraciones superiores a un mi-crogramo por 4 ml de solución (0.25 ppm), es posi-ble detectar una concentración de 0.02 ppm de for-maldehído, observando el tubo según su eje verti-cal.

7.- Cálculos.

ppm formaldehído =

$$\frac{\text{mcg formal. (disco)} \times \text{volumen final del destilado}}{\text{toma de ensayo de la solución} \times B}$$

B = volumen inicial de la leche = 50 ml.

Ejemplo: se mide para una muestra de 2 ml de solución A + 2 ml de agua, un valor de 8 mcg. Así:

$$\frac{8 \text{ mcg} \times 100}{2 \text{ ml} \times 50} = 8 \text{ mcg/ml} = 8 \text{ ppm.}$$

Determinación del hipoclorito. (28, 29)

1.- Objetivo.

Determinar el hipoclorito presente en la leche cruda.

2.- Principio.

Liberación del yodo del yoduro de potasio - por el hipoclorito en medio ácido. Valoración del-yodo liberado con una solución de tiosulfato.

3.- Reactivos a preparar.

- Solución de 16.5 g de yoduro de potasio en 100 - ml de agua destilada.
- Acido acético la 50%, en agua destilada.
- Solución de tiosulfato de sodio 0.1N.
- Solución de almidón al 1.0% (conteniendo 0.12% - de ácido salicílico). Preparar la solución de almidón, triturando en un mortero 2 g de almidón - soluble con un poco de agua destilada. Añadir - 200 ml de agua destilada hirviente y 0.25 g de - ácido salicílico para conservarla.

4.- Material y reactivos.

- Agitador magnético.
- Balanza analítica, lectura 0.1 mg.
- Matraces aforados de 100 y 1000 ml.
- Bureta.
- Cronómetro.
- Pipetas aforadas de 10 y 50 ml.
- Probeta de vidrio de 100 ml.
- Vasos erlenmeyer de 200 ml.
- Acido acético cristalizado 99-100% (D=1.05) p. - anal.

- Acido salicílico.
- Almidón soluble, p. anal.
- Tiosulfato de sodio, 0.1N.
- Yoduro de potasio, p. anal.

5.- Procedimiento.

- Verter en un matraz erlenmeyer de 200 ml, 50 ml de la leche a examinar (que contiene a lo máximo 500 ppm de hipoclorito).
- Añadir un ml de solución de yoduro de potasio.
- Diluir hasta 100 ml con agua destilada.
- Añadir 10 ml de ácido acético al 50%.
- Valorar con una solución de tiosulfato de sodio-0.1N. Añadir un poco de solución de almidón poco antes del final de la valoración.

6.- Cálculos.

$$\frac{3546 \times \text{ml Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times f}{\text{ml de la muestra}} = \text{ppm cloro activo disponible.}$$

f = factor de la solución 0.1N.

7.- Reproducibilidad del método.

Esta en relación con el hecho de que el hipoclorito se descompone y que por consiguiente el contenido disminuye con el tiempo.

La sensibilidad del método se sitúa entre los 15 y 20 ppm.

Determinación del ácido bórico. (30, 31)

1.- Objetivo.

Detectar en la leche fresca la presencia de boratos o de ácido bórico, utilizados para aumentar el tiempo de conservación.

2.- Principio.

Reacción en medio ácido, del ácido bórico - con la curcumina, dando lugar a la formación de un color rojo a rojo-carmín.

3.- Reactivos a preparar.

- Acido clorhídrico al 20%: diluir 540 ml de ácido clorhídrico (37%, D=1.19) hasta un litro, con agua destilada.
- Solución de curcumina al 0.25% en alcohol etílico.

4.- Material y productos químicos.

- Baño maría.
- Embudo de vidrio.
- Matraz aforado de 100 ml.
- Pipetas Pasteur.
- Probeta de vidrio graduada de 1000 ml.
- Vasos de 250 ml.
- Vidrios de reloj.
- Acido clorhídrico fumante, p. anal. al 37%.
- Alcohol etílico.
- Amoniaco min. 25% (D=0.91) p. anal.
- Curcumina puris.

5.- Procedimiento.

- Depositar sobre un vidrio de reloj, 10 gotas de la leche a examinar, y paralelamente sobre un segundo vidrio de reloj, 10 gotas de una leche testigo que no contenga boratos.
- Añadir sobre cada vidrio de reloj, una gota de ácido clorhídrico al 20%.
- Poner los vidrios de reloj sobre un baño maría hirviendo y evaporar la leche acidificada, de forma que quede un residuo ligeramente humedo.
- Retirar los vidrios de reloj del baño maría y añadir unas gotas de la solución de curcumina.

Puede confirmarse la presencia de boratos, añadiendo después de haberse eventualmente formado una coloración del residuo, 1 ó 2 gotas de amoníaco al 25%, lo que cambia el color rojo en verde-azulado oscuro. Esta coloración puede ser a su vez transformada de nuevo en rojo, si se añaden de 2 a 3 gotas de ácido clorhídrico concentrado.

6.- Notas.

Es posible que la leche que contiene boratos tome una coloración ligeramente rosa cuando se le seque en caliente. Esto no tiene importancia para el resto de las operaciones, si se toma la precaución de no sobrecalentar el producto seco como indicado en el procedimiento. Esta limitación en el calentamiento de la leche tiene también por finalidad mantener la ligera acidez del producto seco.

7.- Interpretación de los resultados.

En las condiciones mencionadas anteriormen-

te, la leche cruda no contiene boratos y da una coloración amarilla viva, en cambio la presencia de un contenido de 33 ppm ya da lugar a una coloración amarilla naranja, cuya diferencia con el testigo es perceptible a simple vista sobre un fondo blanco. El cuadro siguiente da las concentraciones aproximadas correspondientes a los colores obtenidos:

0	ppm	H_3BO_3	amarillo vivo
33	"	"	amarillo-naranja
100	"	"	naranja
333	"	"	rojo vivo
1000	"	"	rojo-granate.

Determinación de las sales de amonio cuaternario.-
(32, 33)

1.- Objetivo.

Detectar en la leche fresca indicios de sales de amonio cuaternario presentes accidentalmente (limpieza) o añadidas con el fin de aumentar la duración de conservación de la leche aprovechando sus propiedades antisépticas.

2.- Principio.

Extracción con cloroformo del complejo formado, en medio alcalino, por las sales de amonio - cuaternario y el naranja de metilo.

Estimación de la coloración de la fase acuosa.

3.- Reactivos a preparar.

- Naranja de metilo, solución acuosa al 0.15%.
- Hidróxido de sodio, solución acuosa al 15%.
- Acido clorhídrico 2N.

4.- Material y reactivos.

- Balanza analítica, lectura 0.1 mg.
- Cronómetro.
- Embudo de decantación de 60 ml.
- Embudo de vidrio, de 100 mm de \varnothing .
- Matraz aforado de 1000 ml.
- Papel filtro plegado, 18.5 cm. de \varnothing .
- Pipetas aforadas de 1 y 20 ml.
- Pipetas graduadas de 2 y 20 ml.
- Probetas graduadas de 50 y 500ml.
- Tubos de ensayo con tapón normalizado.

- Varilla de vidrio.
- Vaso de 100 ml.
- Vaso de erlenmeyer, de 50 ml.
- Acido clorhídrico, 2 N.
- Cloroformo, p. anal.
- Hidróxido de sodio, en lentejas p. anal.
- Naranja de metilo.
- Sulfato de sodio anhídrido, p. anal.

5.- Procedimiento.

- Introducir 20 ml de leche en un embudo de decantación de 60 ml.
- Añadir 0.2 ml de solución de naranja de metilo y 0.4 ml de solución de hidróxido de sodio.
- A continuación añadir 10 ml de cloroformo, agitar fuertemente durante 3 min. y dejar reposar durante 5 min.
- Decantar 20 ml de la parte inferior de la emulsión en una probeta graduada.
- Verter esta emulsión en un vaso que contenga 25-g de sulfato de sodio anhídrido y agitar enérgicamente durante un minuto con una varilla de vidrio.
- Dejar reposar durante algunos instantes (aproximadamente un minuto).
- Decantar el cloroformo en un vaso de erlenmeyer de 50 ml que contiene 10 g de sulfato de sodio anhídrido.
- Enjuagar el sulfato de sodio contenido en el vaso con 5 veces 5 ml de cloroformo y añadir cada vez el cloroformo decantado al contenido del vaso de erlenmeyer.
- Mezclar bien los extractos clorofórmicos reunidos con el sulfato de sodio y dejar reposar durante 5 min. para absorber el resto del agua.

- Filtrar sobre un filtro plegado en un tubo de en sayo con tapón normalizado.
- Añadir 0.5 ml de ácido clorhídrico 2N y tapar.
- Agitar vigorosamente durante 10 seg.
- Dejar reposar hasta que las fases se separen nítidamente.

6.- Notas.

- Cuando se agita la leche con el cloroformo en me dio alcalino se forma una emulsión. En el momento de la decantación, la parte inferior que es igualmente una emulsión, es sin embargo más rica en cloroformo que la parte superior, a pesar de que no haya una línea de separación neta entre las dos fases. Es por esto que no hay que decantar más de 20 ml, de lo contrario, se arrastra demasiada fase acuosa y naranja de metilo.
- Es necesario ensayar cada vez una leche testigo (sin sales de amonio cuaternario) para obtener un valor cero.
- Procurar no hacer la decantación demasiado rápido. Para ello, lo mejor es dejar salir la fase inferior gota a gota.
- Es muy importante que el material de vidrio utilizado para este ensayo aún el que se utiliza pa ra la preparación de los reactivos este excento de indicios de detergentes. Por consiguiente se debe lavar con agua caliente y jabón después enjuagar con agua destilada y alcohol, antes del empleo. No olvidar tratar de la misma manera el recipiente para la toma de la muestra.

7.- Interpretación de los resultados.

En las condiciones normales (leche normal y material de vidrio exentos de detergentes) la fase acuosa acida al final del ensayo es incolora o ligeramente amarillenta.

En presencia de sales de amonio cuaternario, la capa acuosa esta coloreada en rosa o rosa-rojo.

En las condiciones descritas anteriormente, es posible detectar una concentración hasta de 5 - ppm

Determinación del biocromato. (34)

1.- Objetivo.

Poner en evidencia la presencia de bicromato utilizado para prolongar la conservación de la leche.

2.- Principio.

Reacción en medio ácido, de la difenilcarbá zida con el ión $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, dando lugar a una intensa coloración violeta.

3.- Reactivos a preparar.

- Solución acetónica de difenilcarbá zida al 1.0%.
- Ácido clorhídrico 1.0N.

4.- Material y reactivos.

- Balanza analítica, lectura 0.1 mg.
- Cronómetro.
- Matraz aforado de 1000 ml.
- Pipetas graduadas de 10 ml.
- Pipetas Pasteur.
- Probeta de vidrio de 100 ml.
- Tubos de ensayo.
- Acetona, p. anal.
- Ácido clorhídrico fumante min. 37% p. anal - -- (D=1.19).
- Difenilcarbá zida, p. anal. e indicador redox.

5.- Procedimiento.

- Verter en un tubo de ensayo, 10 ml de leche diluída 4 veces con agua destilada (2 ml de leche + 8 ml de agua destilada).

- Añadir 5 gotas de difenilcarbazida y mezclar.
- Verter después 2 ml de HCl 1N, a lo largo de las paredes del tubo de ensayo.
- Esperar 30 segs, mezclar por rotación de la muñeca y comparar con una leche que no contenga bicromato.

6.- Interpretación de los resultados.

Una coloración rosa o violeta indica la presencia de bicromato.

En las condiciones mencionadas anteriormente se puede poner de manifiesto una concentración de 1 ppm de bicromato.

7.- Notas.

La conservación de la leche con bicromato - se consigue generalmente añadiendo 1 g de $K_2Cr_2O_7$ por litro de leche.

Este ensayo permite por consiguiente detectar una leche conservada con bicromato que habría sido diluida 1000 veces con leche fresca.

El límite de percepción visual del bicromato en la leche se sitúa en las inmediaciones de 10 ppm.

CAPITULO IV**CONCLUSIONES.**

Debido a la importancia de la leche como alimento y siendo la materia prima de muchas industrias, se han desarrollado una gran cantidad de técnicas para verificar el grado de calidad de la leche a emplear en la elaboración de productos alimenticios. Estas técnicas van desde las muy sofisticadas hasta las más sencillas como las mostradas en este trabajo, pero, por su sencillez, no dejan de ser muy importantes para la determinación de agentes adulterantes, ya que además son métodos rápidos, baratos y, lo más importante, con un grado muy aceptable de confiabilidad en sus resultados.

El método más sencillo para determinar la adulteración de la leche con agua es usando un lactómetro y determinar su peso específico. Pero, este sistema no es muy exacto ya que no se pueden detectar adiciones de agua menores del 4%. Los más exactos son los métodos que determinan el punto de congelamiento de la leche y el índice de refracción de la leche, con estos métodos se puede formar una tabla de datos en la que se puede determinar la cantidad de agua agregada por medio del cambio en la propiedad física correspondiente.

La composición de la leche se ve afectada por muchas causas ya comentadas en el capítulo II, por esta razón es indispensable antes de poner a la práctica los métodos de detección de agua se ajusten a los estándares de la región en que se va a operar si no la respetabilidad del método severa disminuida. Lo mismo se debe de hacer para las demás determinaciones que lo requieran.

Aun cuando las técnicas dan el suficiente -

criterio para saber si una leche esta o no adulterada, la aplicación de los métodos aquí presentados es mejor al ser hecha por una persona con un poco de práctica para su realización e interpretación, como en el caso de la determinación de la harina, ya que hay varias técnicas en que cuenta la capacidad de interpretación de la persona.

CAPITULO V

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Schneider, K.; *Traité pratique des essais du lait* Les hoirs C. J. Wyss S.A. Berne (1954) - p. 52.
- 2.- Davis, J.G.; Macdonald F.G.; *Richmond's Dairy Chemistry*, Charles Griffin & Co. Ltd., London (1953) p. 427.
- 3.- *Laboratory manual, Milk Industry Foundation, - methods of analysis of milk and its products*, Milk Industry Foundation, Washington, (1952)- p. 317.
- 4.- Davis, J.G.; Macdonald, F.J.; *Richmond's Dairy Chemistry*, Charles Griffin & Co. Ltd. London (1953) p. 113.
- 5.- *Manuel Suisse des denrées alimentaires*, Office central federal des imprimés et du matériel, Berne (1969) Vol. II 1/32.
- 6.- Lyons, J.; O'shea, M.J., *Commercial Methods - of testing milk and milk products*, Cork University Press, B.H. Blackwell Ltd. Oxford - - (1950) p. 161.
- 7.- Tillmans, J., Luckenbach, W., *Milchwirtschaftliche Forschung* 3 (1926) p. 225.
- 8.- Tiersma, P., Venekamp, J.T.N., *Neth. Milk and Dairy*, 4 (1950) p. 165.
- 9.- Woidich, K., Schmid, L., *Z. Lebensm. Unt. - - Forsch.* 102 (1955) p. 167.

- 10.- Hoffer, H.; Oesterr. Milchwiss. Berichte 8 - (1958) p. 83.
- 11.- Kiermeir, F. Handbuch der Lebensmittelchemie, Springer Verlag, Berlin (1968) p. 273.
- 12.- Manuel Suisse des denrées alimentaires. Office central federal des imprimés et du matériel, Berne (1969) Vol. II 1/36.
- 13.- Kiermeier, F., Handbuch der Lebensmittelchemie III/1 Tierische Lebensmittel (milch, butter und käse) Springer Verlag, Berlin (1968) p. 234.
- 14.- Manuel Suisse des denrées alimentaires. Office Centrale federale des imprimés et du matériel, Berne (1969) Vol. II 1/25.
- 15.- Valentinis, G. Boll. Lab. Chim. Provin. 5 - - (1954) p. 122 (resumen de este artículo en - Dairy Science Abstracts 17 (1955) 703).
- 16.- Manuel Suisse des denrées alimentaires. Office central federal des imprimés et du matériel, Berne, (1969) Vol. I, 815.
- 17.- Schwarz, G.; Efferen, J. Molkerei-Zeitung 4 - (1950) p. 899.
- 18.- Alais, Ch. Science du lait, Editions Sep, Paris (1961) p. 23.

- 19.- Beythien, A.; Diermair, W. Laboratorimsbuch - für den Lebensmittelchemiker, Verlag von Theodor Steinkopff, Dresden U. Leipzig (1963) p.- 209.
- 20.- Manuel Suisse des denrées alimentaires. Office central federal des imprimés et du matériel, Berne (1969) Vol. II 1/38.
- 21.- Kay, H.D.; Graham, W.R. J. Dairy Res. 5 (1933) p. 54.
- 22.- Schoenherr, W. Standardmethoden der tierärztlichen Milchuntersuchung, Jena, Fischer, G. (1960) p. 41.
- 23.- Kiermeier, F.; Handbuch der Lebensmittelchemie III/1, Springer Verlag, Berlin (1968) p.- 255-277.
- 24.- Chavannes, D., Demont, P. Controle du lait et des principaux produits laitiers. F. Rouge et Cie. Lausanne (1945) p. 115.
- 25.- Beythien, A., Diermair, W. Laboratoriumsbuch für den Lebensmittelchemiker. Verlag von Theodor Steinkopff, Dresden U. Leipzig (1963) p.- 50.
- 26.- Eegriwe, E. Zeitschrift für Analytische Chemie, 110 (1937) p. 22.
- 27.- A handbook of colorimetric chemical analytical methods, The tintometer Ltd. Salisbury - (1965).



- 28.- Mol, J.; De Haan, A. *Milchwissenschaft*, 13 - (1958) p. 327.
- 29.- *Standard Methods for the examination of Dairy Products*, American Public Health Association- Inc. Broadway N.Y. 19 (1960) p. 289.
- 30.- *Laboratory Manual "Methods of Analysis of Milk and Products"*, Milk Industry Foundation, Washington (1952) p. 384.
- 31.- Davis, J.G.; Macdonald, F.J. *Richmond's Dairy Chemistry*, Ch. Griffin, London (1953) p. 393.
- 32.- Charonnat, R.; Miocque, M.; Younger, J. *Ann.- Pharm. Francaise* 15 (1957) p. 673.
- 33.- Lecoq, R., *Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles*, Doin & Cie. Paris Vol. II (1965) p. 1239.
- 34.- Brouwer, T. *Zuivelbereiding en handel*, 57 - - (1951) p. 483.
- 35.- Rosell, J.M.; Dos Santos, I. *Métodos analíticos de laboratorio Lactológico*. Editorial Labor Madrid (1952) p. 270.
- 36.- Woodman, A.G.; *Food Analysis*. Mc. Graw Hill - New York (1941) cap. IV.
- 37.- Pearson, D.; *The chemical analysis of food*. - Edit. J. & A. Churchill. Londres (1970) 6a. - ed. cap. 12.

- 38.- Hoagland Meyer, L.; Food Chemistry. Reinhold-Publishing Corporation. New York (1960) cap. 8.