



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**DETERMINACIÓN DE ALGUNOS PARÁMETROS FISICO-
QUÍMICOS EN LECHE TETRAPACK.**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
I N G E N I E R A Q U Í M I C A
P R E S E N T A
BRENDA GUADALUPE GÓMEZ PALMA



MÉXICO, D.F.

2008



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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: PEDRO VILLANUEVA GONZÁLEZ.
VOCAL: MARIA DE LOS ANGELES VALDIVIA LÓPEZ
SECRETARIO: GEORGINA ARTEMISA DUARTE LISCI
1er. SUPLENTE: MARIA DEL PILAR CAÑIZARES MACIAS
2do. SUPLENTE: GLORIA GARCÍA RAMÍREZ.

Sitio donde se desarrolló el tema: Laboratorio de Química Analítica, anexo 3D. Facultad de Química (Ciudad Universitaria).

Asesor del tema: Pedro Villanueva González.

Sustentante: Brenda Guadalupe Gómez Palma

DEDICATORIA

A la memoria de JOSE MANUEL SANCHEZ TINOCO.

*E*n los días que se me han concedido habitar
*L*a tierra jamás imagine conocer a

*A*lguien que con un solo roce de sus
*M*anos, con tan solo mirar mis
*O*jos, pudiese despertar en mí el
*R*omanticismo, el cariño, el

*D*eseo de estar siempre a su lado y
*E*ntregarle lo mejor de mí, alguien que

*M*e muestre con gran ternura la
*I*lusión de un gran amor, el amor de mí

*V*ida. Y así es, lo encontré en ti,
*I*nesperadamente llegaste a alegrar mis
*D*ías, llenando de colores mi cielo y de
*A*mor a mi corazón, **TE AMO...**

Verónica Reynoso.

Este camino lo debimos recorrer juntos hace cinco años, aún no me queda claro por qué te fuiste, pero cada día que pasa me queda más claro que ya no estás; sin embargo, este pequeño paso que doy en la vida es un paso por los dos.

FUISTE, ERES Y SERÁS EL AMOR DE MI VIDA.

A mi papito Raúl,
por ser el HÉROE de mi vida, por trabajar tanto por mí, por darme siempre lo mejor, por escucharme, por tus regaños, por reír conmigo, por enseñarme a hacer las cosas bien y con responsabilidad, por darme libertad, seguridad y valor ante la vida, por ser simplemente MI PAPÁ.

A mi mamá Morena,
por preocuparte por mí, por atenderme, por querer siempre mi bienestar, por enseñarme a ser constante en lo que hago y simplemente por quererme.

A mi hermano (NIÑO),
por estar conmigo para compartir buenas y malas experiencias, por pelear por cualquier cosa, por querer ser alguien importante y buscar siempre sobresalir entre los demás con humildad y respeto.

A mis abuelitos Toño y Mary,
por ser la base de mi familia, Gracias: por sus consejos, por encargarse de mí cuando no podían mis padres, por compartir sus experiencias de vida conmigo, por siempre tener un tiempo para mí, por escucharme, por consolarme y abrazarme. Los quiero Mucho!

A mis tíos Pepe, Mayo y Arturo,
por quererme, colaborar en mi educación, por enseñarme a tomar una pluma, por hacerme analizar, por apoyarme en todas mis locuras, por inspirarme y por compartir buenos y malos momentos de la vida.

A mi tía Licha y Estelita,
por toda las enseñanzas que me dieron, por siempre tener disposición para escucharme y apoyarme en todo lo que quiero, por guiarme al crecer, por tomar en serio mis ideas, por reír y sentir las malas experiencias conmigo.

A mi tío Ricardo,
por siempre creer en mí, por darme opciones ante la vida, por analizar situaciones que generalmente me parecen desastrosas y demostrarme que no lo son tanto, por siempre tener una mano extendida para mí.

A mis tías Vero, Rocío, Paty,
por escucharme, por reír y bromear con mis ideas, por darme un consejo, por la paciencia que tienen conmigo.

A todos mis primos,
por que sin sus locuras no tendría de que reírme o sorprenderme cada vez que se de alguna historia.

A mi tía Chela,
por estar siempre al pendiente de todos nosotros, por alegrarse cada vez que me escucha, por apoyarme y respetar mis ideas.

A mi abue Angelita (q.d.e.p)
por tener siempre una oración para mí, por dedicarme una sonrisa y darme un espacio en su corazón.

A la Abuela,
por abrazarme y consolarme en cada recaída que he tenido, por no dejar de creer en mí, por darme ánimos, por que esta experiencia, logre darle una alegría como si fuera de dos.

A Memo,
por tener esa eterna calma al escucharme, por soportar mis visitas inesperadas, mis ataques de besos y por siempre estar al pendiente de mis avaces.

Al Pavo, Perrito y Topil,
por soportar mis llantos, mis desesperaciones, mis demostraciones toscas de afecto, por tener la puerta abierta de su corazón, por darme ánimos y palabras de consuelo.

A las chicas Lucy y Huicha.
por darme un espacio en su corazón y en su casa, por extrañarme y preguntar por mí.

A la China y Güera,
por reír, llorar, analizar y olvidar en los buenos y malos momentos de la vida.

A todos los sobrinos,
Karen, Pollo, Pau, Tata y Champis, por que esto sirva de inspiración en un futuro para ustedes, y después sea yo quién los vea en mi lugar.

¡A TODA MI FAMILIA, GRACIAS POR ESTAR EN MI VIDA!

AGRADECIMIENTOS.

A la Universidad Nacional Autónoma de México,
por ser mi segunda casa, prepararme como profesionista para enfrentarme al mundo con valor y conocimientos firmes.

A la Facultad de Química,
el lugar donde viví muchas alegrías y tristezas, donde conocí muchas personas que me inspiraron a seguir adelante, no olvidaré las aulas y los laboratorios que se me prestaron para adquirir algún conocimiento.

A mi asesor y amigo Pedro Villanueva,
tan solo te puedo decir *¡Gracias!* por todo lo que me has soportado en mis arranques, mis berrinches, mis bromas, mis cantos, etc. en el laboratorio, simplemente sin ti, esto no sería posible, ya que siempre estás ahí para salvarme, escucharme y apoyarme en todo lo que he iniciado, por darme un espacio para desarrollar una idea, por confiar en mí y darme la libertad necesaria de trabajar en el laboratorio, por compartir tus conocimientos conmigo y por tolerar mis tardanzas.

A la profesora María de los Angeles Valdivia,
por su infinita paciencia, sus valiosas aportaciones, su tiempo dedicado para consolidar de la mejor manera esta investigación.

A la profesora Georgina Duarte,
por su tiempo, sinceridad y amabilidad en el desarrollo de este trabajo.

Al profesor Faustino Juaréz,
le agradezco su tiempo, dedicación y esfuerzo por revisar mi trabajo, por alentarme a seguir adelante y no dejar que otros me detengan en mis proyectos.

Al profesor Ramiro Domínguez Danache,
por que no solo has sido un profesor de aula para mí, también has sido un profesor ante la vida, siempre has tenido palabras de aliento, regaños, consejos y sugerencias para mis acciones. Siempre es grato entablar una charla contigo y tratar de aprender de tus experiencias.

A Rebeka
por todo tu apoyo, por calmar mis desesperaciones y angustias, por tener siempre un pensamiento positivo y trabajar conmigo en el laboratorio, a pesar de tener trabajo del colegio.

A Dan Jetro,
por toda la paciencia que tuviste por las tardes, por ayudarme con el material, por involucrarte en algo que aún no conoces y siempre tuviste una disposición por ayudarme.

A la Vikinga,

por apoyarme moral, física y mentalmente en el desarrollo de este trabajo, por darme palabras de aliento, de calma y de demostrarme que la meta estaba muy cerca, por compartir tus conocimientos conmigo, siempre en las buenas y en las malas, por hacerme reír por alguna simplicidad y por darle la importancia a esto como si fuera tuyo.

A Edgar (Pasito),

por sentarte infinitas tardes a ayudarme a leer, corregir, escribir, borrar, ordenar y buscar datos para este trabajo, por sacrificar tus tiempos de dar clases, por soportar mis enojos y desesperaciones, pero lo más importante, gracias por ser mi amigo y apoyarme siempre sin condiciones, por hacerme reír y soportar las salidas tardes del laboratorio.

A la comadre,

por compartir tantas alegrías, tristezas, angustias, sorpresas, aventuras y derrotas que hemos tenido en la vida.

A Rafa, Jorge, Rosa y Fer,

por tener la paciencia suficiente para ayudarme cuando algo pasaba con la computadora, por las esperas maratónicas al final del día, por si necesitaba material, darme palabras de aliento y por estar pendiente del desenlace de esta experiencia.

Al Sr. Javier,

por proporcionarme el material que necesitaba, por los ánimos y los momentos de comida tan agradables que disfrutamos.

A Manuel,

por esperar mis salidas del laboratorio por las noches, por hacerme reír y nunca quejarse de mis cantos.

A Geo,

por siempre creer en mí, por involucrarte en este proyecto, por alegrarte conmigo y preocuparte conmigo, y por nunca dejarme sola.

A Carmen,

por ser una excelente cómplice, amiga y compañera de trabajo, sin tu apoyo no se hubiera terminado esto, gracias por preocuparte siempre y darme un pequeño espacio en tu vida.

No quiero olvidar a nadie, pero a todas y cada una de las personas que colaboró conmigo para completar este proceso de mi vida, ¡MIL GRACIAS!

ÍNDICE

	Página
Objetivos	
Introducción	1
Capítulo I: Antecedentes.	3
1.1 Fotometría de flama	3
1.1.1 Flama	4
1.1.2 Fenómenos que tienen lugar en la flama	5
1.1.3 Fotómetro de flama	6
1.1.4 Análisis cuantitativo	8
1.1.5 Interferencias	8
1.1.6 Límite de detección	9
1.2 Leche	
1.2.1 Generalidades y composición de la leche	10
1.2.2 Parámetros físicos de la leche	10
1.2.2.1 Sabor de la leche	11
1.2.2.2 Color de la leche	11
1.2.2.3 pH de la leche	11
1.2.2.4 Densidad de la leche	12
1.2.2.5 Tensión superficial de la leche	12
1.2.2.6 Viscosidad de la leche	12
1.2.2.7 Conductividad eléctrica de la leche	12
1.2.3 Papel nutritivo de la leche	13
1.2.4 Características de la leche en los diferentes procesos de conservación	13
1.2.5 Parámetros químicos de la leche	15
1.2.5.1 Generalidades de calcio, sodio y potasio	15
1.2.5.2 Parámetros del sistema	16
1.2.5.2.1 Linealidad	16
1.2.5.2.2 Precisión	17
1.2.5.2.3 Exactitud	17
1.2.5.2.4 Repetibilidad	17
Capítulo II: Parte experimental.	18
2.1 Leches evaluadas	19
2.2 Determinación de parámetros físicos de la leche	20
2.2.1 pH de la leche	20
2.2.2 Densidad de la leche	20
2.2.3 Conductividad de la leche	20
2.2.4 Materia sólida	20
2.2.5 Humedad	21

2.2.6 Materia orgánica	21
2.2.7 Cenizas	21
2.3. Determinación de parámetros químicos	22
2.3.1 Preparación de las disoluciones estándar de calcio, sodio y potasio	22
2.3.2 Preparación de diluciones estándar de trabajo	23
2.3.3 Parámetros del sistema	24
2.3.3.1 Metodología para la obtención de la linealidad del sistema	24
2.3.3.2 Metodología para la obtención de la precisión del sistema	24
2.3.3.3 Metodología para la obtención de la exactitud y repetibilidad del sistema	25
2.3.4 Gráficas de calibración para calcio, sodio y potasio	
2.3.4.1 Gráfica de calibración del calcio	25
2.3.4.2 Gráfica de calibración del sodio	26
2.3.4.3 Gráfica de calibración del potasio	27
2.3.4.4. Determinación de calcio, sodio y potasio en leche	28
Capítulo III: Resultados.	30
3.1 Determinación de parámetros físicos	30
3.1.1 pH	30
3.1.2 Densidad	31
3.1.3 Conductividad	32
3.1.4 Materia sólida	33
3.1.5 Materia orgánica	34
3.1.6 Humedad	34
3.1.7 Cenizas	35
3.2 Determinación de parámetros químicos	
3.2.1 Parámetros del sistema. Linealidad	
3.2.1.1 Linealidad para calcio	36
3.2.1.2. Linealidad para sodio	38
3.2.1.3 Linealidad para potasio	40
3.2.2 Precisión del sistema	42
3.2.3 Exactitud y repetibilidad	44
3.2.4 Determinación de calcio en leche	46
3.2.5 Determinación de sodio en leche	47
3.2.6 Determinaciones de potasio en diferentes leches	48
Capítulo IV: Análisis de resultados	49
Capítulo V: Conclusiones	56
Capítulo VI: Bibliografía	57
Anexos	59

ÍNDICE DE FIGURAS Y GRÁFICAS

Figura	Nombre	Página
No 1.	Esquema en donde se muestran las zonas más importantes de la flama	4
No 2.	Partes más importantes de un fotómetro de flama: nebulizador, entradas de los gases combustible y comburente, fuente de emisión, monocromador y detector.	7
No 3.	Plan de trabajo para la determinación de los parámetros, base de este trabajo.	18
No 4.	Plan de trabajo para la determinación de calcio, sodio y potasio en leche tetrapack de 250 mL aproximadamente.	29

Gráfica	Nombre	Página
No 1	Gráfica de calibración para calcio en leche envasada en tetrapack.	26
No 2.	Gráfica de calibración para sodio en leche envasada en tetrapack.	27
No 3.	Gráfica de calibración para potasio en leche envasada en tetrapack.	28
No 4.	Determinación de la linealidad para calcio.	37
No 5.	Determinación de la linealidad para sodio.	39
No 6.	Determinación de la linealidad para potasio.	41

ÍNDICE DE ANEXOS.

Anexo	Nombre	Página
A	Material, equipo y reactivos.	56
B	Parámetros físicos.	57
C.	Uso y manejo adecuado del fotómetro de flama.	59
D.	Símbolos, abreviaturas y fórmulas.	60
E.	Parámetros químicos.	62

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla	Nombre	Página
No 1.	Límite de detección en nanogramos por mL de disolución para calcio, sodio y potasio.	9
No 2.	Composición general porcentual de la leche.	10
No 3.	Características de la leche en los diferentes procesos de conservación.	14
No 4.	Composición en sales minerales de leche de vaca	16
No 5.	Código de las diversas leches evaluadas en este trabajo.	19
No 6.	Preparación de la serie estándar de trabajo de calcio.	23
No 7.	Preparación de la serie estándar de trabajo de sodio.	23
No 8.	Preparación de la serie estándar de trabajo de potasio.	24
No 9.	Porcentajes de emisión para las disoluciones estándar de trabajo para calcio.	25
No10.	Porcentajes de emisión para las disoluciones estándar de trabajo para sodio.	26
No11.	Porcentajes de emisión para las disoluciones estándar de trabajo para potasio.	27
No12.	Medición de pH en leches envasadas en tetrapack de capacidad aproximada de 250 mL	30
No13.	Densidad de leches envasadas en tetra pack.	31
No 14.	Conductividad eléctrica de leches envasadas en tetra pack.	32
No 15.	Materia sólida en leches envasadas en tetra pack.	33
No 16.	Materia orgánica y su porcentaje contenida en leches envasadas en tetrapack.	34
No 17.	Humedad y su porcentaje contenido en leches envasadas en tetrapack.	34
No 18.	Cenizas obtenidas en calcinación de leches envasadas en tetra pack	35

No 19. Linealidad para la determinación de calcio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v correspondientes a 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de calcio.	36
No 20. Criterios de aceptación para la determinación de calcio por fotometría de flama	37
No 21. Linealidad para la determinación de sodio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de sodio.	38
No 22. Criterios de aceptación para la determinación de sodio por fotometría de flama	39
No 23. Linealidad para la determinación de potasio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de potasio.	40
No 24. Criterios de aceptación para la determinación de potasio por fotometría de flama.	41
No 25. Precisión para la determinación de calcio por fotometría de flama, en ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de calcio.	42
No 26. Precisión para la determinación de sodio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de sodio.	42
No 27. Precisión para la determinación de potasio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de potasio.	43
No 28. Precisión del sistema para la determinación de calcio, sodio, potasio en leche.	43
No 29. Exactitud y repetibilidad para la determinación de calcio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 p/v, correspondientes a 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de calcio.	44
No 30. Exactitud y repetibilidad para la determinación de sodio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de sodio.	44

No 31. Exactitud y repetibilidad para la determinación de potasio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de potasio	45
No 32. Exactitud y repetibilidad del sistema para la determinación de calcio, sodio, potasio en leche.	45
No 33. Determinaciones de calcio en diferentes leches evaluadas.	46
No 34. Determinaciones de sodio en diferentes leches evaluadas.	47
No 35. Determinaciones de potasio en diferentes leches evaluadas.	48

El diseñar y establecer metodologías para la cuantificación de analitos en diferentes muestras, es una de las principales ocupaciones y preocupaciones del profesional de la Química Analítica; en la práctica diaria en los laboratorios se llevan a cabo determinaciones de concentración de algunos compuestos de vital importancia para los seres humanos, por métodos instrumentales.

La aportación de este trabajo experimental radica en el uso de una técnica instrumental que no requiere de un tratamiento complejo de la muestra a diferencia de técnicas como la espectroscopia de absorción o emisión atómica, cromatografía de líquidos de alta resolución, activación neutrónica, etc., las cuales son altamente costosas.

La fotometría de flama, ha encontrado numerosas aplicaciones en el análisis elemental; una de ellas es la determinación de sodio, potasio y calcio en diversas muestras, debido a su rapidez, sensibilidad, economía y libertad relativa de interferencia, se considera retomar esta técnica e introducirla en las prácticas de todos los cursos correspondientes de Química Analítica,

La leche es definida como el líquido obtenido en el ordeño higiénico de vacas bien alimentadas y en buen estado sanitario, sin embargo desde el punto de vista físico-químico nos referimos a un producto muy complejo.

La leche de vaca cruda es un líquido de color blanco amarillento que ha adquirido gran importancia en la alimentación humana. Al hablar de leche, se entiende que proviene de la vaca; en caso de no ser así, debe especificarse la procedencia como: leche de cabra, leche de oveja, leche de camella, etc. La leche cruda de vaca no se destina directamente al consumo humano, sino que es sometida a diferentes tratamientos térmicos a través de los cuales se obtienen las leches de consumo.

Es esencial en los primeros años de la infancia, ya que es una de las principales fuentes de calcio para el crecimiento fuerte de los huesos y dientes, en la adolescencia es importante ingerirla porque se termina de formar la masa ósea. La ingesta necesaria

de calcio es de 1100 mg/día. Otro de los minerales que aporta la leche es el sodio, siendo el principal catión del plasma; la presión osmótica del plasma, se correlaciona con la concentración de sodio en el mismo. La cantidad de sodio requerida por el organismo equivale a 400 mg/día. De igual forma, el potasio aportado por la leche genera ciertos beneficios en el cuerpo humano como el de mantener la presión normal en el interior y el exterior de las células, regular el balance de agua en el organismo y disminuir los efectos negativos del exceso de sodio. El requerimiento de potasio equivale a 3500 mg/día.

OBJETIVOS

- Contribuir al estudio de la leche, obteniendo información acerca del contenido de calcio, sodio y potasio en leche envasada tetrapack.
- Desarrollar una metodología rápida y sencilla que cumpla con ciertos parámetros de validación como: la linealidad, la precisión, la exactitud y repetibilidad, para la determinación de calcio, sodio y potasio en leche.
- Aplicar esta técnica, al trabajo de la enseñanza práctica de los laboratorios de Química Analítica Instrumental I.

La espectroscopia atómica, es una de las principales herramientas de la química analítica, especialmente en el medio industrial. Se caracteriza por vaporizar las muestras a altas temperaturas, las concentraciones de átomos seleccionados se determinan midiendo la absorción o emisión en sus longitudes de onda características. Debido a su alta sensibilidad y a la facilidad con la cual muchas muestras pueden analizarse, es común determinar concentraciones de analito en partes por millón e inclusive, en partes por billón.

Los métodos espectrofotométricos de emisión se basan en la excitación de los átomos en estado gaseoso por medios térmicos o eléctricos. Los átomos excitados emiten su radiación característica al regresar a su estado basal o fundamental, dichas radiaciones se localizan en la región ultravioleta y visible del espectro. La intensidad de la emisión de un elemento a una longitud de onda característica es proporcional a la concentración del elemento en la muestra. Por lo general, estos métodos se aplican en la determinación de metales y metaloides, ya que los no metales son difíciles de excitar.

1.1 Fotometría de flama.

La fotometría de flama, es un método instrumental de análisis, aplicable a múltiples muestras de fluidos biológicos, alimentos, vidrios, cementos, fertilizantes entre otras. Se emplea para determinar el sodio, potasio, calcio, bario y litio. El sodio y el potasio son elementos que se determinan con más frecuencia con este método, debido a la solubilidad de sus sales y a que existen pocos métodos analíticos para su determinación y probablemente caros, como la utilización del ácido cloroplatínico para la determinación del potasio, el calcio se puede determinar por varios métodos analíticos dentro de los cuales está el de fotometría de flama.

Durante el análisis por fotometría de flama, se debe conseguir que los átomos de la muestra pasen a la forma de átomos libres en fase gaseosa; la excitación de los átomos gaseosos se debe al paso de un electrón a un nivel más alto de energía, y al

volver a su estado basal emite radiaciones correspondientes a las regiones ultravioleta o visible del espectro electromagnético, el objetivo es cuantificar la intensidad de la energía emitida por los átomos.¹

El equipo que se utiliza en la fotometría de flama consta de los siguientes elementos:

- La fuente de radiación que provoca la activación de los átomos, es una flama.
- El monocromador, que generalmente es un filtro de interferencia y en aparatos sencillos, son redes de bajo poder de resolución.
- El detector es en general un fototubo, en el cual choca la radiación amplificándola y convirtiéndola en corriente eléctrica que se puede medir directamente o en sistemas más complicados.

1.1.1 Flama

Una flama típica⁴ consta de: cono interno, zona interconal y cono externo como se muestra en la siguiente figura No 1:

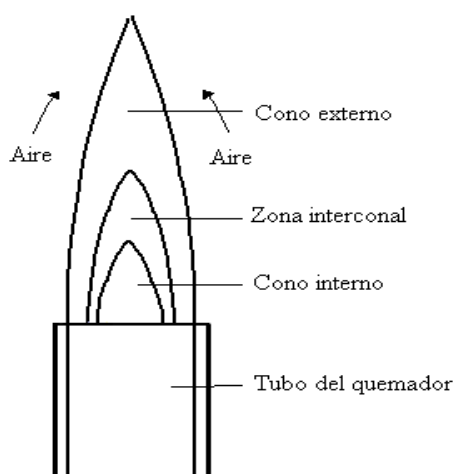


Figura No 1. Esquema en donde se muestran las zonas más importantes de la flama

¹ Skoog D.; West D.; Holler J., Fundamentos de Química Analítica”, 8ª Edición., Mc Graw Hill, 1995

⁴ Rouessac F.; Rouessac A.; Análisis Químico Método y Técnicas Instrumentales Modernas. Editorial Mc Graw-Hill, España 2003.

En el cono interno, generalmente se lleva a cabo una combustión parcial, es decir sin equilibrio térmico. Es muy poco utilizada para trabajo analítico.

La zona interconal, es la llamada parte caliente de la flama y en ella tiene lugar una combustión completa y se alcanza casi un equilibrio termodinámico; esta flama es la que se utiliza prácticamente en análisis por fotometría de flama.

La región del cono externo, es una zona de combustión secundaria en la que los productos parcialmente oxidados como el monóxido de carbono pueden completar su combustión. Esta región se enfría por el aire circundante y es, en general, una región poco útil.

Se utiliza una mezcla de un gas combustible y un gas oxidante; al utilizar distintos gases se podrán obtener distintas temperaturas dando como resultado flamas frías y flamas calientes, que se utilizan según el elemento a determinar. Para el calcio, es necesario emplear flamas calientes; en cambio para determinar metales alcalinos como sodio y potasio, se utilizan flamas frías, ya que al utilizar flamas calientes se producirán iones de estos metales, en lugar de átomos.²

La flama tiene tres funciones básicas¹: permite pasar la muestra a analizar del estado líquido al estado gaseoso; descompone los compuestos moleculares del elemento de interés en átomos individuales o en moléculas sencillas y excita estos átomos o moléculas.

La sensibilidad de la fotometría con flama depende de la temperatura, a mayor temperatura, el número de átomos excitados es mayor y a su vez, la radiación emitida es proporcional al número de átomos excitados.

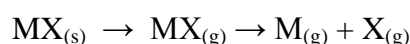
1.1.2 Fenómenos que tienen lugar en la flama.¹

² Willard H., et. al., Métodos Instrumentales de Análisis. Grupo Editorial Iberoamerica, México 1991.

¹ Skoog D.; West D.; Holler J., Fundamentos de Química Analítica[™], 8ª Edición., Mc Graw Hill, 1995

Al pasar la disolución que contiene el analito en estudio sobre la flama, se producen los siguientes fenómenos:

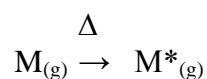
- 1.- Se evapora el solvente dejando como residuo diminutas partículas de sal seca.
- 2.- Se vaporiza el sólido convirtiéndolo parcialmente en átomos gaseosos, de acuerdo con la reacción general:



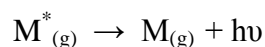
M = metal

X = anión

- 3.- Excitación de los átomos por calor:



- 4.- Regreso de los átomos excitados a su estado basal emitiendo un fotón de luz ultravioleta o visible:



- 5.- Parte de los átomos neutros o de los radicales que se encuentran en la flama pueden combinarse para formar nuevos compuestos gaseosos. La formación de estos compuestos reduce la población de los átomos neutros en la flama y constituye las llamadas interferencias químicas que se presentan en los métodos de análisis que utilizan flama.

1.1.3 Fotómetro de flama.

La muestra al ser sólida o gaseosa debe pasarse a disolución; se pueden utilizar dos tipos de disolvente: agua o disolventes orgánicos, cuando se emplea agua se añade ácido clorhídrico, porque los cloruros de metales alcalinos y alcalinotérreos son menos estables y pueden pasar a la fase gaseosa más fácilmente y a partir de ahí conseguir átomos libres de otras sales como: fosfatos, carbonatos, nitratos, etc.

En el análisis de calcio, sodio y potasio, la muestra es aspirada por medio de un nebulizador que descarga la muestra en forma de aerosol (atomizada) a una flama. Los

átomos son excitados en la flama a un nivel de energía mayor, al regresar a su estado fundamental emiten energía en forma de luz de una longitud de onda característica, para el caso del calcio es de 423 nm, para el sodio es de 589 nm y para el potasio es de 768 nm, que son específicas para el análisis de estos elementos.

La luz pasa a través de un filtro o un monocromador que selecciona la longitud de onda de la luz emitida por los átomos de calcio, sodio o potasio. La luz pasa a un detector de tipo fototubo integrado al sistema de lectura que puede ser digital o analógico. La intensidad de la luz es emitida y la respuesta eléctrica del detector, son directamente proporcionales a la concentración de calcio, sodio o potasio.

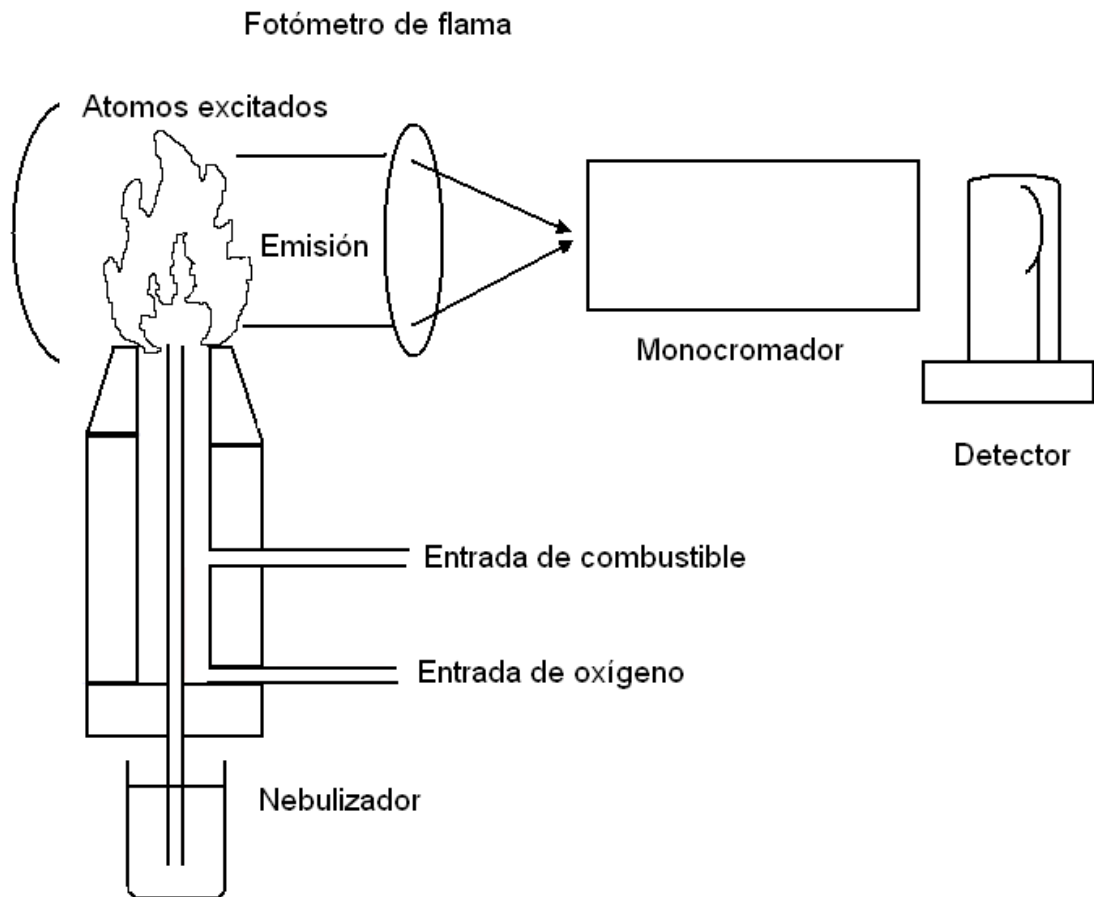


Figura No 2. Partes más importantes de un fotómetro de flama: nebulizador, entradas de los gases combustible y comburente, fuente de emisión, monocromador y detector.

1.1.4 Análisis cuantitativo

El análisis cuantitativo en fotometría de flama, está basado en que la cantidad de energía desprendida por el número de átomos activados es proporcional a la cantidad inicial de la muestra del que se parte, pero puede haber una serie de interferencias a lo largo del proceso que rompa esa proporcionalidad; las gotas que llegan al mechero deben ser de tamaño pequeño y homogéneo para que la vaporización del disolvente sea constante y no varíe la temperatura de la flama bruscamente, ya que de la temperatura de la flama van a depender, del número de partículas de sólido que pasan a vapor y de la fracción de átomos libres que se producen; a menor temperatura, menor atomización.

1.1.5 Interferencias.

Existen varias causas que producen interferencias en las determinaciones analíticas de calcio, sodio y potasio por fotometría de flama y estas son: Interferencia por fondo de la flama, interferencias físicas, interferencias químicas e interferencias por ionización.

- Fondo de la flama: este es pequeño en la mayor parte de las regiones del espectro; las flamas que se obtienen empleando combustibles con acetileno producen una radiación intensa pero al conocer su longitud de onda, en algunos casos se puede evitar. Muchos de los elementos, al encontrarse en concentraciones altas, presentan una radiación continua además de la de fondo de la flama, en estos casos es necesario restar la intensidad de dicho fondo.

- Las interferencias físicas⁵, pueden modificar los procesos de aspiración, nebulización, desolvatación y volatización, así las sustancias de la muestra que cambian la viscosidad de la disolución pueden alterar la velocidad de flujo y la eficacia del proceso de nebulización. Los componentes combustibles, como los disolventes orgánicos modifican la temperatura del atomizador y como consecuencia afectan indirectamente a la eficacia de la atomización.

⁵ Rubinson K.; Rubinson J.; Análisis Instrumental. Editorial Prentice Hall, España 2001

- Las interferencias químicas¹, son causadas por cualquier componente de la muestra que reduzca el grado de atomización del analito, para reducir esta interferencia se agregan agentes de liberación, que son especies que reaccionan de manera preferente con el interferente y previenen su interacción con el analito. Los agentes protectores previenen la interferencia al formar de manera preferente especies estables, a la vez que volátiles con el analito, por ejemplo: la sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético y la 8-hidroxiquinolina.

- Las interferencias por ionización, pueden ser un problema cuando se analizan metales alcalinos con una flama de temperatura relativamente baja, u otros elementos a mayor temperatura. Los metales alcalinos tienen los potenciales de ionización más bajos, por lo cual son los que se ionizan más extensamente en la flama y como los átomos ionizados tienen niveles de energía diferentes de los átomos neutros, la intensidad de la señal atómica disminuye.¹¹

Para reducir la interferencia anterior, podemos utilizar un supresor de ionización, que es un elemento que se agrega a una muestra para reducir el grado de ionización del analito.¹

1.1.6 Límite de detección.

El límite de detección¹, es la concentración de un elemento que da una señal igual a tres veces el nivel de ruido pico a pico a partir de la línea base. El nivel de ruido de la línea base se debe medir mientras se aspira en la flama un blanco. A continuación se presenta la siguiente tabla con los límites de detección de calcio, sodio y potasio.

Limite de detección en ppm	
Elemento	Emisión de flama
Ca	1×10^{-4}
K	5×10^{-4}
Na	5×10^{-5}

Tabla No 1. Límite de detección en partes por millón de disolución para calcio, sodio y potasio.

¹ Skoog D.; West D.; Holler J., Fundamentos de Química Analítica”, 8ª Edición., Mc Graw Hill, 1995

¹¹ Harris Daniel, Análisis Químico Cuantitativo, Grupo Editorial Iberoamérica, E.U.A 1991

1.2 Leche

1.2.1 Generalidades y composición de la leche.

La leche es un sistema coloidal, constituido por una disolución acuosa de lactosa en 5%, sales en 0.7%, las proteínas se encuentran en estado de suspensión en 3.2% y la materia grasa en estado de emulsión. El extracto seco total de la leche, es en promedio del 13.1% y el extracto seco desengrasado del 9.2%. La composición exacta de una muestra de leche, únicamente se puede conocer mediante su análisis químico.

Los factores que modifican el contenido en materia grasa también afectan al de extracto seco desengrasado, los cuales pueden ser: raza, edad, alimentación, salud entre otros; los valores más comunes se encuentran entre 32 y 42 gramos de grasa por litro, es decir en 3.2 y 4.2%. Se debe señalar que las principales variaciones se deben a las características individuales de cada vaca; a medida que se va mezclando la leche procedente de distintos rebaños en la fábrica, la composición es cada vez más constante y las variaciones menos significativas⁹.

A continuación se presenta la tabla No 2 con los componentes generales de la leche.⁹

Agua	86.9 %
Materias grasas	3.9 %
Proteínas y sustancias nitrogenadas no proteicas	3.2 %
Carbohidratos	5.1 %
Sales	0.9 %

Tabla No 2. Composición general porcentual de la leche.

1.2.2. Parámetros físicos de la leche.

Los componentes de la leche se encuentran en diferentes formas físicas; el estado físico depende principalmente del grado de dispersión.

⁹ Dumais, Robert, et al., Ciencia y tecnología de la leche. Principios y aplicaciones. España: Editorial Acribia, S.A., Zaragoza, 1991

1.2.2.1 Sabor de la leche.

La leche tiene normalmente un sabor suave, agradable y ligeramente dulce. Los métodos modernos de obtención y refrigeración de la leche han contribuido de forma muy importante a la conservación del sabor característico de la leche; sin embargo la utilización de frío no impide el desarrollo de gérmenes psicrótrofos* que pueden producir la hidrólisis de algunos componentes de la leche, alterando su sabor.

1.2.2.2 Color de la leche.

El color de la leche tiene una cierta importancia en la industria lechera porque a menudo se considera como un indicativo de su riqueza en grasa. La reflexión de la luz sobre las partículas opacas en suspensión (micelas de caseína, glóbulos grasos, fosfatos y citrato de calcio) da a la leche su color blanco. El grado de blancura varía con el número y tamaño de las partículas en suspensión, cuando hay pocas partículas de gran tamaño, las longitudes de onda elevadas son menos interceptadas y el color de la leche tiende a ser azulado. La reducción del tamaño de las micelas por disminución del contenido en calcio o por la acción del frío, puede modificar el grado de blancura de la leche⁹.

Las leches anormalmente ricas en sodio y potasio, tienen tendencia a ser menos blancas porque los caseinatos de sodio y potasio son más solubles que los caseinatos de calcio, esto se traduce en una disminución del tamaño de las micelas de caseína y probablemente también de su número.

1.2.2.3 pH de la leche.

La determinación analítica más frecuente en tecnología lechera, es la valoración de la acidez, la cual es un parámetro muy constante y su aumento indica una anomalía.

El pH (acidez activa) de una leche normal varía entre 6.2 y 6.8. El calostro** es más ácido que la leche normal, mientras que la leche del final de lactación y de las vacas enfermas, tienen generalmente un pH más elevado. Todos los componentes

* psicrótrofo: germen que tiene la capacidad de subsistir a partir de 5 °C de temperatura.

⁹ Dumais, Robert, et al., Ciencia y tecnología de la leche. Principios y aplicaciones. España: Editorial Acribia, S.A., Zaragoza, 1991

** calostro: secreción viscosa, amarillenta y amarga de la mama que aparece durante un periodo de 6 a 7 días después del parto.

capaces de combinarse con iones básicos contribuyen a la acidez de la leche; este equilibrio entre los constituyentes básicos: sodio, potasio, magnesio, calcio e hidrógeno y los constituyentes ácidos: fosfatos, citratos, cloruros, carbonatos, hidroxilos y proteínas, determinan la acidez de la leche.⁹

1.2.2.4 Densidad de la leche.

La densidad media de la leche a 15 °C es de 1,032 g/mL (1,028-1,035 g/mL), es la resultante de la densidad intrínseca de cada uno de sus componentes; de igual manera la presencia de aire en la leche hace disminuir su densidad. Es conveniente medir la densidad a 30 °C para que la materia grasa se encuentre en estado líquido, ya que en estado sólido la grasa tiene una densidad superior y bastante variable.

1.2.2.5 Tensión superficial de la leche.

Se produce un aumento de la tensión superficial por: calentamiento, agitación y homogeneización; por el contrario, la liberación de ácidos grasos en la hidrólisis de los glicéridos hace que la tensión superficial de la leche, disminuya considerablemente.

1.2.2.6 Viscosidad de la leche.

En la leche, la viscosidad es función del número, tamaño de sus partículas y de la temperatura; sobre este parámetro influyen principalmente las proteínas y la materia grasa; de manera menos importante es el efecto de la lactosa y de las sales.

1.2.2.7 Conductividad eléctrica.

La capacidad de la leche para conducir electricidad, es esencialmente función del número de iones o de partículas cargadas que contiene. Los iones que contribuyen en mayor parte son los más móviles y libres como el Na^+ , K^+ y Ca^{2+} , de igual forma que las constantes de disociación y la movilidad de los iones; la conductividad aumenta con la temperatura⁹. La conductividad de una disolución a pesar de ser un parámetro bastante general, refleja la presencia total de los iones en una disolución en proceso.

⁹ Dumais, Robert, et al., Ciencia y tecnología de la leche. Principios y aplicaciones. España: Editorial Acribia, S.A., Zaragoza, 1991.

En la leche normal, la conductividad eléctrica es del orden de de $5000 \mu\text{S cm}^{-1}$ a $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Esta medida, se ha utilizado con éxito para diagnosticar la infección de la ubre de la vaca, ya que las leches mamíficas (leches más saladas), tienen un alto contenido en iones de sodio y cloro; sin embargo, a pesar de que la adición de agua disminuye la conductividad, esta constante es demasiado variable y su determinación no puede servir como único sistema para detectar el aguado de la leche.

1.2.3 Papel nutritivo de la leche.

Las proteínas de la leche tienen una doble importancia nutritiva, por una parte suponen más del 22% de las sustancias proteicas recomendadas y por otra, como su composición es muy equilibrada, son una excelente fuente de aminoácidos esenciales, principalmente de aquellos que el organismo no es capaz de sintetizar.

La lactosa⁹, es el principal glúcido de la leche, se hidroliza en el sistema digestivo en glucosa y galactosa. La glucosa se utiliza esencialmente como fuente de energía, ya sea directamente o almacenada en forma de glucógeno en el hígado y los músculos e incluso en forma de lípidos por la síntesis de triglicéridos a partir de intermediarios producidos en el metabolismo de la glucosa. Los triglicéridos de la leche, en el sistema digestivo son hidrolizados en glicerol y ácidos grasos, pueden servir directamente como fuente de energía o ser almacenados en los tejidos grasos.

La contribución nutritiva más importante de la leche y los productos lácteos, se debe a su elevado contenido en elementos minerales como calcio, sodio, potasio, fósforo y magnesio, independientemente de las proteínas y la lactosa, los únicos elementos importantes de los que carece la leche son el hierro y la vitamina C.

1.2.4 Características de la leche en los diferentes procesos de conservación.

Lo que más altera las cualidades nutritivas y organolépticas en la leche, no es la temperatura alcanzada en los procesos de conservación, sino el tiempo de exposición a esa temperatura, lo anterior se sintetiza en el siguiente cuadro:

⁹ Dumais, Robert, et al., Ciencia y tecnología de la leche. Principios y aplicaciones. España: Editorial Acribia, S.A., Zaragoza, 1991.

Pasteurización	Menor conservación – gran valor nutritivo
Esterilización	Mayor conservación – menor valor nutritivo
U.H.T.	Mayor conservación – gran valor nutritivo

U.H.T.: ultra high temperature; ultra alta temperatura en español.

La aplicación de calor hace variar la calidad nutritiva y organoléptica de la leche, a través de estas últimas cualidades podemos lograr una valiosa información sobre el tratamiento térmico a la que ha sido sometida.²⁴

Tipo	Aspecto	Olfato	Sabor	Valor nutritivo
Leche cruda	Blanco brillante con o sin reflejos amarillento. Eleva la fluidez.	Olor lácteo nítido, ausencia de olor a cocido.	Netamente lácteos (nata, requesón). Tonos a establo si no está degasificada.	Se toma como referencia de las demás. Sobre todo por su aporte de calcio y de vitamina B ₂ (Riboflavina).
Leche pasteurizada	Blanco brillante con o sin reflejos amarillento. Eleva la fluidez.	Con incipientes recuerdos a cocido	Presencia de sabores a cocidos o ausencia de ellos.	Ningún nutriente se ve afectado por este tratamiento, excepto un 10% de vitamina B ₁ .
Leche esterilizada	Blanco mate marfil, con tono tostado. Pérdida de fluidez.	Nariz marcada por olores tostados, caramelizados y cocidos.	Destacan sabores tostados y caramelizados.	Pérdidas de vitamina B ₁ y vitamina A. Desnaturalización de proteínas con pérdidas del valor biológico. Caramelización de la lactosa.
Leche U.H.T.	Blanco mate, pérdida de fluidez.	Olores repartidos entre lácteos y cocidos	Sabores a cocidos sobre un fondo lácteo.	Similar a la de leche pasteurizada.

U.H.T.: ultra high temperature; ultra alta temperatura en español.

Tabla No 3. Características de la leche en los diferentes procesos de conservación.

²⁴ <http://www.geocities.com/tenisoat/leche.htm>

1.2.5 Parámetros químicos de la leche.

1.2.5.1 Generalidades de calcio, sodio y potasio.

CALCIO.

El calcio es el quinto elemento en orden de abundancia en la corteza terrestre, no se encuentra en forma metálica sino formando diversas sales minerales, algunas de ellas bastante insolubles como carbonato, oxalato o sulfato; es un elemento esencial para la vida humana. El cuerpo humano contiene unos 1,200 g de calcio, de los que el 99% se encuentra en los huesos como fosfato cálcico cristalizado y no cristalizado, sin embargo; hay una movilización continua de este mineral y cada día 700 mg se intercambian y reabsorben por los huesos. Además de su papel esencial en la integridad de la estructura ósea, el calcio participa en el control de la excitabilidad nerviosa y de la contracción muscular; en la coagulación de la sangre y en la regulación de sistemas enzimáticos como el de la tripsina. La leche y especialmente los productos lácteos aportan un porcentaje mayor al 60% de la cantidad total de calcio ingerida; normalmente, el organismo retiene del 20 al 30% del calcio consumido y la absorción de este elemento se ve muy favorecida por la presencia de vitamina D y de fósforo.

SODIO.

El sodio es el sexto elemento en orden de abundancia en la corteza terrestre. En el cuerpo humano regula el equilibrio de los líquidos, contribuye al proceso digestivo manteniendo una presión osmótica adecuada, al actuar en el interior de las células participa en la conducción de los impulsos nervioso, en la contracción muscular y regula el ritmo cardiaco. Al presentar una deficiencia de sodio se pueden generar mareos, deshidratación y baja presión arterial; en caso contrario, las personas que tienen una alta presión arterial, se les recomienda ingerir agua y alimentos de bajo contenido de sodio.

POTASIO.

El potasio es el séptimo elemento en orden de abundancia en la corteza terrestre, el 98% del potasio se encuentra dentro de las células y el contenido total en el organismo es de 150 gramos. Se absorbe en el intestino delgado y se elimina principalmente por el riñón, también puede ser eliminado en menor cantidad por el

sudor y la materia fecal. La insuficiencia renal puede producir que sus niveles se eleven en la sangre, lo cual es muy peligroso ya que puede originar arritmias cardiacas. Este mineral participa en el equilibrio de los líquidos y en el sistema ácido-base, es decir regulando el pH del organismo, regula la actividad muscular y en el metabolismo de los hidratos de carbono. El corazón es muy sensible a cambios en la concentración del potasio y es el órgano más afectado por el.

Composición en sales minerales de leche de vaca (en mg/100g)	
Sales minerales	Intervalo
Calcio	120-140
Potasio	140-175
Sodio	45-70

Tabla No 4. Composición en sales minerales de leche de vaca.³²

1.2.5.2 Parámetros del sistema.

Un método analítico, es una descripción de la secuencia de actividades, recursos materiales y parámetros que se deben cumplir, para llevar a cabo el análisis de un componente específico o analito en una muestra, y como todo proceso de medición, éste debe ser confiable para ser utilizado con un propósito definido. Con este propósito, se realizaron los parámetros de linealidad, precisión, repetibilidad y exactitud para la determinación de calcio, sodio y potasio en leches.

1.2.5.2.1 Linealidad.

La linealidad se define como la capacidad del método para asegurar que los resultados obtenidos directamente o por medio de una transformación matemática definida son directamente proporcionales a la concentración del analito en la muestra, dentro de un rango o intervalo establecido.

³² <http://www.mundohelado.com/materiasprimas/leche/laleche-vitaminas.htm>

1.2.5.2.2 Precisión.

La precisión es el grado de concordancia entre un grupo de resultados obtenidos al aplicar repetitiva e independientemente el mismo método analítico a alícuotas de la misma muestra, o la dispersión de estos datos entre sí y con su media.

1.2.5.2.3 Exactitud.

La exactitud es el grado de concordancia entre el resultado de una determinación o la media de n resultados y el valor “verdadero” del analito en la muestra en cuestión.

1.2.5.2.4 Repetibilidad.

La repetibilidad es la dispersión de resultados de ensayos mutuamente independientes, utilizando el mismo método aplicado a alícuotas de la misma muestra, en el mismo laboratorio, por el mismo operador, usando el mismo equipo en un intervalo de tiempo.

CAPÍTULO II: PARTE EXPERIMENTAL

El plan de trabajo para la determinación de los parámetros físicos: pH, densidad y conductividad, así como la determinación de sodio, potasio y calcio en leche en tetra pack de 250 mL aproximadamente, se encuentra resumido en el diagrama No 1.

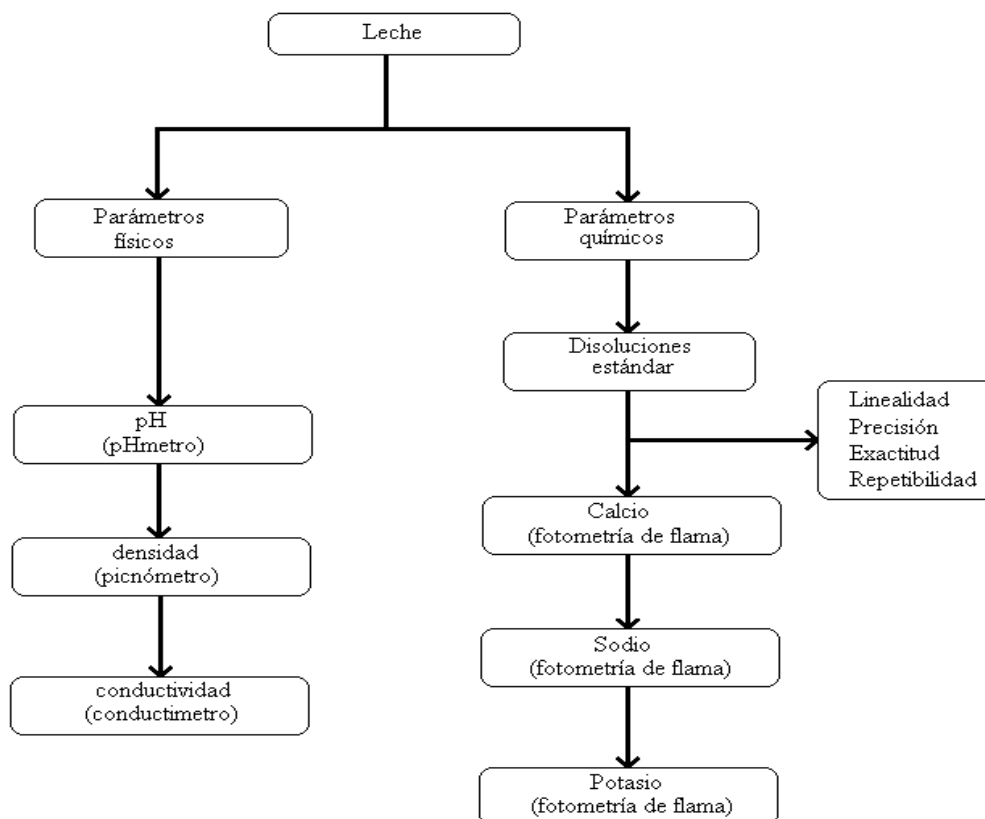


Figura No 3. Plan de trabajo para la determinación de los parámetros, base de este trabajo.

Las leches seleccionadas y adquiridas de los supermercados aledaños a la ciudad universitaria fueron etiquetadas y enumeradas. La primera fase del desarrollo experimental consistió en determinar el contenido total de la leche en cada presentación de tetra pack y determinar los parámetros físicos de la leche, utilizando instrumentos como pHmetro con electrodo combinado de vidrio y plata-cloruro de plata, picnómetro con termómetro y conductímetro con una celda de conductividad con electrodos de platino y constante de celda de 1 cm^{-1} . La segunda fase, fue analizar los parámetros químicos por lo que se prepararon inicialmente las disoluciones estándar a diferentes concentraciones y con ellas evaluar la linealidad, la precisión, la exactitud y la

repetibilidad del sistema y por último, se prepararon diferentes disoluciones para obtener las gráficas de calibración para calcio, sodio y potasio y proceder a la determinación de calcio, sodio y potasio en las diversas muestras de leche.

2.1 Leches evaluadas.

Se compraron en tienda de autoservicio, 18 muestras de leches en envases tetra pack con diferentes características y con el afán de respetar la confidencialidad de las marcas evaluadas, se denominaron de la siguiente manera:

Número	Características	Sabor	Volumen (mL)
L-1	Ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D.	Chocolate	236
L-2	Ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D.	Fresa	236
L-3	Ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D.	Vainilla	236
L-4	Ultrapasteurizada , adicionada con vitaminas A y D.	Chocolate	236
L-5	Ultrapasteurizada, alto contenido en fibra	Chocolate	236
L-6	Ultrapasteurizada, alto contenido en fibra	Chocolate	236
L-7	Entera, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D.	Vainilla	250
L-8	Descremada, rehidratada, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D.	Vainilla	236
L-9	Descremada, rehidratada, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D.	Chocolate	236
L-10	Entera, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D.	Natural	250
L-11	Semidescremada, rehidratada, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D.	Fresa	250
L-12	Semidescremada, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D	Vainilla	250
L-13	Semidescremada, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D	Chocolate	250
L-14	Entera, ultrapasteurizada, parcialmente descremada, adicionada con vitaminas A y D	Natural	250
L-15	Entera, ultrapasteurizada, parcialmente descremada, adicionada con vitaminas A y D	Natural	250
L-16	Semidescremada, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A, D y ácido fólico	Fresa	250
L-17	Semidescremada, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A,D y ácido fólico	Vainilla	250
L-18	Entera, parcialmente descremada, ultrapasteurizada, adicionada con vitaminas A y D	Natural	250

Tabla No 5. Código de las diversas leches evaluadas en este trabajo.

2.2 Determinación de parámetros físicos de la leche.

2.2.1 pH

Se colocó un volumen de 100 mL de cada una de las leches evaluadas, en vasos de precipitado de 250 mL, se utilizó un pHmetro Conductronic pH 120, con electrodos combinados de vidrio como referencia y de Ag/AgCl₂ como electrodo de medición; dicho parámetro se determinó con el protocolo del laboratorio del laboratorio 3D de Química Analítica.

2.2.2 Densidad

Se utilizaron picnómetros previamente pesados de 25 mL a la temperatura del laboratorio, se añadió la muestra de leche con una probeta pequeña de 50 mL y se taparon. El líquido de la leche ascendió por el tubo capilar del tapón esmerilado, los reboses fueron secados cuidadosamente; se colocó en la balanza analítica el picnómetro con el contenido, para registrar la masa de la leche, posteriormente se realizaron los cálculos correspondientes, ver anexo B.

La norma NMX-F-424-S-1982 establece que los resultados obtenidos deben expresarse en g/mL.

2.2.3 Conductividad.

Se colocó en vasos de precipitados un volumen de 100 mL de cada una de las leches evaluadas y para la determinación de la conductividad, se empleó un conductímetro E587, marca Metrohm Herisau, con electrodo de platino Mettler DM142, las unidades de la conductividad, se registraron en $\mu\text{S cm}^{-1}$.

2.2.4 Materia sólida.

Esta determinación se basó en el método reportado en: “Guía para el análisis químico de la leche y los derivados lácteos”¹⁸ Se colocó todo el contenido de leche en vasos de precipitados de 250 mL, se añadió 1 mL de ácido clorhídrico, se calentó en

¹⁸ Casado, Pedro. Guía para el análisis químico de la leche y los derivados lácteos. España: Editorial Ayala, 1991. p 196-199.

estufa con el fin de que se separe la mayor cantidad del sólido, por efecto del pH, se separó este precipitado y se calentó la disolución sobrante, en una horno modelo Felisa, para evaporar la mayor cantidad de agua contenida. Todo el residuo sólido, se colocó en crisoles; posteriormente se pesaron los crisoles registrando la masa de estos, para los cálculos ver anexo B.

2.2.5 Humedad

Se adaptó al procedimiento establecido en la norma NOM-116-SSA1²¹. Se obtuvo de manera aritmética por diferencia de masas, Ver anexo B

2.2.6 Materia orgánica.

Después de la obtención de la humedad, los crisoles con la muestra seca a peso constante, se introdujeron a una mufla y se calcinaron a 700 °C hasta la obtención de cenizas blancas y a peso constante. La cantidad de materia orgánica contenida en la leche, se obtuvo de manera aritmética por diferencia de masas, ver anexo B.

2.2.7 Cenizas.

Se entiende por contenido en cenizas de la leche el producto resultante de la incineración del extracto seco, expresado en porcentaje en masa. El extracto se incinera a una temperatura determinada y en una lenta corriente de aire.

Se adaptó al procedimiento reportado en. “Guía para el análisis químico de la leche y los derivados lácteos”¹⁸. Los crisoles con materia sólida se colocaron en muflas modelo Hevi Duty a una temperatura de 700 °C, durante el tiempo necesario hasta obtener cenizas, se determinó su masa en balanza analítica, para efecto de los cálculos se utilizó el promedio de las tres series de leches evaluadas, ver anexo B.

²¹ NOM-116-SSA1. Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico, método por arena o gasa.

¹⁸ Casado, Pedro. Guía para el análisis químico de la leche y los derivados lácteos. España: Editorial Ayala, 1991. p 196-199.

2.3 Determinación de parámetros químicos.

2.3.1 Preparación de las disoluciones estándar de calcio, sodio y potasio.

El primer paso para llevar a cabo las determinaciones de calcio, sodio y potasio en leches tetrapack, es preparar las correspondientes disoluciones estándar para cada uno de los elementos a analizar.

Disolución estándar de cloruro de calcio de 100 ppm de calcio.

Se pesaron, con exactitud de 0.1 mg, 0.250 g de carbonato de calcio, secado a 110 °C durante 3 horas, se colocaron en un vaso de precipitados de 100 mL se agregaron 20 mL de agua desionizada y se adicionó 1 mL de ácido clorhídrico concentrado. Después de haberse disuelto todo el carbonato de calcio, esta disolución se trasvaso a un matraz aforado de un litro y se aforo a la marca con agua desionizada. La disolución se trasvaso a una botella de polietileno previamente lavada con ácido nítrico al 10% y enjuagada con agua destilada y con agua desionizada y por último, se etiqueto adecuadamente.

Disolución estándar de cloruro de sodio, de 100 ppm de sodio.

Se pesaron con exactitud de 0.1 mg, 0.2541 g de cloruro de sodio, secado a 110 °C durante 3 horas se colocaron en un vaso de precipitados de 100 mL se agregaron 20 mL de agua desionizada y se disolvieron perfectamente. Después de haberse disuelto todo el cloruro de sodio, esta disolución se trasvaso a un matraz aforado de un litro y se aforo a la marca con agua desionizada. La disolución se trasvaso a una botella de polietileno previamente lavada con ácido nítrico al 10% y enjuagada con agua destilada y con agua desionizada y por último, se etiqueto adecuadamente.

Disolución estándar de cloruro de potasio, de 100 ppm de potasio.

Se pesaron con exactitud de 0.1 mg, 0.1908 g de cloruro de potasio, secado a 110 °C durante 3 horas se colocaron en un vaso de precipitados de 100 mL se agregaron 20 mL de agua desionizada y se disolvieron perfectamente. Después de haberse disuelto todo el cloruro de potasio, esta disolución se trasvaso a un matraz aforado de un litro y se aforo a la marca con agua desionizada. La disolución se trasvaso a una

botella de polietileno previamente lavada con ácido nítrico al 10% y enjuagada con agua destilada y con agua desionizada y por último, se etiquetó adecuadamente.

2.3.2 Preparación de diluciones estándar de trabajo.

La preparación de la serie de disoluciones de trabajo en el ámbito de concentración de 0 a 100 ppm de calcio, se realizó utilizando, matraces aforados de 100 mL, a partir de la disolución estándar de 100 ppm de calcio y agua desionizada de acuerdo a la tabla No 6. Todas las disoluciones se colocaron en frasco de plástico de 125 mL perfectamente etiquetados y lavados con ácido nítrico al 10% y enjuagados con agua destilada y desionizada.

Concentración de calcio en ppm	0	20	40	60	80	100
mL disolución estándar de 100 ppm de calcio	0	20	40	60	80	100
Aforar con agua desionizada a (mL)	100	100	100	100	100	100

Tabla No 6. Preparación de la serie estándar de trabajo de calcio.

La preparación de la serie de disoluciones de trabajo en el ámbito de concentración de 0 a 10 ppm de sodio o potasio, se realizó utilizando, matraces aforados de 100 mL, la disolución estándar de 100 ppm de sodio o de potasio y agua desionizada, de acuerdo a la tabla No 7 y 8. Todas las disoluciones se colocaron en frasco de plástico de 125 mL perfectamente etiquetados y lavados con ácido nítrico al 10% y enjuagados con agua destilada y desionizada.

Concentración de sodio en ppm	0	2	4	6	8	10
mL disolución estándar de 100 ppm de sodio	0	2	4	6	8	10
Aforar con agua desionizada a (mL)	100	100	100	100	100	100

Tabla No 7. Preparación de la serie estándar de trabajo de sodio.

Concentración de potasio en ppm	0	2	4	6	8	10
mL disolución estándar de 100 ppm de potasio	0	2	4	6	8	10
Aforar con agua desionizada a (mL)	100	100	100	100	100	100

Tabla No 8. Preparación de la serie estándar de trabajo de potasio.

2.3.3 Parámetros del sistema.

2.3.3.1 Metodología para la obtención de la linealidad del sistema

Se preparó por triplicado cinco niveles de concentración de la disolución de referencia, ya sea por dilución o por pesada independiente. La concentración central, debe ser igual a la que representa el 100% en la muestra procesada para su medición.

A partir de las disoluciones estándar de trabajo, se consideró a la disolución de 6 y 60 ppm como el 100%, siendo la disolución central tal y como lo indica la metodología, por lo que la disolución de 2 y 20 ppm corresponde el 33.4%, la disolución de 4 y 40 ppm corresponde al 66.8%, la disolución de 8 y 80 ppm corresponde a 133.6% y de 10 y 100 ppm corresponde al 167%; estas disoluciones fueron leídas para calcio, sodio y potasio en el flamómetro de flama.

Se midió la respuesta analítica bajo las mismas condiciones de medición, se reporta la relación respuesta analítica vs concentración, se calcula el valor de la pendiente, la ordenada en el origen, el coeficiente de variación y el intervalo de confianza para la pendiente. Es conveniente trazar la grafica de la concentración X, contra la respuesta analítica Y, e incluir en ella la ecuación, la línea de ajuste y el coeficiente de determinación.

2.3.3.2 Metodología para la obtención de la precisión del sistema

Se preparó por lo menos un sextuplicado de disoluciones a la concentración del analito que representa la concentración de la disolución de referencia utilizada o en

ciertos casos, la concentración que representa el 100% de la muestra procesada para su medición, en este caso se utilizó la disolución de 6 y 60 ppm de sodio, potasio y calcio, preparada por dilución o por pesadas independientes, se mide la respuesta analítica bajo las mismas condiciones.

Se calcula el valor de la media aritmética, desviación estándar y el coeficiente de variación.

2.3.3.3 Metodología para la obtención de la exactitud y repetibilidad del sistema

Se analizó la muestra con el método para determinar el contenido del analito. El mismo analista preparó por lo menos seis muestras adicionadas del analito. Las muestras adicionadas fueron analizadas por un mismo analista bajo las mismas condiciones utilizando como referencia la sustancia empleada en la adición de la muestra. Se calcula el valor de la media aritmética, desviación estándar, el coeficiente de variación y el intervalo de confianza para la media poblacional.

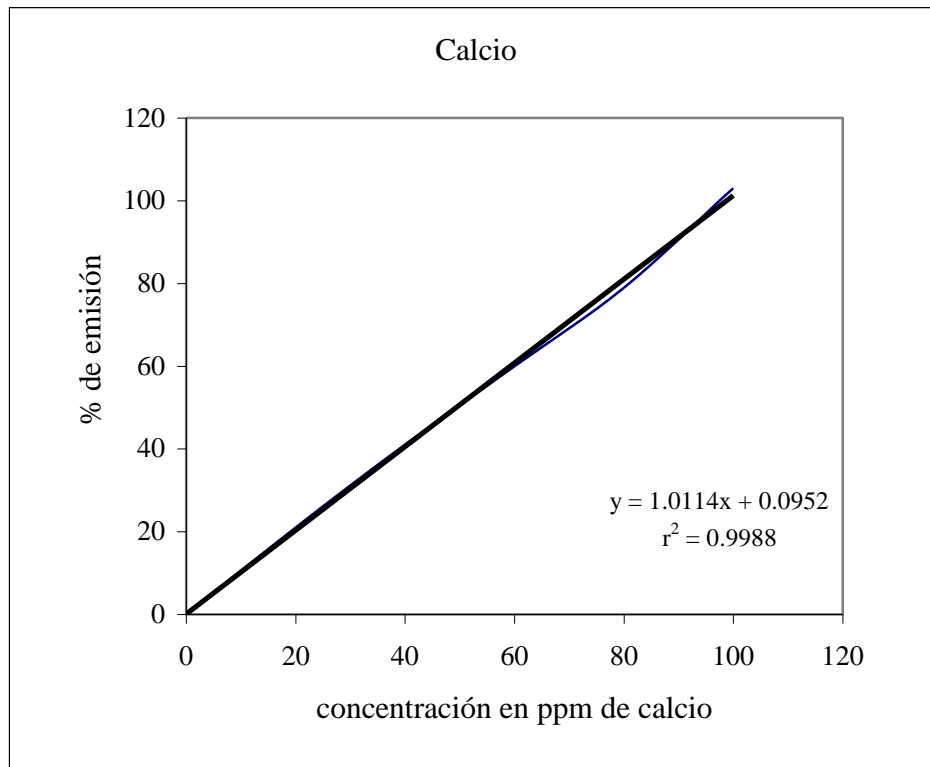
2.3.4 Gráficas de calibración para calcio, sodio y potasio.

2.3.4.1 Gráfica de calibración del calcio.

Se realizó la gráfica de calibración No 4, con los siguientes puntos. 0, 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de calcio y ajustando el 0% de lectura con agua desionizada y el botón de blanco; se ajusta a 100% de lectura con la disolución de 100 ppm de calcio con los botones de la sensibilidad fino y grueso. Una vez calibrado de 0 a 100%, se leen las disoluciones restantes y se grafica el % de emisión contra las ppm de calcio.

Disolución estándar de calcio, en ppm	% de emisión
0	0
20	21
40	41
60	60
80	79
100	103

Tabla No 9. Porcentajes de emisión para las disoluciones estándar de trabajo.



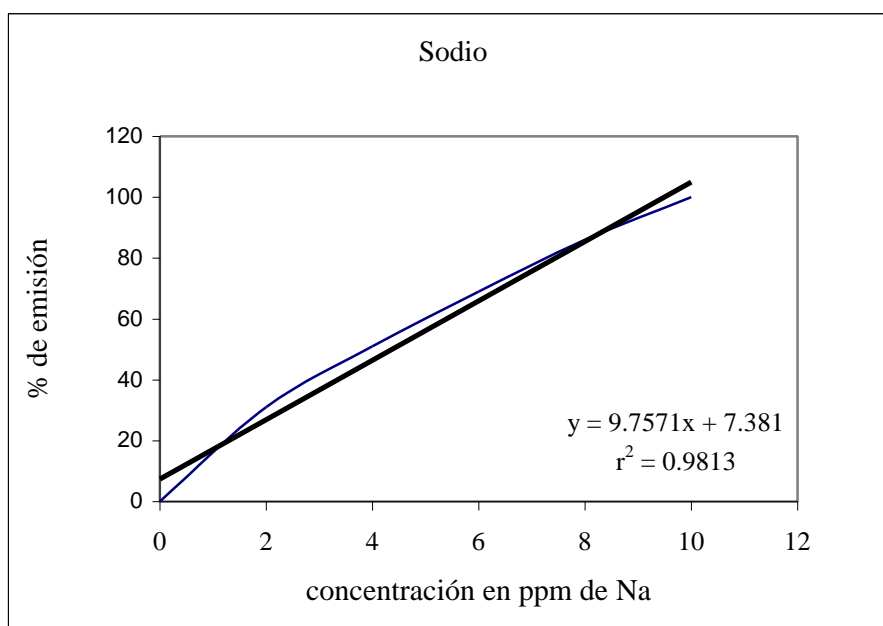
Grafica No. 1 Gráfica de calibración para calcio en leche envasada en tetrapack.

2.3.4.2 Gráfica de calibración del sodio.

Se realizó la gráfica de calibración con los siguientes puntos. 0, 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de sodio y ajustando el 0% de lectura con agua desionizada y el botón de blanco; ajustar a 100% de lectura con la solución de 10 ppm de sodio con los botones de la sensibilidad fino y grueso. Una vez calibrado de 0 a 100%, se leen las disoluciones restantes y se grafica el % de emisión contra las ppm de sodio.

Disolución estándar de sodio, en ppm	% de emisión
0	0
2	31
4	51
6	69
8	86
10	100

Tabla No10. Porcentajes de emisión para las disoluciones estándar.



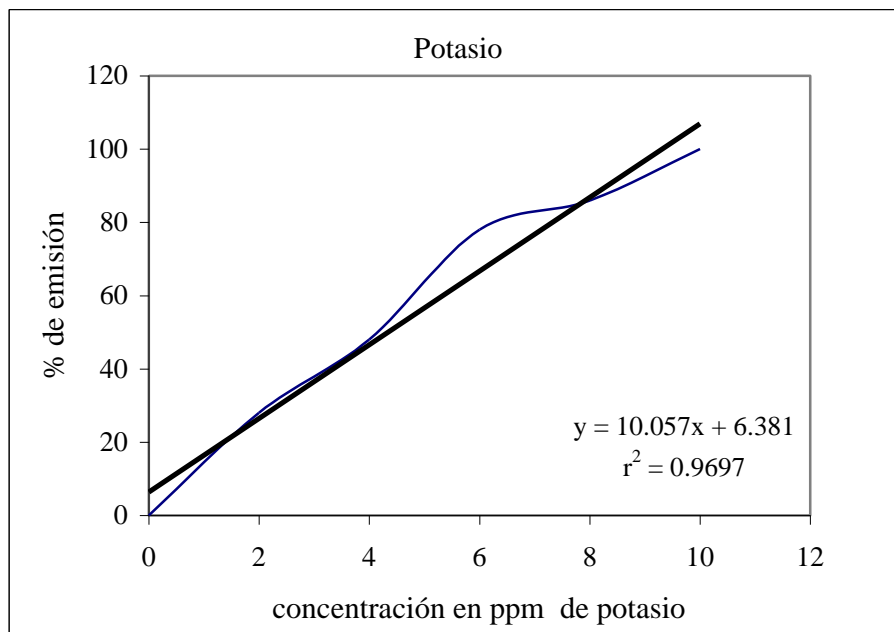
Gráfica No 2. Gráfica de calibración para sodio en leche envasada en tetrapack.

2.3.4.3 Gráfica de calibración del potasio.

Se preparó una curva de calibración con los siguientes puntos. 0, 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de potasio y ajustando el 0% de lectura con agua desionizada y el botón de blanco; ajustar a 100% de lectura con la solución de 10 ppm de potasio con los botones de la sensibilidad fino y grueso. Una vez calibrado de 0 a 100%, se leen las disoluciones restantes y se grafica el % de emisión contra las ppm de potasio.

Disolución estándar de potasio, en ppm	% de emisión
0	0
2	28
4	48
6	78
8	86
10	100

Tabla No 11. Porcentajes de emisión para las disoluciones estándar.



Gráfica 3. Gráfica de calibración para potasio en leche envasada en tetrapack.

2.3.4.4 Determinación de calcio, sodio y potasio en leche.

En los análisis de las muestras de leche se debe calibrar el fotómetro de flama a 0%, lectura con agua desionizada. Calibrar el flamómetro a 100% con la solución de 100 ppm de calcio y de 10 ppm de sodio o potasio; introducir las diluciones de las muestras y leer el % de emisión para determinar las partes por millón de calcio, sodio y potasio con ayuda de las gráficas de calibración.

Se prepararon disoluciones estándar de 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de Na y K, de 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de Ca.

Diagrama de trabajo:

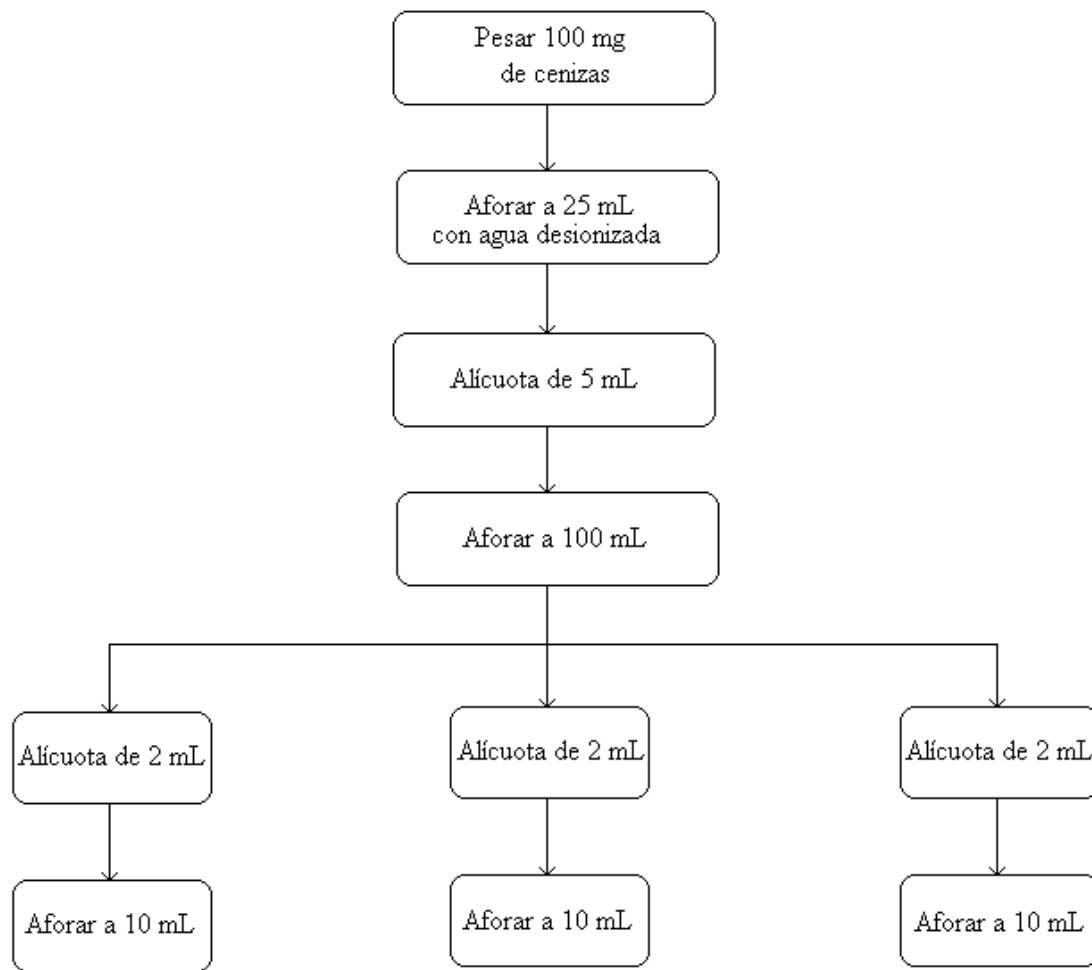


Figura No 4. Plan de trabajo para la determinación de calcio, sodio y potasio en leche tetrapack de 250 mL aproximadamente.

Para las muestras de leches, se pesaron 100 mg de las cenizas de cada una por triplicado y se disolvieron con agua desionizada y un ml de ácido clorhídrico concentrado, se trasvasaron a un matraz de 25 mL y se llevó al aforo con agua desionizada, de esta disolución se tomó una alícuota de 5 mL y se aforo a 100 mL y de ésta última disolución se tomó una alícuota de 2 mL y se aforo hasta 10 mL, las cuales fueron leídas en el flamómetro previamente calibrado con las disoluciones estándar de trabajo.

Cada muestra de leche se preparó por triplicado al igual que la segunda y tercera dilución.

CAPÍTULO III: RESULTADOS

En este capítulo, se muestran los valores obtenidos de las diferentes determinaciones de los parámetros físicos como pH, densidad, conductividad, materia sólida, materia orgánica, humedad y cenizas, así como el análisis cuantitativo de calcio, sodio y potasio en muestras de leche tetrapack de aproximadamente 250 mL

3.1 Determinación de parámetros físicos.

3.1.1 pH.

En la tabla No 12, se muestran los valores obtenidos de las determinaciones de pH en las leches evaluadas, así como los promedios correspondientes para cada una, el valor mínimo reportado fue de 6.58 y el valor máximo reportado fue de 6.86, el promedio general fue de 6.70, la literatura consultada considera aceptable el siguiente intervalo 6.2-6.8 para el pH de la leche.

Muestra	pH serie 1	pH serie 2	pH serie 3	Promedio
L-1	6.84	6.83	6.86	6.8433
L-2	6.82	6.82	6.74	6.7933
L-3	6.79	6.80	6.72	6.7700
L-4	6.74	6.75	6.75	6.7467
L-5	6.78	6.65	6.67	6.7000
L-6	6.71	6.73	6.73	6.7233
L-7	6.59	6.60	6.63	6.6067
L-8	6.62	6.64	6.65	6.6367
L-9	6.63	6.68	6.70	6.6700
L-10	6.65	6.65	6.66	6.6533
L-11	6.65	6.66	6.65	6.6533
L-12	6.67	6.67	6.67	6.6700
L-13	6.75	6.73	6.73	6.7367
L-14	6.70	6.69	6.68	6.6900
L-15	6.67	6.66	6.65	6.6600
L-16	6.76	6.75	6.76	6.7567
L-17	6.70	6.70	6.70	6.7000
L-18	6.58	6.62	6.66	6.6200

Promedio de pH de leches	6.7017
Desviación estándar	0.0634
Coefficiente de variación	0.0095

Tabla No 12. Medición de pH en leches envasadas en tetrapack de capacidad aproximada de 250 mL

3.1.2 Densidad

En la tabla No 13, se muestran los valores obtenidos en la determinación de la densidad, donde se obtuvo un valor mínimo de 1.0127 g/mL y un valor máximo de 1.0693 g/mL, el valor promedio fue de 1.0414 g/mL, la literatura consultada reporta un intervalo de 1.028-1.035 g/mL para la densidad de la leche.

Muestra	masa total en g	Volumen en mL	Densidad en g / mL
L-1	246.2896	236	1.0436
L-2	244.2364	236	1.0349
L-3	243.8588	236	1.0333
L-4	241.9472	236	1.0252
L-5	247.0448	236	1.0468
L-6	247.0212	236	1.0467
L-7	260.925	250	1.0437
L-8	249.9004	236	1.0589
L-9	248.9564	236	1.0549
L-10	256.925	250	1.0277
L-11	257.4	250	1.0296
L-12	264.45	250	1.0578
L-13	262.025	250	1.0481
L-14	257.2	250	1.0288
L-15	253.175	250	1.0127
L-16	265.15	250	1.0606
L-17	267.325	250	1.0693
L-18	255.625	250	1.0225

	Masa total en g	Densidad en g/mL
Promedio	253.8586	1.0414
Desviación estándar	8.0402	0.0154
Coficiente de variación	3.1672	1.4828

Tabla No13. Densidad de leches envasadas en tetra pack.

3.1.3 Conductividad.

En la tabla No 14, se muestran los valores obtenidos en la determinación de la conductividad de las leches evaluadas, este parámetro nos da una idea de la dispersión de los iones en la disolución; el valor mínimo fue de 16200 $\mu\text{S cm}^{-1}$ y el valor máximo fue de 21900 $\mu\text{S cm}^{-1}$, el promedio general fue de 18745.5556 $\mu\text{S cm}^{-1}$. La literatura reporta que la conductividad eléctrica debe ser del orden de 5000 $\mu\text{S cm}^{-1}$ a 25 °C.

Muestra	Serie 1	Serie 2	Serie 3	Serie 1 x 3000	Serie 2 x3000	Serie 3 x3000
L-1	6.6	6.3	6.2	19800	18900	18600
L-2	7.2	7.1	6.4	21600	21300	19200
L-3	7.1	6.5	6.3	21300	19500	18900
L-4	7.22	7.3	6.4	21660	21900	19200
L-5	6.7	6.2	6.1	20100	18600	18300
L-6	6.6	6.4	5.8	19800	19200	17400
L-7	6.7	6.3	6.1	20100	18900	18300
L-8	5.9	5.7	5.4	17700	17100	16200
L-9	7	6.8	6.2	21000	20400	18600
L-10	6.3	6.8	5.3	18900	20400	15900
L-11	6.4	6.2	5.9	19200	18600	17700
L-12	6.4	5.7	5.5	19200	17100	16500
L-13	6.3	5.9	5.6	18900	17700	16800
L-14	6.6	6.2	5.9	19800	18600	17700
L-15	6.7	6.4	6.1	20100	19200	18300
L-16	6.2	6.1	5.8	18600	18300	17400
L-17	6	5.9	6	18000	17700	18000
L-18	5.7	5.5	5.5	17100	16500	16500

promedio de conductividad de leches	18745.5556
desviación estándar	1156.33916
coeficiente de variación	6.16860439

Tabla No 14. Conductividad eléctrica de leches envasadas en tetra pack.

3.1.4 Materia sólida.

En la tabla No 15, se muestran los valores obtenidos para determinar el contenido de materia sólida y su porcentaje correspondiente; el valor máximo fue de 90.0876 g y el valor mínimo de 20.2492 g, en promedio se obtuvo un valor de 51.8927g; estos valores fueron determinados de manera aritmética por diferencia de masas. Ver anexo B.

Muestra	Materia sólida en g	Masa total en g	% materia sólida
L-1	56.8592	246.2896	23.0863
L-2	37.1252	244.2364	15.2005
L-3	72.3901	243.8588	29.6853
L-4	34.826	241.9472	14.3940
L-5	65.6695	247.0448	26.5820
L-6	33.3145	247.0212	13.4865
L-7	47.1758	260.925	18.0802
L-8	29.4729	249.9004	11.7939
L-9	44.6321	248.9564	17.9277
L-10	69.4459	256.925	27.0296
L-11	73.6977	257.4	28.6316
L-12	45.629	264.45	17.2543
L-13	51.1781	262.025	19.5318
L-14	70.9422	257.2	27.5825
L-15	20.2492	253.175	7.9981
L-16	90.0876	265.15	33.9761
L-17	55.1598	267.325	20.6340
L-18	36.213	255.625	14.1665

promedio	51.8927	253.8586	20.3912
Desviación estándar	18.7391	8.0402	7.1910
Coefficiente de variación.	36.1113	3.1672	35.2655

Tabla No 15. Materia sólida en leches envasadas en tetra pack.

3.1.5 Materia orgánica

En la tabla No 16, se muestran los valores obtenidos para la determinación de la materia orgánica y su porcentaje correspondiente, estos valores fueron obtenidos de manera aritmética por diferencia de masas. Ver anexo B.

Muestra	Materia orgánica en g	% materia orgánica	Muestra	Materia orgánica en g	% materia orgánica
L-1	55.1375	22.3872	L-10	68.4393	26.6379
L-2	35.9496	14.7192	L-11	72.4769	28.1573
L-3	71.2139	29.2029	L-12	44.5988	16.8648
L-4	33.2692	13.7506	L-13	49.8898	19.0401
L-5	64.4317	26.081	L-14	69.787	27.1333
L-6	31.8175	12.8805	L-15	18.9373	7.4799
L-7	45.8936	17.5888	L-16	88.7474	33.4707
L-8	28.108	11.2477	L-17	54.1407	20.2528
L-9	43.5159	17.4793	L-18	35.1131	13.7362

	Materia orgánica en g	% materia orgánica
promedio	50.6371	19.895
Desviación estándar	18.778	7.2083
Coefficiente de variación.	37.0836	36.2319

Tabla No 16. Materia orgánica y su porcentaje contenida en leches envasadas en tetrapack.

3.1.6 Humedad

En la tabla No 17, se muestran los valores obtenidos para la determinación de la humedad y su porcentaje; estos valores fueron obtenidos de manera aritmética. Ver anexo B.

Muestra	Humedad en g	% humedad	Muestra	Humedad en g	% humedad
1	189.4304	76.9137	10	187.4791	72.9704
2	207.1112	84.7995	11	183.7023	71.3684
3	171.4687	70.3147	12	218.821	82.7457
4	207.1212	85.606	13	210.8469	80.4682
5	181.3753	73.418	14	186.2578	72.4175
6	213.7067	86.5135	15	232.9258	92.0019
7	213.7492	81.9198	16	175.0624	66.0239
8	220.4275	88.2061	17	212.1652	79.366
9	204.3243	82.0723	18	219.412	85.8335

	Humedad en g	% humedad
promedio	201.9659	79.6088
Desviación estándar	17.874	7.191
Coefficiente de variación.	8.85	9.033

Tabla No 17. Humedad y su porcentaje contenido en leches envasadas en tetrapack.

3.1.7 Cenizas

En la tabla No 18, se muestran los valores de la cantidad de cenizas obtenidas por calcinación de la materia sólida; se obtuvo un valor mínimo de 0.6101 g y un valor máximo de 1.7819 g, el promedio total fue de 1.2556 g. Ver anexo B

Muestra	cenizas S-1 en g	cenizas S-2 en g	cenizas S-3 en g	Promedio en g
L-1	1.7819	1.6871	1.6962	1.7217
L-2	1.4590	0.7842	1.2835	1.1756
L-3	1.2381	1.3761	0.9145	1.1762
L-4	1.5875	1.5858	1.497	1.5568
L-5	1.2103	1.1512	1.352	1.2378
L-6	1.5790	1.5191	1.3929	1.4970
L-7	1.4942	1.0746	1.2777	1.2822
L-8	1.2527	1.6364	1.2057	1.3649
L-9	1.1203	1.1452	1.0831	1.1162
L-10	1.0936	0.7686	1.1576	1.0066
L-11	1.2134	1.2203	1.2286	1.2208
L-12	1.2527	0.6101	1.2277	1.0302
L-13	1.3889	1.2646	1.2113	1.2883
L-14	1.2106	1.1471	1.108	1.1552
L-15	1.2288	1.5774	1.1296	1.3119
L-16	1.2134	1.1669	1.6402	1.3402
L-17	1.0697	1.0667	0.921	1.0191
L-18	1.1878	1.2161	0.8959	1.0999

S= serie

	Cenizas en g
Promedio	1.2556
Desviación estándar	0.1582
Coefficiente de variación	12.6019

Tabla No 18. Cenizas obtenidas en calcinación de leches envasadas en tetra pack

3.2 Determinación de parámetros químicos.

3.2.1 Parámetros del sistema. Linealidad.

3.2.1.1 Linealidad para calcio. A partir de los cinco niveles de concentración realizados por triplicado, el estudio estadístico de la linealidad del sistema para la determinación de calcio en leches tetrapack, arrojó los siguientes resultados.

Disolución estándar de trabajo	disolución	x	y	xy	x ²	y ²
20 ppm	1	33.4	27	901.8	1115.56	729
	2	33.4	25	835	1115.56	625
	3	33.4	25	835	1115.56	625
40 ppm	4	66.8	43	2872.4	4462.24	1849
	5	66.8	45	3006	4462.24	2025
	6	66.8	46	3072.8	4462.24	2116
60 ppm	7	100	64	6400	10000	4096
	8	100	63	6300	10000	3969
	9	100	62	6200	10000	3844
80 ppm	10	133.6	83	11088.8	17848.96	6889
	11	133.6	81	10821.6	17848.96	6561
	12	133.6	81	10821.6	17848.96	6561
100 ppm	13	167	100	16700	27889	10000
	14	167	100	16700	27889	10000
	15	167	100	16700	27889	10000
	Σ	1502.4	945	113255	183947.28	69889
	(Σx) ²	2257205.76				
	(Σy) ²		893025			

x = concentración de disoluciones estándar de trabajo en porcentaje

y = % de emisión

Tabla No 19. Linealidad para la determinación de calcio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de calcio.

A partir de los datos registrados en la tabla No 19, se calculan los parámetros estadísticos y se traza la relación de la respuesta analítica vs concentración para la determinación de la linealidad para el calcio. Ver anexo D.

Pendiente	$b_1=0.61976$
Ordenada al origen	$b_0=-3.54182$
Coefficiente de determinación	$r^2= 0.99853$
Desviación estándar de regresión	$S_{y/x}=1.20773$
Desviación estándar de la pendiente	$S_{b_1}=0.00660$
Intervalo de confianza para la pendiente poblacional	$IC(\beta_1)= 0.61976 \pm 0.014259$

Tabla No 20. Criterios de aceptación para la determinación de calcio por fotometría de flama

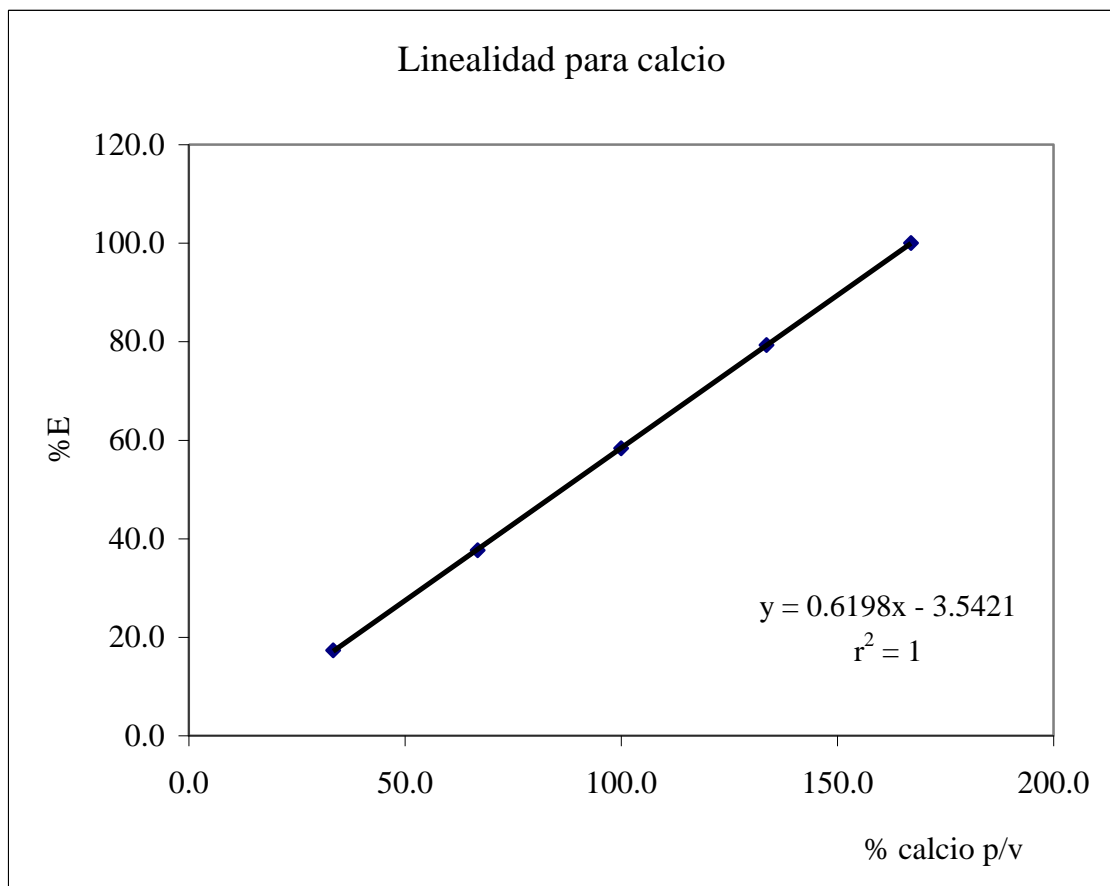


Gráfico No 4. Determinación de la linealidad para calcio.

3.2.1.2. Linealidad para sodio. A partir de los cinco niveles de concentración realizados por triplicado, el estudio estadístico de la linealidad del sistema para la determinación de sodio en leches tetrapack, arrojó los siguientes resultados.

Disolución estándar de trabajo	disolución	x	y	xy	x ²	y ²
2 ppm	1	33.4	27	901.8	1115.56	729
	2	33.4	25	835	1115.56	625
	3	33.4	25	835	1115.56	625
4 ppm	4	66.8	43	2872.4	4462.24	1849
	5	66.8	45	3006	4462.24	2025
	6	66.8	46	3072.8	4462.24	2116
6 ppm	7	100	64	6400	10000	4096
	8	100	63	6300	10000	3969
	9	100	62	6200	10000	3844
8 ppm	10	133.6	83	11088.8	17848.96	6889
	11	133.6	81	10821.6	17848.96	6561
	12	133.6	81	10821.6	17848.96	6561
10 ppm	13	167	100	16700	27889	10000
	14	167	100	16700	27889	10000
	15	167	100	16700	27889	10000
	Σ	1502.4	945	113255	183947.28	69889
	(Σx) ²	2257205.76				
	(Σy) ²		893025			

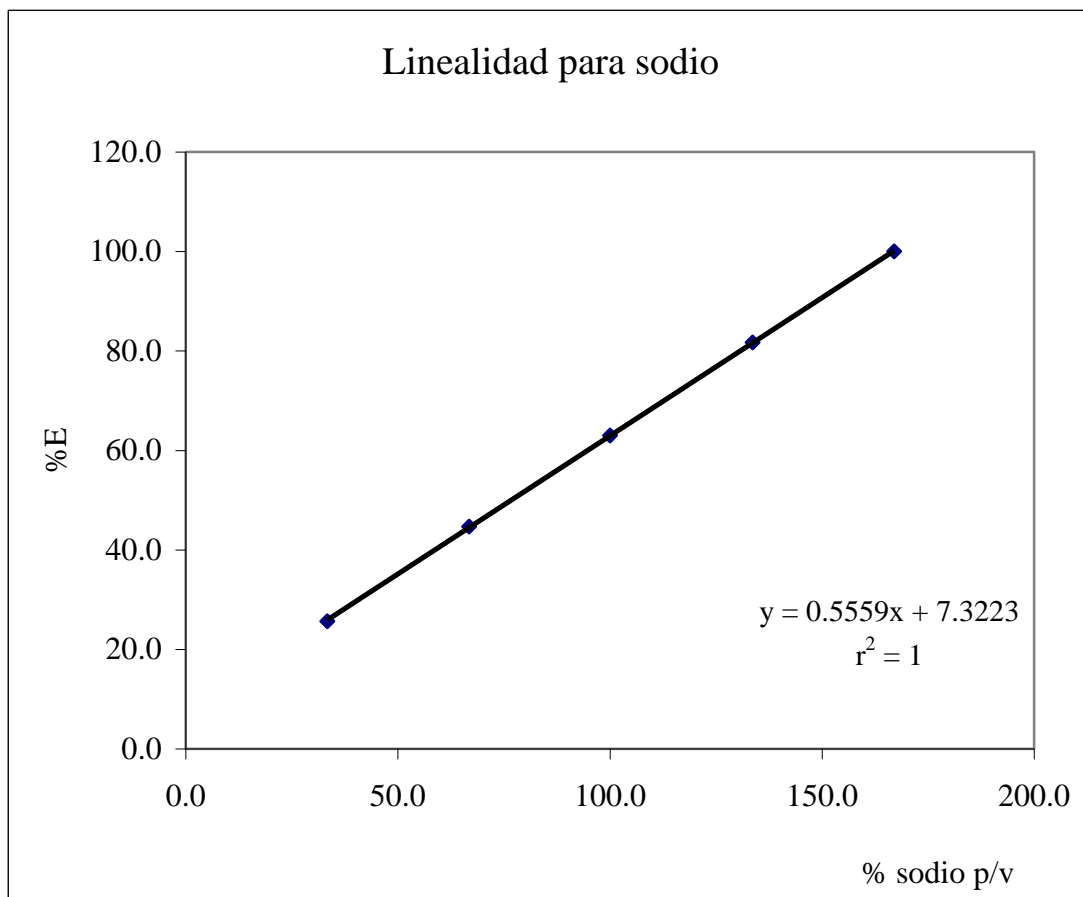
x = concentración de disoluciones estándar de trabajo en porcentaje
y = % de emisión

Tabla No 21. Linealidad para la determinación de sodio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de sodio.

A partir de los datos registrados en la tabla No 21, se calculan los parámetros estadísticos y se traza la relación de la respuesta analítica vs concentración para la determinación de la linealidad para el sodio. Ver anexo D.

Pendiente	$b_1=.55588$
Ordenada al origen	$b_0=7.32306$
Coefficiente de determinación	$r^2= 0.99880$
Desviación estándar de regresión	$S_{y/x}=0.981321$
Desviación estándar de la pendiente	$S_{b1}=0.00536418$
Intervalo de confianza para la pendiente poblacional	$IC(\beta_1)= 0.55588 \pm 0.01158$

Tabla No 22. Criterios de aceptación para la determinación de sodio por fotometría de flama



Gráfica No 5. Determinación de la linealidad para sodio.

3.2.1.3 Linealidad para potasio. A partir de los cinco niveles de concentración realizados por triplicado, el estudio estadístico de la linealidad del sistema para la determinación de potasio en leches tetrapack, arrojó los siguientes resultados.

Disolución estándar de trabajo	disolución	x	y	xy	x ²	y ²
2 ppm	1	33.4	22	734.8	1115.56	484
	2	33.4	20	668	1115.56	400
	3	33.4	19	634.6	1115.56	361
4 ppm	4	66.8	43	2872.4	4462.24	1849
	5	66.8	41	2738.8	4462.24	1681
	6	66.8	40	2672	4462.24	1600
6 ppm	7	100	62	6200	10000	3844
	8	100	62	6200	10000	3844
	9	100	63	6300	10000	3969
8 ppm	10	133.6	84	11222.4	17848.96	7056
	11	133.6	80	10688	17848.96	6400
	12	133.6	84	11222.4	17848.96	7056
10 ppm	13	167	100	16700	27889	10000
	14	167	100	16700	27889	10000
	15	167	100	16700	27889	10000
	Σ	1502.4	920	112253.4	183947.28	68544
	(Σx) ²	2257205.76				
	(Σy) ²		846400			

x = concentración de disoluciones estándar de trabajo en porcentaje

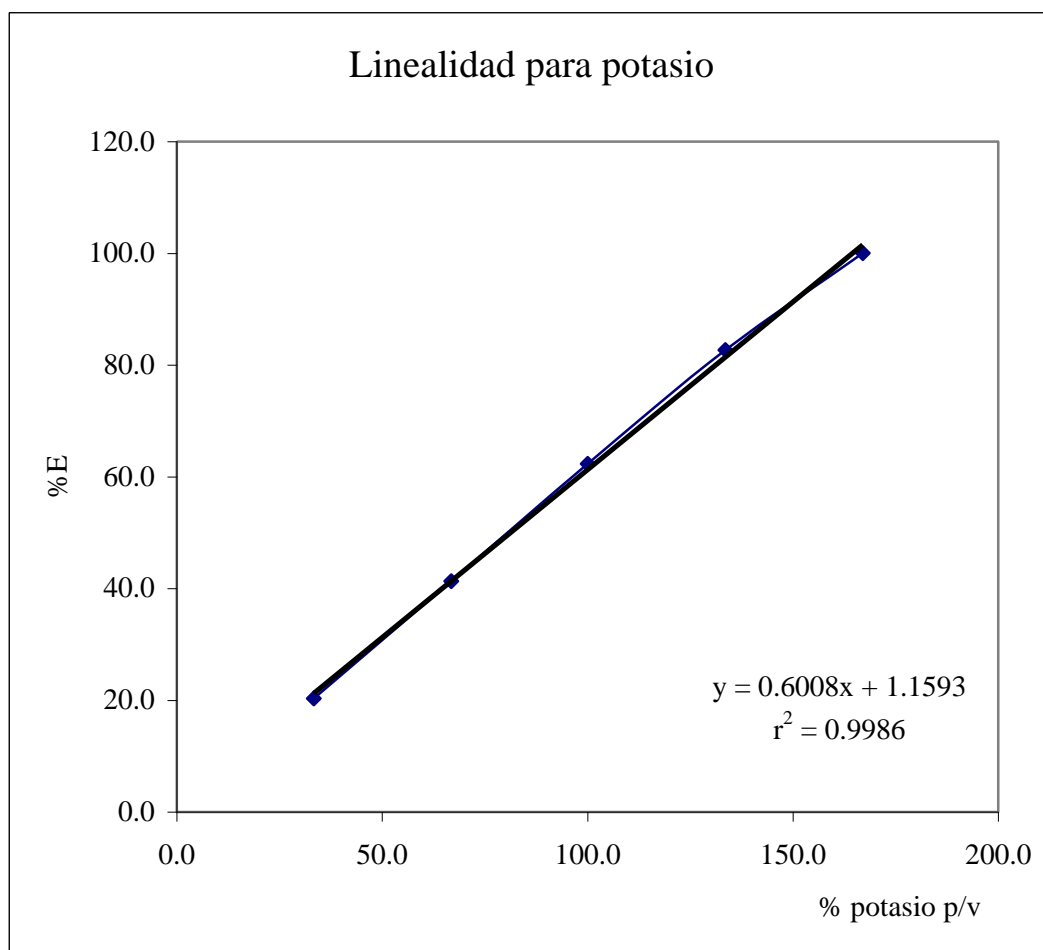
y = % de emisión

Tabla No 23. Linealidad para la determinación de potasio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de potasio.

A partir de los datos registrados en la tabla No 23, se calculan los parámetros estadísticos y se traza la relación de la respuesta analítica vs concentración para la determinación de la linealidad para el potasio. Ver anexo D.

Pendiente	$b_1=0.60077$
Ordenada al origen	$b_0=1.16066$
Coefficiente de determinación	$r^2= 0.99686$
Desviación estándar de regresión	$S_{y/x} = 1.70333$
Desviación estándar de la pendiente	$S_{b_1}=0.009310887$
Intervalo de confianza para la pendiente poblacional	$IC(\beta_1)= 1.70333 \pm 0.020111$

Tabla No 24. Criterios de aceptación para la determinación de potasio por fotometría de flama.



Gráfica No 6. Determinación de la linealidad para potasio.

3.2.2 Precisión del sistema. El estudio estadístico de la precisión del sistema para la determinación de calcio, sodio y potasio en leches tetrapack, arrojó los siguientes resultados.

- Determinación de la precisión para calcio por fotometría de flama

	y	y ²
	58	3364
	58	3364
	58	3364
	58	3364
	60	3600
	58	3364
Σy	350	
Σy ²		20420
(Σy) ²	122500	

Tabla No 25. Precisión para la determinación de calcio por fotometría de flama, en ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de calcio.

- Determinación de la precisión para sodio por fotometría de flama.

	y	y ²
	63	3969
	64	4096
	64	4096
	63	3969
	62	3844
	62	3844
Σy	378	
Σy ²		23818
(Σy) ²	142884	

Tabla No 26. Precisión para la determinación de sodio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de sodio.

- Determinación de la precisión para potasio por fotometría de flama.

	y	y ²
	61	3721
	62	3844
	62	3844
	63	3969
	61	3721
	60	3600
Σy	369	
Σy ²		22699
(Σy) ²	136161	

Tabla No 27 Precisión para la determinación de potasio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de potasio.

Calcio	Promedio de y	58.333
	Desviación estándar	0.8165
	Coficiente de variación	1.3997
Sodio	Promedio de y	63.000
	Desviación estándar	0.89442719
	Coficiente de variación	1.4197
Potasio	Promedio de y	61.500
	Desviación estándar	1.04880885
	Coficiente de variación	1.7054

Para n=6 donde n es el número de repeticiones.

Tabla No 28. Precisión del sistema para la determinación de calcio, sodio, potasio en leche.

3.2.3 Exactitud y repetibilidad. El estudio estadístico de la exactitud y repetibilidad del sistema para la determinación de calcio, sodio y potasio en leches tetrapack, arrojo los siguientes resultados.

-Determinación de la exactitud y repetibilidad para calcio por fotometría de flama.

	y	y ²
	58	3364
	58	3364
	58	3364
	58	3364
	60	3600
	58	3364
Σy	350	
Σy ²		20420
(Σy) ²	122500	

Tabla No 29. Exactitud y repetibilidad para la determinación de calcio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 p/v, correspondientes a 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de calcio.

- Determinación de la exactitud y repetibilidad para sodio por fotometría de flama.

	y	y ²
	63	3969
	64	4096
	64	4096
	63	3969
	62	3844
	62	3844
Σy	378	
Σy ²		23818
(Σy) ²	142884	

Tabla No 30. Exactitud y repetibilidad para la determinación de sodio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de sodio.

- Determinación de la exactitud y repetibilidad para potasio por fotometría de flama.

	y	y ²
	61	3721
	62	3844
	62	3844
	63	3969
	61	3721
	60	3600
Σy	369	
Σy ²		22699
(Σy) ²	136161	

Tabla No 31. Exactitud y repetibilidad para la determinación de potasio por fotometría de flama, en un ámbito de concentración de 33.4, 66.8, 100, 133.6 y 167 % p/v, correspondientes a 2, 4, 6, 8 y 10 ppm de potasio

Calcio	Promedio de y	58.333
	Desviación estándar	0.8165
	Coefficiente de variación	1.3997
	Intervalo de confianza para la media poblacional	IC(μ)= 58.333 ± 0.45220
Sodio	Promedio de y	63
	Desviación estándar	0.8944
	Coefficiente de variación	1.4197
	Intervalo de confianza para la media poblacional	IC(μ)= 63 ± 0.495366
Potasio	Promedio de y	61.5
	Desviación estándar	1.0488
	Coefficiente de variación	1.7053
	Intervalo de confianza para la media poblacional	IC(μ)= 61.5 ± 0.5808687

Para n=6 donde n es el número de repeticiones.

Tabla No 32. Exactitud y repetibilidad del sistema para la determinación de calcio, sodio, potasio en leche.

3.2.4 Determinación de calcio en leche.

La tabla No 33, muestra los valores obtenidos de las leches evaluadas en el flamómetro de flama después de haber sido calibrado con las diferentes disoluciones de carbonato de calcio, mostrados en la tabla No 9.

*x=ppm de Ca en 10 mL	y %E	en 2mL/10 mL ppm	en 5 mL/25mL ppm	en 100 mg de muestra	cenizas promedio	Ca ppm en cenizas
16.0551	16.3333	80.2754	401.3768	401.3768	1.7217	6910.6382
18.0325	18.3333	90.1626	450.8132	450.8132	1.1756	5299.6101
18.3621	18.6666	91.8104	459.0518	459.0518	1.1762	5399.5204
18.3621	18.6666	91.8104	459.0518	459.0518	1.5568	7146.3656
18.0325	18.3333	90.1626	450.8132	450.8132	1.2378	5580.3164
17.7030	18	88.5149	442.5746	442.5746	1.4970	6625.3425
18.3621	18.6666	91.8104	459.0518	459.0518	1.2822	5885.8093
18.6917	19	93.4586	467.2929	467.2929	1.3649	6378.2360
19.0213	19.3333	95.1063	475.5314	475.5314	1.1162	5307.8820
18.6917	19	93.4586	467.2929	467.2929	1.0066	4703.7699
19.0213	19.3333	95.1063	475.5314	475.5314	1.2208	5805.1293
18.6917	19	93.4586	467.2929	467.2929	1.0302	4813.8953
18.3621	18.6666	91.8104	459.0518	459.0518	1.2883	5913.8114
18.6917	19	93.4586	467.2929	467.2929	1.1552	5398.3229
20.3395	20.6666	101.6976	508.4882	508.4882	1.3119	6671.0266
20.3395	20.6666	101.6976	508.4882	508.4882	1.3402	6814.5898
18.3621	18.6666	91.8104	459.0518	459.0518	1.0191	4678.3500
19.3508	19.6666	96.7540	483.7700	483.7700	1.0999	5321.1477
Promedio	18.5818	18.8889	92.9091	464.5454	1.2556	5814.0980
desv. Est.	0.9458	0.9566	4.7289	23.6446	0.1921	781.8037
coef variac	5.0898	5.0642	5.0898	5.0898	15.2956	13.4467

*valor promedio de las tres series de leches evaluadas.

Tabla No 33. Determinaciones de calcio en diferentes leches evaluadas.

3.2.5 Determinación de sodio en leche.

La tabla No 34, muestra los valores obtenidos de las leches evaluadas en el flamómetro de flama después de haber sido calibrado con las diferentes disoluciones de cloruro de sodio, mostrados en la tabla No 10.

*x= ppm de Na en 10 mL	y %E	en 2mL/10mL ppm	en 5 mL/25mL ppm	en 100 mg de muestra	cenizas promedio	Na ppm en cenizas
5.2221	58.3333	26.1104	130.5519	130.5519	1.7217	2247.7548
6.1102	66.9989	30.5510	152.7552	152.7552	1.1756	1795.7389
6.5544	71.3333	32.7722	163.8609	163.8609	1.1762	1927.3869
6.6683	72.4444	33.3416	166.7078	166.7078	1.5568	2595.2520
6.3722	69.5555	31.8612	159.3058	159.3058	1.2378	1971.9401
5.6320	62.3333	28.1602	140.8008	140.8008	1.4970	2107.7880
6.4292	70.111	32.1458	160.7291	160.7291	1.2822	2060.8151
5.4612	60.6666	27.3061	136.5303	136.5303	1.3649	1863.5479
4.7893	54.1111	23.9467	119.7336	119.7336	1.1162	1336.4662
6.0534	66.4444	30.2669	151.3344	151.3344	1.0066	1523.3322
6.0989	66.8888	30.4946	152.4731	152.4731	1.2208	1861.3404
6.6342	72.1111	33.1708	165.8538	165.8538	1.0302	1708.5710
5.5295	61.3333	27.6477	138.2386	138.2386	1.2883	1780.8813
5.3929	59.9999	26.9644	134.8221	134.8221	1.1552	1557.5096
4.6641	52.8888	23.3204	116.6018	116.6018	1.3119	1529.7373
5.4157	60.2222	27.0783	135.3917	135.3917	1.3402	1814.4739
5.2904	58.9999	26.4520	132.2598	132.2598	1.0191	1347.9041
5.3815	59.8888	26.9075	134.5374	134.5374	1.0999	1479.8219
Promedio	5.7611	28.8054	144.0271	144.0271	1.2556	1806.1256
desv. estand	0.6219	3.1095	15.5476	15.5476	0.1921	324.2814
coef variac.	10.7949	10.7949	10.7949	10.7949	15.2956	17.9545

*valor promedio de las tres series de leches evaluadas.

Tabla No 34. Determinaciones de sodio en diferentes leches evaluadas.

3.2.6 Determinaciones de potasio en diferentes leches.

La tabla No 35, muestra los valores obtenidos de las leches evaluadas en el flamómetro de flama después de haber sido calibrado con las diferentes disoluciones de cloruro de potasio, mostrados en la tabla No 11.

*x=ppm de K en 10mL	y %E	en 2 mL/10mL ppm	en 5 mL/25mL ppm	en 100 mg de muestra	cenizas promedio	K ppm en cenizas
3.6853	43.4444	18.4267	92.1333	92.1333	1.7217	1586.2904
2.8015	34.5555	14.0074	70.0370	70.0370	1.1756	823.3321
3.7295	43.8888	18.6476	93.2380	93.2380	1.1762	1096.6969
4.0168	46.7777	20.0839	100.4194	100.4194	1.5568	1563.2951
4.0057	46.6666	20.0286	100.1432	100.1432	1.2378	1239.6057
4.2267	48.8888	21.1334	105.6672	105.6672	1.4970	1581.8379
2.1386	27.8888	10.6930	53.4648	53.4648	1.2822	685.5072
2.8125	34.6666	14.0626	70.3132	70.3132	1.3649	959.7285
2.6137	32.6666	13.0683	65.3416	65.3416	1.1162	729.3424
4.0168	46.7777	20.0839	100.4194	100.4194	1.0066	1010.8213
3.3207	39.7777	16.6037	83.0185	83.0185	1.2208	1013.4627
2.7573	34.1111	13.7865	68.9323	68.9323	1.0302	710.1179
4.4476	51.1111	22.2382	111.1912	111.1912	1.2883	1432.4393
2.6468	32.9999	13.2340	66.1701	66.1701	1.1552	764.4188
5.9391	66.1111	29.6957	148.4787	148.4787	1.3119	1947.9412
3.1440	37.9999	15.7198	78.5992	78.5992	1.3402	1053.3607
4.7791	54.4444	23.8955	119.4775	119.4775	1.0191	1217.6348
3.1329	37.8888	15.6646	78.3231	78.3231	1.0999	861.5014
promedio	3.5675	17.8374	89.1871	89.1871	1.2556	1126.5186
desv.estan.	0.9387	4.6934	23.4672	23.4672	0.1921	366.0619
coef variac	26.3124	26.3124	26.3124	26.3124	15.2956	32.4950

*valor promedio de las tres series de leches evaluadas.

Tabla No 35. Determinaciones de potasio en diferentes leches evaluadas.

CAPÍTULO IV: ANÁLISIS DE RESULTADOS.

En este capítulo se realiza el análisis de los resultados obtenidos en la determinación de los parámetros físicos como pH, densidad, conductividad, materia sólida, materia orgánica, humedad, cantidad de cenizas, así como también la determinación de los parámetros del sistema como linealidad, precisión, exactitud y repetibilidad, y el contenido de calcio, sodio y potasio en leche tetrapack de 250 mL aproximadamente.

El pH reportado en la literatura consultada⁹, indica que éste, debe encontrarse en un intervalo de 6.2 a 6.8, en las muestras trabajadas de leche tetrapack de 250 mL aproximadamente; se obtuvo un valor mínimo de pH de 6.58 correspondiente a la leche L-18 y un valor máximo de pH de 6.86 correspondiente a la leche L-1. El valor promedio general del pH obtenido para las 18 muestras y por triplicado, fue de 6.70, por lo que se considera a este valor promedio que es aceptable respecto al pH reportado en la literatura. Todos los componentes capaces de combinarse con iones básicos contribuyen a la acidez de la leche, estas combinaciones varían en su grado de ionización la constante de disociación y el producto de solubilidad; el grado de disociación aumenta con el pH, las sales cálcicas están menos disociadas que las sales de sodio o de potasio, por esta razón en la leche sobre todo en medio ácido, predominan las sales de calcio que tienden a combinarse con las proteínas. Al obtener valores de pH distintos a los reportados en los estándares de calidad, estos son producidos por una deficiencia en el estado sanitario de la glándula mamaria, por la cantidad de CO₂ disuelto o por el desarrollo de microorganismos que convierten la lactosa en ácido láctico.

La densidad reportada en la literatura consultada para la leche¹⁹, indica un intervalo de 1.028-1.035 g/mL a 30 °C, los resultados obtenidos en este trabajo indican un valor mínimo de 1.0127 g/mL correspondiente a la leche L-15 y un valor máximo de 1.0693 g/mL correspondiente a la leche L-17, el promedio general para las leches tetrapack trabajadas, fue de 1.0414 g/mL, independientemente de que las pruebas

⁹ Dumais, Robert, et al., Ciencia y tecnología de la leche. Principios y aplicaciones. España: Editorial Acribia, S.A., Zaragoza, 1991

¹⁹ François, M. Luquet. Leche y productos lácteos. Vaca-oveja-cabra. 2ª edición. Zaragoza, España: Editorial Acribia, S.A., 1987 p 5-60.

realizadas, fueron a una temperatura de 25 °C, diferente a la reportada en la literatura. La determinación de este parámetro contribuye a la detección de leches de baja calidad, ya que la adulteración de la leche por desnatado o dilución aumentan la densidad, mientras que el aguado o la presencia de aire, disminuyen la densidad.

La conductividad reportada en la literatura⁹, indica que para la leche debe ser del orden de 5000 $\mu\text{S cm}^{-1}$, en los resultados obtenidos se obtuvo un valor mínimo de 15900 $\mu\text{S cm}^{-1}$ que corresponde a la leche L-10 y un valor máximo de 21900 $\mu\text{S cm}^{-1}$ correspondiente a la leche L-4, el valor promedio de la conductividad fue de 18745.55 $\mu\text{S cm}^{-1}$, esta diferencia puede ser debida a la presencia principalmente de electrolitos minerales en la leche como cloruros, fosfatos, y citratos y secundariamente de iones coloidales, disminuyen la resistencia al paso de la corriente. El aguado de la leche disminuye la conductividad y la alteración por acidez la aumenta; una conductividad superior a la indicada se debe a un alto contenido de cloruros. La conductividad varía con la temperatura por lo que se recomienda determinarla a 25 °C.

En la determinación de la cantidad de materia sólida¹⁸, se obtuvo un valor mínimo de 20.2492 g correspondiente a la leche L-15, y un valor máximo de 90.0876 g, correspondiente a la leche L-16; el contenido promedio de materia sólida fue de 51.89 g. La literatura consultada reporta un promedio de 12.5% de materia sólida en la leche, el valor promedio experimental fue de 20.3912%, por lo que estos valores pueden variar debido al procedimiento aplicado para la evaporación de la fase acuosa de la leche.

La determinación del contenido de materia orgánica dio un valor mínimo de 18.9373 g correspondiente a la leche L-15 y un valor máximo de 88.7474 g correspondiente a la leche L-16, el promedio general fue de 50.6371 g.

En la determinación del contenido de agua en la leche evaluada, se obtuvo un valor mínimo de 171.4687g que representa el 70.31% correspondiente a la leche L-3 y un valor máximo de 232.9258 g que representa el 92.00% que corresponde a la leche L-15; el promedio general de humedad contenido en la leche fue de 79.60%, dicho valor presenta una diferencia de 7.3% con respecto al valor reportado en la literatura

⁹ Dumais, Robert, et al., Ciencia y tecnología de la leche. Principios y aplicaciones. España: Editorial Acribia, S.A., Zaragoza, 1991

¹⁸ Casado, Pedro. Guía para el análisis químico de la leche y los derivados lácteos. España: Editorial Ayala, 1991. p196-199.

consultada, siendo este de 86.9%; las leches L-1, L-3, L-5, L-10, L-11, L-14, L-16 y L-17 presentan un porcentaje de humedad menor al 80%; las leches L-2, L-4, L-6, L-7, L-8, L-9, L-12, L-13 y L-18 presentan un porcentaje de humedad de 80-90%. El agua constituye la fase continua de la leche, siendo el medio de soporte para los componentes sólidos y gaseosos; ésta se encuentra en dos estados: agua libre y agua de enlace. La variabilidad en los datos se puede atribuir al agua de enlace, ya que cohesiona los diversos elementos no solubles y es adsorbida a la superficie de los mismos, además de no formar parte de la fase hídrica de la leche y por lo tanto es más difícil de eliminar que el agua libre, la cual representa la mayor parte del agua y se mantiene en solución la lactosa y las sales, es ésta el agua que sale de la cuajada en forma de suero¹⁶.

En la determinación del contenido de cenizas se obtuvo un valor mínimo de 1.0066g de la leche L-10 y un valor máximo de 1.7217g de la leche L-1, el promedio general de cenizas fue de 1.2556g; de ocho muestras de leche se obtuvo una cantidad menor de 1.2 g de cenizas, las cuales fueron: L-10, L-17, L-12, L-18, L-9, L-14, L-2 y L-3; de otras ocho muestras de leches se obtuvo una cantidad de cenizas entre 1.2-1.5 g, que fueron: L-11, L-5, L-7, L-13, L-15, L-16, L-8 y L-6; una cantidad mayor de 1.5 g tan solo se obtuvo de dos muestras que fueron: L-4 y L-1.

El peso de las cenizas varía dependiendo las condiciones de calcinación; mediante este procedimiento en la leche se pueden encontrar de 7 - 8.5 g de cenizas por litro pero estas cenizas no representan el total de las sales de la leche en su estado natural ya que la proporción de sales es un poco más elevada, de 8 a 10 g por litro. La leche tiene una reacción ligeramente ácida, las cenizas son netamente alcalinas, por lo que se produce una modificación importante en el equilibrio ácido-básico en el curso de la incineración. Se producen pérdidas de los elementos más volátiles, que dependen estrechamente de la temperatura alcanzada en la mufla. El yodo (indicios) siempre desaparece, los cloruros alcalinos permanecen fijos hasta 550 °C, por encima de esta de temperatura las pérdidas son sensibles; el fósforo se pierde en el rojo vivo; las principales modificaciones que se dan en la incineración para obtener cenizas son: los citratos se destruyen completamente, se forman carbonatos por acción del CO₂ sobre las bases, procedente de la combustión de las materias orgánicas, se forman fosfatos y

¹⁶ Keating, Patrick. Gaona, Homero. Introducción a la lactología. 2ª edición. México: Limusa, 1999. p 15-26

sulfatos, con el fósforo y azufre incluidos en las moléculas proteicas que anteriormente no se encontraban en estado salino¹⁵.

A partir de los parámetros del sistema que fueron analizados como la linealidad, precisión, exactitud y repetibilidad se puede mencionar lo siguiente:

El valor experimental del coeficiente de determinación en la linealidad para la determinación de calcio, sodio y potasio en leches tetrapack fue de 0.9985, 0.99880 y 0.9969 respectivamente, y basados en el criterio de aceptación reportado en la Guía de validación de métodos analíticos, para este parámetro se debe cumplir que $r^2 \geq 0.98$ y el intervalo de confianza para la pendiente no incluye al cero por lo que el parámetro de linealidad, es de aceptarse. Los valores del coeficiente de correlación, el cual indica el grado de relación entre la concentración del analito y la respuesta el porcentaje de emisión, donde su valor máximo es cercano a 1 y los valores del coeficiente de determinación, que expresa la variación total del porcentaje de emisión, indican una estrecha relación entre las variables, demostrando que todos los puntos experimentales se encuentran linealmente con pendiente positiva.¹⁴

El valor experimental del coeficiente de variación en la precisión para la determinación de calcio y sodio en leches tetrapack fue de 1.3997 y 1.4197 respectivamente, y basados en el criterio de aceptación reportado en la Guía de validación de métodos analíticos, para este parámetro se debe cumplir que $CV \leq 1.5 \%$ para métodos físico-químicos, por lo que el parámetro de precisión se acepta. En el caso del potasio el valor experimental del coeficiente de variación en la precisión fue de 1.7054 por lo que supera el criterio de aceptación de $CV \leq 1.5 \%$ para métodos físico-químicos, por lo que el parámetro de precisión no se acepta.¹⁴

El valor experimental del intervalo de confianza para la media poblacional para la determinación de la exactitud y repetibilidad de calcio y potasio fue de 58.333 ± 0.4522 y 61.5 ± 0.5808 respectivamente y el coeficiente de variación fue de 1.3997 y de 1.7053 respectivamente, basados en el criterio de aceptación reportado en la guía de validación de métodos analíticos, para estos parámetros se debe cumplir que el intervalo

¹⁵ Charles Alais, Ciencia de la leche. Principios de técnica lechera. Cia. Editorial Continental, S.A. de C.V., Mayo 1988. p 151-162.

¹⁴ García, Araceli, et. al., Guía de validación de métodos analíticos. Colegio Nacional de Químicos Farmaceuticos Biologos, A.C. p 20-22, 25-30.

de confianza para la media poblacional debe incluirse en el intervalo de 97-103 % si el método es químico o espectrofotométrico y el coeficiente de variación no mayor del 3% si es químico o espectrofotométrico, por lo que el parámetro de exactitud y repetibilidad se acepta; en el caso del sodio el valor experimental del intervalo de confianza para la media poblacional fue de 63 ± 0.4953 el cual representa el 105 % y sobrepasa el criterio de aceptación y el coeficiente de variación fue de 1.4197 por lo que el parámetro de exactitud y repetibilidad no se acepta.¹⁴

La cantidad promedio de calcio encontrada en las cenizas de las muestras fue de 5814.098 ppm, con una desviación estándar de 781.8037 la cual se puede considerar como pequeña la dispersión de los datos y un coeficiente de variación de 13.4467 que se considera pequeño.

La cantidad promedio de sodio encontrada en las cenizas de las muestras fue de 1806.1256 ppm, con una desviación estándar de 324.2814 la cual se puede considerar como pequeña la dispersión de los datos y un coeficiente de variación de 17.9545 que se considera pequeño.

La cantidad promedio de potasio encontrada en las cenizas de las muestras fue de 1126.5186 ppm, con una desviación estándar de 366.0619 la cual se puede considerar como una dispersión significativa y un coeficiente de variación de 32.4950 el cual muestra una gran variación en los datos.

La espectroscopia de emisión atómica que utiliza flama o espectroscopia de emisión de flama o fotometría de flama tiene una gran aplicación en análisis elemental, su principal aplicación es la determinación de sodio, potasio, litio y calcio en diversos tipos de muestras y por razones de conveniencia, rapidez y por la relativa falta de interferencias se ha convertido en el método de elección para el análisis de estos elementos, que suelen ser difíciles de analizar por medio de otras técnicas instrumentales.

¹⁴ García, Araceli, et. al., Guía de validación de métodos analíticos. Colegio Nacional de Químicos Farmaceuticos Biologos, A.C. p 20-22, 25-30.

Los instrumentos para trabajar con emisión de flama son similares a los instrumentos de absorción de flama excepto que en los primeros la flama actúa como fuente de radiación y en los segundos la lámpara de cátodo hueco y el cortador sustituyen a ésta, pero actualmente muchos instrumentos modernos se pueden adaptar para su uso, tanto en el análisis de absorción como de emisión. Las interferencias que se encuentran en espectroscopia de emisión de flama, provienen de las mismas fuentes que en el caso de los métodos de absorción atómica, ambos métodos sufren de interferencias químicas semejantes, los procedimientos de absorción atómica tienen menos interferencias de líneas espectrales aunque en los métodos de emisión este tipo de interferencias se reconocen y se evitan fácilmente.

En cuanto a las técnicas analíticas utilizadas en espectroscopia de emisión de flama son similares a las que se realizan por espectroscopia de absorción atómica en donde se pueden emplear los métodos de curva de calibración y el de adición de estándar, inclusive se pueden utilizar patrones internos para compensar las variaciones de la flama.

La principal ventaja de los procedimientos de emisión, consiste en que la flama actúa como fuente de radiación mientras que los métodos de absorción necesitan de una lámpara de cátodo hueco para cada elemento independientemente de la calidad del monocromador de un instrumento de absorción la cual no tiene que ser tan alta para alcanzar el grado de selectividad, debido a la estrechez de las líneas emitidas por la lámpara de cátodo hueco.

En los métodos de emisión, la corrección de los espectros de banda provenientes de los constituyentes de la muestra, se realizan con mayor facilidad y exactitud. La incertidumbre que se presenta en las técnicas de absorción atómica y de emisión en manos expertas es casi la misma, mientras que en personas menos entrenadas, los métodos de absorción atómica, presentan menos problemas.

Generalmente la absorción atómica muestra una detectabilidad mayor a aquellos elementos que emiten por debajo de los 300 nm debido a que se requieren energías térmicas grandes para excitar al átomo y puedan emitir a estas longitudes de onda, pero a longitudes de onda entre 300 y 400 nm, ambos métodos pueden exhibir detectabilidad

idéntica en la región del visible, la emisión de flama presenta mayor detectabilidad, los límites de detección por los métodos de espectroscopia de absorción atómica y de emisión de flama se pueden comparar en la siguiente tabla:

Elemento	Longitud de onda en nm	Espectroscopia de absorción atómica	Espectroscopia de emisión de flama
Calcio	422.7	0.003	0.0003
Potasio	766.5	0.004	0.00008
Sodio	589.0	0.001	0.0008

En fotometría de flama la sensibilidad es proporcional al número de átomos que se han excitado, mientras que, en absorción atómica la sensibilidad depende del número de átomos que se encuentran en el estado fundamental. Normalmente, tan sólo un pequeño porcentaje de átomos se encuentran en estado excitado en la flama. Por lo tanto, la absorción atómica da lugar, en general, a una mayor sensibilidad que la fotometría de flama para un gran número de elementos.

Cabe señalar que la absorción atómica no ha eliminado el uso de la fotometría, sino que ambos métodos deben considerarse complementarios, siendo la sensibilidad de cada uno de ellos superior a la del otro para determinados elementos.

Las dos desventajas más importantes de los métodos de emisión en flama son: la energía de excitación es demasiado baja para la mayoría de los elementos y la muestra debe estar disuelta. En absorción atómica la baja energía no es una desventaja tan importante ya que la misión de la flama, en ese caso, es únicamente atomizar la muestra y formar un vapor de átomos sin excitar; por esta razón es aplicable a un mayor número de elementos que la fotometría de flama.

Una desventaja de los métodos de emisión, es que requieren por lo general, un mayor grado de habilidad por parte del operador debido a la selección de la flama y de la relación combustible y oxidante.

Se realizó un estudio en diversas leches envasadas en tetrapack, adquiridas en centros comerciales, para determinar algunos parámetros físicos y químicos como fueron: humedad, pH, conductividad, contenido de cenizas y materia orgánica; así como también la determinación de sodio, potasio y calcio por el método instrumental de fotometría de flama.

La fotometría de flama, no requiere de pre-tratamientos o tratamientos complicados para las muestras, tan sólo se deben tener los cuidados necesarios en el manejo de estas; el material y reactivos son de fácil acceso dentro de un laboratorio químico. Es de gran utilidad determinar los parámetros del sistema como la linealidad, precisión, exactitud y repetibilidad apoyados en guías de validación de métodos analíticos para obtener resultados satisfactorios.

A través de este estudio, se compararon los valores experimentales con lo establecido en las normas oficiales mexicanas y las normas mexicanas mediante procedimientos sencillos, como en el caso del pH, densidad y humedad, dichos valores concuerdan con los reportados en la literatura consultada.

Se recurrió a la calcinación de todo el contenido de leche, ya que no se tenía el conocimiento de la cantidad total de cenizas y para evitar problemas en el flamómetro de flama en la aspiración de la muestra, debido a que está contiene moléculas como fosfatos, sulfatos, nitratos, etc., algunas se encuentran en emulsión y otras en suspensión.

La determinación de elementos minerales se lleva a cabo por diversos métodos instrumentales; sin embargo se recomienda utilizar la fotometría de flama como un inicio en los cursos prácticos de la asignatura de Química Analítica I en la Facultad de Química, debido a que es un método sencillo, rápido y económico en el análisis cuantitativo de elementos como sodio, potasio y calcio en diversas muestras.

Libros

- ¹ Skoog, D. West, D. Holler, J. Fundamentos de Química Analítica, 8ª Edición., Mc Graw Hill, 1995
- ² Willard, H. et. al., Métodos Instrumentales de Análisis. Grupo Editorial Iberoamerica, México 1991.
- ³ Howard, S. Instrumental Químico. Estudio sistemático del Análisis Instrumental. Editorial Limusa, 1982
- ⁴ Rouessac, F. Rouessac, A. Análisis Químico Método y Técnicas Instrumentales Modernas. España: Editorial Mc Graw-Hill, 2003.
- ⁵ Rubinson, K. Rubinson, J. Análisis Instrumental. España: Editorial Prentice Hall, 2001.
- ⁶ Partington, J.R. Tratado de Química Inorgánica. Editorial Porrúa.
- ⁷ Cotton, A. Química Inorgánica Avanzada. México: Editorial Limusa., 1986
- ⁸ Skoog, D. Leary, J. Holler, J. Principios de análisis instrumental., 5ª Edición. México: Editorial Mc Graw-Hill, 1998.
- ⁹ Dumais, Robert, et al., Ciencia y tecnología de la leche. Principios y aplicaciones. España: Editorial Acribia, S.A., Zaragoza, 1991
- ¹⁰ Shils, Maurice E. Nutrición en salud y enfermedades, Mc Graw-Hill, 2002
- ¹¹ Harris, Daniel. Análisis Químico Cuantitativo. E.U.A: Grupo Editorial Iberoamérica, 1991
- ¹² Lácteos y Cárnicos Mexicanos, Características y propiedades de los ingredientes y de leche en polvo concentrados., Abril/Mayo 2002. p 35-42
- ¹³ Lácteos y Cárnicos Mexicanos, Control de los puntos críticos en los tratamientos térmicos de los productos lácteos., Agosto/ Septiembre 1996. p 31-33
- ¹⁴ García, Araceli, et. al., Guía de validación de métodos analíticos. Colegio Nacional de Químicos Farmaceuticos Biologos, A.C. p 20-22, 25-30.
- ¹⁵ Charles Alais, Ciencia de la leche. Principios de técnica lechera. Cia. Editorial Continental, S.A. de C.V., Mayo 1988. p 151-162.
- ¹⁶ Keating, Patrick. Gaona, Homero. Introducción a la lactología. 2ª edición. México: Limusa, 1999. p 15-26

¹⁷ Walstra, Pieter. Jennes, Robert. Química y Física lactológica. España: Editorial Acribia, 1987, p1-10,37-49, 118-125, 142-147, 164-165,324-325.

¹⁸ Casado, Pedro. Guía para el análisis químico de la leche y los derivados lácteos. España: Editorial Ayala, 1991. p196-199.

¹⁹ François, M. Luquet. Leche y productos lácteos. Vaca-oveja-cabra. 2ª edición. Zaragoza, España: Editorial Acribia, S.A.,1987 p 5-60.

²⁰ NMX-F-424-1982. Productos alimenticios para uso humano. Determinación de la densidad en leche fluida.

²¹ NOM-116-SSA1. Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico, método por arena o gasa.

Páginas Web

²² <http://www.zonadiet.com/bebidas/leche.htm>

²³ <http://www.obesidad.net/spanish2002/default.htm>

²⁴ <http://www.geocities.com/tenisoat/leche.htm>

²⁵ http://www.agrobit.com/Info_tecnica/Ganaderia/prod_lechera/GA000002pr.htm

²⁶ <http://www.consumer.es/web/es/alimentacion/guia-alimentos/leche-y-derivados/2001/08/06/38377.php>

²⁷ <http://members.tripod.com/Arturobola/sodio.htm>

²⁸ <http://members.tripod.com/Arturobola/potasio.htm>

²⁹ <http://www.elergonomista.com/tecnicas/fotometria.htm>

³⁰ <http://hiq.aga.com>.

³¹ <http://www.uned.es/094258/contenido/tecnicas/espectroemision/emision.htm>

³² <http://www.mundohelado.com/materiasprimas/leche/laleche-vitaminas.htm>

Anexo A

Material, equipo y reactivos.

Material

- Matraces volumétricos de 25 mL
- Matraces volumétricos de 100 mL
- Matraces volumétricos de 10 mL
- Vasos de precipitados de 500 mL
- Vasos de precipitados de 250 mL
- Vasos de precipitados de 50 mL
- Espátula de acero inoxidable
- Micropipeta 100-1000 μ L Wigggen Hauser
- Embudo de filtración
- Frascos ambar de 100 mL con tapa
- Frascos ambar de 10 mL con tapa
- Envases de plástico de 1 L
- Naves para pesar
- Piseta
- Crisoles
- Pinzas
- Etiquetas
- Plumón
- Probetas de 100 mL
- Agitador de vidrio

Equipo

- Balanza analítica marca Sartorius, modelo BP210S con una capacidad máxima de 210 g, d = 0.1 mg
- Fotómetro de flama, marca JENWAY PFP 7
- Mufla marca HEAVY DUTY, Tipo 051-PT, ciclos 50, Volts 220.
- Conductímetro E587, marca Metrohm Herisau.
- Horno marca Felisa, modelo 293A, Volts 117
- pHmetro marca Conductronic pH 120.

Reactivos

- Carbonato de calcio
- Cloruro de sodio
- Cloruro de potasio
- Ácido clorhídrico
- Disoluciones reguladoras de pH 4.0 y 7.0
- Agua desionizada
- Diferentes leches envasadas en tetrapack, volumen de 236 y 250 mL

Anexo B

Parámetros físicos.

Cálculos

- Densidad. En base a la masa en gramos de la leche y su volumen, se calculó la densidad con la fórmula siguiente:

$$\delta = \frac{\text{masa registrada del picnómetro con leche}}{25 \text{ mL}} = \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

* La temperatura del laboratorio al momento de realizar las mediciones fue de 25 °C.

- Masa total. Se determinó de la siguiente manera:

$$m_t = \text{Volumen medido en mL} \times \text{densidad en g/mL}$$

- Materia sólida presente en la muestra de leche, se determinó con la fórmula siguiente:

$$m_3 = m_1 - m_2$$

m_1 = crisol + muestra seca en g

m_2 = crisol vacío en g

m_3 = materia sólida en g

- Materia orgánica contenida en la muestra de leche, se determinó con la fórmula siguiente:

$$m_5 = m_3 - m_4$$

m_3 = materia sólida en g

m_4 = promedio de contenido de cenizas en g

m_5 = materia orgánica en g

en porcentaje

$$\% \text{materia orgánica} = \frac{\text{materia orgánica}}{m_t} \times 100$$

- Humedad contenida en la muestra de leche, se determinó de la siguiente manera:

$$h = m_t - m_3$$

m_t = masa total en g

m_3 = materia sólida en g

h = humedad en g

en porcentaje

$$\%h = \frac{h}{m_t} \times 100$$

- Cenizas. A partir de las cenizas obtenidas de cada serie evaluada de leche, se determinó el promedio de la siguiente manera:

Promedio

$$\bar{c} = \frac{\text{muestra de serie 1} + \text{muestra n de serie 2} + \text{muestra n de serie 3}}{3}$$

en porcentaje:

$$\% \text{ cenizas} = \frac{\bar{c}}{m_t} \times 100$$

Anexo C

Uso y manejo adecuado del fotómetro de flama.

Procedimiento para las diluciones estándar.

Se debe colocar el fotómetro de flama apartado de la luz del sol o fuentes de luz indirecta, evitar corrientes de aire, polvo, humo, contaminación por jabones, detergentes, sudor y material mal enjuagado.

Al considerar las diferencias entre marcas y modelos de los fotómetros de flama comerciales, sería imposible formular instrucciones detalladas para el manejo y operación; es recomendable leer cuidadosamente el instructivo de operación y mantenimiento del equipo en uso.

Los parámetros que generalmente se deben considerar son los siguientes:

- * Escoger el filtro apropiado.
- * La sensibilidad requerida para el análisis.
- * Las presiones adecuadas de combustible, aire u oxígeno.
- * El procedimiento de encendido, calentamiento, corrección de la señal de fondo de la flama.
- * Lavado del quemador, introducción, quemado de la muestra y medida de la emisión.
- * Limpieza del quemador y apagado del equipo.

Encendido del fotómetro de flama:

Conectar a la corriente eléctrica 110 Volts.

Abrir el tanque de gas LP, regular la presión a 5 lb/pul² y encender la flama

Abrir el tanque del oxígeno y regular la presión de salida a 15 lb/in²

Apagado del fotómetro de flama:

Cerrar el tanque de oxígeno y la válvula

Cerrar el tanque de gas y la válvula de salida.

NOTA: La secuencia de encendido y apagado, se deberá seguir estrictamente en el orden anotado para evitar posibles explosiones.

Anexo D

Símbolos, abreviaturas y fórmulas

Las fórmulas utilizadas para el cálculo de los parámetros estadísticos sobre los datos obtenidos son:

x concentración

y respuesta analítica

\bar{y} Media aritmética de y $\bar{y} = \frac{\sum y_i}{n}$

\bar{x} Media aritmética de x $\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$

S Desviación estándar $S = \frac{n \sum y^2 - (\sum y)^2}{n(n-1)}$

S_{b1} Desviación estándar de la

Pendiente

$$S_{b1} = S_{y/x} \sqrt{\frac{1}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}}$$

r^2 Coeficiente de determinación $r^2 = \frac{(\sum xy - \bar{x} \sum y)^2}{(\sum x^2 - \bar{x} \sum x)(\sum y^2 - \bar{y} \sum y)}$

CV Coeficiente de variación $CV = \frac{S}{\bar{y}} * 100$

IC Intervalo de confianza para

la media poblacional.

$$IC \Rightarrow \bar{y} \pm t_{0.975, n-1} \left(\frac{S}{\sqrt{n}} \right)$$

IC \hat{b}_1	Intervalo de confianza para la pendiente	$IC \hat{b}_1 = b_1 \pm t_{0.975, n-2} S_{b_1}$
$S_{y/x}$	Desviación estándar de regresión	$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum y^2 - b_1 \sum xy - b_0 \sum y}{n-2}}$
b_1	pendiente	$b_1 = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$
b_0	Ordenada al origen	$b_0 = \frac{\sum y - b_1 \sum x}{n}$
n	Número de determinaciones	
$t_{0.975}$	Valor de la distribución t de Student asociado a una confianza de 97.5 % y a grados de libertad (gl) establecidos.	

Anexo E

Parámetros químicos

A partir de las gráficas obtenidas con los estándares de cada disolución en el flamómetro, se tienen las siguientes ecuaciones:

- para calcio

$$y = 1.0114x + 0.0952 \quad \text{con} \quad R^2 = 0.9988$$

- para sodio

$$y = 9.7571x + 7.381 \quad \text{con} \quad R^2 = 0.9813$$

- para potasio

$$y = 10.057x + 6.381 \quad \text{con} \quad R^2 = 0.9697$$

de cada una de las ecuaciones anteriores se despeja la variable dependiente “x” y se evalúa con valores de la variable independiente “y”, siendo estos los obtenidos en las determinaciones de cada muestra en el flamómetro; para obtener la cantidad de ppm en cada dilución de la siguiente manera:

Ejemplo:

En el caso de potasio, la ecuación con la variable dependiente “x” despejada es:

$$x = \frac{43.4444 - 6.381}{10.057}$$

$$x = 3.6853 \text{ ppm de potasio}$$

para la primera dilución el factor es de 5, por lo que:

$$3.6853 \text{ ppm de potasio} * 5 = 18.42 \text{ ppm de potasio en 2 mL}$$

para la segunda dilución el factor es de 5, por lo que:

$$18.42 \text{ ppm de potasio} * 5 = 92.1333 \text{ ppm de en 100 mL}$$

por lo tanto, 92.1333 ppm se tienen en 25 mL de disolución.

Para obtener la cantidad de ppm de potasio en 100 mg, se realizó el siguiente cálculo:

$$\text{ppm de potasio en muestra} = \frac{92.1333 \text{ ppm} * 0.7217 \text{ g}}{0.1 \text{ g}}$$

$$\text{ppm de potasio en muestra} = 1586.2904$$

de esta manera, se realizó el cálculo para sodio y calcio.