

Técnicas de análisis de los alimentos

Guías prácticas de laboratorio

Sandra Córdova Márquez
Wilson Carrión Espinosa
Fabián Cuenca Mayorga

Técnicas de análisis de los alimentos

Guías prácticas de laboratorio

Sandra Córdova Márquez
Wilson Carrión Espinosa
Fabián Cuenca Mayorga



© Sandra Córdova Márquez
Universidad Técnica de Machala
<https://orcid.org/0009-0004-3751-3325>
secordova@utmachala.edu.ec

Wilson Carrión Espinosa
Universidad Técnica de Machala
<https://orcid.org/0000-0002-2069-5634>
wcarrión@utmachala.edu.ec

Fabián Cuenca Mayorga
Universidad Técnica de Machala
<https://orcid.org/0000-0002-4760-1458>
fcuenca@utmachala.edu.ec

Primera edición, 2025-11-11

ISBN: 978-9942-53-109-4

DOI: <http://doi.org/10.48190/9789942531094>

Distribución online

 Acceso abierto

Cita

Córdova, S., Carrión, W., Cuenca, F. (2025) Técnicas de análisis de los alimentos. Guías prácticas de laboratorio. Editorial Grupo Compás

Este libro es parte de la colección de la Universidad Técnica de Machala y ha sido debidamente examinado y valorado en la modalidad doble par ciego con fin de garantizar la calidad de la publicación. El copyright estimula la creatividad, defiende la diversidad en el ámbito de las ideas y el conocimiento, promueve la libre expresión y favorece una cultura viva. Quedan rigurosamente prohibidas, bajo las sanciones en las leyes, la producción o almacenamiento total o parcial de la presente publicación, incluyendo el diseño de la portada, así como la transmisión de la misma por cualquiera de sus medios, tanto si es electrónico, como químico, mecánico, óptico, de grabación o bien de fotocopia, sin la autorización de los titulares del copyright.

Prefacio (introducción del libro, objetivo general del libro, estructura del libro, características pedagógicas del libro)

Nos complace presentar el libro «Técnicas de análisis de los alimentos: guías prácticas de laboratorio», una obra que hemos elaborado con el propósito de apoyar la formación académica y práctica en el campo del análisis de alimentos. Este libro surge de nuestra experiencia como docentes en la Carrera de Alimentos de la Universidad Técnica de Machala (UTMACH) y de la necesidad de contar con un recurso didáctico accesible y adaptado a la realidad ecuatoriana. Nuestro propósito principal es proporcionar a los estudiantes y docentes una guía completa que vincule la teoría con la práctica de laboratorio, fomentando un aprendizaje activo y significativo. Aunque la obra está pensada especialmente para la comunidad UTMACH, hemos procurado que su contenido sea útil y comprensible para todos los estudiantes, docentes y profesionales del área de alimentos en Ecuador interesados en fortalecer sus conocimientos en análisis alimentario.

Nuestro objetivo general con este libro es ofrecer una herramienta pedagógica clara y eficaz que facilite el aprendizaje de las técnicas fundamentales de análisis de alimentos. Esperamos que, al recorrer sus páginas, los lectores adquieran un dominio sólido de los métodos analíticos empleados para evaluar la calidad, la composición y la seguridad de los alimentos. Buscamos que esta guía contribuya a la formación de profesionales con las competencias necesarias para enfrentar los desafíos del sector alimentario, integrando conocimientos teóricos con habilidades prácticas de laboratorio. Así mismo, nos proponemos estandarizar y difundir prácticas correctas de análisis, promoviendo el rigor científico y el cumplimiento de criterios de calidad en cada procedimiento. El libro tiene como meta final fortalecer las capacidades técnicas y analíticas de los futuros ingenieros de alimentos, motivándolos a aplicar estos conocimientos en beneficio de la industria alimentaria y de la salud pública.

El contenido de «Técnicas de análisis de los alimentos: guías prácticas de laboratorio» está organizado de forma lógica y progresiva para acompañar al lector desde los conceptos básicos hasta las aplicaciones específicas más avanzadas. En los primeros capítulos presentamos una introducción general al análisis de alimentos, abordando su importancia en el control de calidad y la normativa alimentaria, así como los principios básicos de trabajo en el laboratorio, incluyendo normas de seguridad, manejo de equipos y preparación de muestras. A continuación, los capítulos centrales del libro se dedican a las diferentes categorías de técnicas analíticas empleadas en alimentos. Por ejemplo, se exploran los métodos de análisis proximal o composición básica de los alimentos, por ejemplo, determinación de humedad, cenizas, proteínas, lípidos, carbohidratos y fibra dietaria, seguidos de procedimientos para evaluar propiedades fisicoquímicas clave, como pH, acidez titulable, densidad, actividad de agua, índice de peróxidos, entre otros parámetros de calidad. También se incluye un bloque de capítulos enfocado en técnicas instrumentales y otros instrumentos de análisis que hoy en día son esenciales en los laboratorios de alimentos. Cada técnica se presenta con su fundamento teórico y su protocolo práctico de laboratorio. Esta estructura por

capítulos permite al lector avanzar gradualmente y también encontrar rápidamente la información deseada según el tipo de análisis de interés.

Conscientes de la importancia de la didáctica en un texto académico, hemos incorporado diversas características pedagógicas para facilitar el estudio y la enseñanza. Cada capítulo inicia con una breve sección de apertura que incluye una introducción teórica que contextualiza la relevancia de las técnicas por tratar. De este modo, el lector sabe desde el principio qué conocimientos y habilidades deberá obtener. A lo largo del capítulo, la exposición de los temas se hace de forma clara y secuencial: presentamos definiciones de conceptos clave, explicamos los principios científicos que sustentan cada técnica y luego detallamos, paso a paso, los procedimientos de laboratorio. En estas guías prácticas se indican los materiales y reactivos necesarios, las condiciones experimentales y se enfatizan las precauciones de seguridad que se deben tener en el laboratorio de alimentos. También proporcionamos referencias bibliográficas selectas y recursos electrónicos recomendados para aquel lector que desee ampliar información sobre alguna técnica en particular.

Un aspecto central de este libro es el enfoque en el desarrollo de competencias fundamentales para los futuros profesionales de la ingeniería de alimentos. A lo largo de cada capítulo y actividad, hemos orientado el contenido para que los estudiantes no solo adquieran conocimientos teóricos, sino que también fortalezcan habilidades prácticas y actitudes propias del trabajo científico. Entre las competencias clave que esperamos promover en los lectores, se destacan:

- Capacidades analíticas*: fomentamos la habilidad para planificar y ejecutar análisis de laboratorio de forma metódica, así como para interpretar críticamente los resultados obtenidos. Los estudiantes practicarán el tratamiento de datos, el cálculo de concentraciones y la evaluación de la precisión y exactitud de sus mediciones, desarrollando así un pensamiento analítico riguroso orientado a la resolución de problemas en el área alimentaria.

- Dominio de técnicas de laboratorio*: a medida que avanzan en las guías prácticas, los estudiantes aprenden el manejo adecuado de instrumentos y equipos, a decir, balanzas analíticas, estufas de secado, destiladores, espectrofotómetros, cromatógrafos, entre otros, la preparación correcta y tratamiento de muestras y la aplicación de protocolos estandarizados de análisis. Esta competencia técnica incluye el respeto estricto por las normas de seguridad e higiene, la capacidad de seguir procedimientos escritos al pie de la letra y la destreza para adaptarse a nuevas metodologías que puedan surgir con los avances tecnológicos.

- Criterios de calidad y rigor científico*: se insiste en la importancia de trabajar con estándares de calidad altos. Esto implica que el estudiante desarrolle un fuerte sentido del control de calidad en el laboratorio, comprendiendo cómo calibrar equipos, efectuar blancos y patrones de referencia, y aplicar métodos de validación para asegurar que sus resultados sean confiables. Además, promovemos la actitud de rigor científico, inculcando hábitos como el registro cuidadoso de datos, la repetición de ensayos para verificar reproducibilidad, la identificación de fuentes de error y la adopción de prácticas correctas de laboratorio en general. También se busca que los estudiantes interioricen los

criterios para evaluar si un alimento cumple con normativas nacionales e internacionales, relacionando así el análisis de laboratorio con la garantía de calidad e inocuidad alimentaria en la industria.

Creemos que, al fortalecer estas competencias analíticas, técnicas y de calidad, los estudiantes estarán mejor preparados para su vida profesional. No solo sabrán *qué* hacer y *cómo* hacerlo en un laboratorio de análisis de alimentos, sino también *por qué* cada prueba es importante y *para qué* sirve cada resultado en el contexto más amplio de la cadena alimentaria y la salud de los consumidores. En suma, buscamos formar profesionales integrales: con conocimiento científico, habilidades prácticas y criterio ético-técnico para tomar decisiones informadas en el control y mejora de la calidad de los alimentos.

Hemos elaborado este libro con un enfoque didáctico, claro y motivador, confiando en que se convertirá en un aliado valioso tanto para estudiantes que se inician en las técnicas de análisis de alimentos, como para docentes que guían este proceso de aprendizaje. Nuestra intención es que «*Técnicas de análisis de los alimentos: guías prácticas de laboratorio*» no sea solo un manual de procedimientos, sino también una fuente de inspiración para despertar la curiosidad científica y el espíritu innovador en el área alimentaria. Esperamos sinceramente que los lectores encuentren en estas páginas una ayuda efectiva para desarrollar sus competencias y una motivación para seguir profundizando en el apasionante campo del análisis de alimentos. Estamos convencidos de que, a través del estudio y la aplicación de los conocimientos aquí compartidos, contribuiremos a la formación de profesionales capaces de elevar los estándares de calidad en la industria de alimentos de nuestro país y de responder a las necesidades y retos alimentarios del Ecuador y el mundo.

El laboratorio nos espera ¡Manos a la obra!

Sandra Córdova Márquez
Wilson Carrión Espinosa
Fabián Cuenca Mayorga

Machala, abril de 2025

Tabla de contenidos

Capítulo i: Introducción	7
Capítulo I: Métodos generales de análisis de alimentos	11
Determinación de humedad por el método de la estufa	11
Determinación de la humedad por la termobalanza	13
Determinación de proteína bruta por el método Kjeldahl	15
Determinación de proteína soluble	18
Determinación de grasa por el método Soxhlet	19
Determinación del extracto etéreo (grasa) a través de la técnica Soxhlet	21
Determinación de la fibra por el método del balón	22
Determinación de cenizas	24
Determinación de cenizas insolubles en medio ácido	25
Determinación de la proteína digestible	26
Determinación de nitrógeno no proteico	28
Determinación de urea	29
Determinación del grado alcohólico	31
Determinación de la gravedad específica	32
Determinación del índice de refracción	34
Determinación del índice de acidez	35
Determinación del índice de yodo	36
Determinación del índice de peróxidos	38
Determinación del índice o número de saponificación	39
Determinación de la materia insaponificable	41
Determinación de densidad aparente en polvos alimentarios	43
Determinación de densidad compactada en polvos alimentarios	44
Determinación del índice de Carr	45
Determinación del índice de Hausner	46
Determinación de solubilidad en polvos alimentarios	46
Capítulo II: Métodos de análisis de alimentos de origen vegetal	54
Determinación del ácido cítrico en productos derivados de frutas: conservas, jaleas, mermeladas y purés	54
Determinación de benzoato sódico en productos derivados de frutas, jaleas, mermeladas, conservas y purés	55
Determinación de almidón en cereales	57
Determinación del gluten seco y del gluten húmedo	58

Determinación de taninos	60
Determinación de mejoradores en harinas	62
Determinación de fósforo en pastas alimenticias	65
Detección de metales pesados mediante espectrometría de absorción atómica.....	68
Capítulo III: Métodos de análisis de alimentos de origen animal.....	75
Determinación de bases volátiles totales (nitrógeno amoniacal) en carnes y pescados.....	76
Determinación de pH en embutidos y carnes curadas	77
Determinación de almidón en embutidos	78
Determinación de metabisulfito en camarón por el método de Monier-Williams	80
Determinación de sulfitos en camarón mediante el método yodométrico.....	82
Determinación de grasa en leche por el método de Gerber	83
Determinación de caseína en leche	84
Determinación de lactosa en leche	86
Determinación de la calidad higiénica de la leche mediante la prueba de reductasa	87
Análisis de calidad de la pasteurización en leche mediante la determinación de fosfatasa alcalina por el método colorimétrico clásico	89
Determinación de sal (NaCl) en las cenizas de una muestra de harina de pescado	90
Capítulo IV: Otras técnicas de análisis.....	95
Determinación de la actividad ureásica	96
Determinación de la energía calorífica.....	97
Determinación de calcio en materias primas y productos terminados.....	98
Determinación de cloruros	100
Determinación de lisina disponible	101
Determinación de ácido cianhídrico	103
Determinación de amoníaco libre y combinado	104
Determinación de colesterol.....	105
ANEXOS	111

Capítulo I: Introducción

Motivación del capítulo

El análisis de productos, ya sean alimenticios, farmacéuticos o industriales, requiere un proceso riguroso que comienza con una etapa fundamental: el muestreo. Esta fase inicial determina en gran medida la validez y confiabilidad de los resultados obtenidos, ya que una muestra no representativa puede llevar a conclusiones erróneas con consecuencias críticas para la calidad y seguridad del producto. El presente capítulo aborda los principios esenciales del muestreo y preparación de muestras, destacando su importancia en el marco del análisis de laboratorio. Se exploran los procedimientos adecuados para la recolección de muestras sólidas, líquidas y semisólidas, así como las técnicas necesarias para su correcta preparación antes del análisis. Además, se enfatiza el cumplimiento de normativas internacionales y buenas prácticas de laboratorio, fundamentales para garantizar la trazabilidad y exactitud de los resultados. A través de este contenido, se busca proporcionar una guía clara y estructurada que permita a profesionales y técnicos de laboratorio ejecutar procesos de muestreo y preparación con el más alto nivel de precisión, asegurando así la integridad de los análisis posteriores.

MUESTREO

El muestreo es una etapa esencial en el análisis de productos, ya que garantiza que los resultados obtenidos reflejen con precisión la composición real del lote evaluado. Una muestra representativa permite tomar decisiones informadas sobre la calidad y seguridad del producto. Para asegurar que los resultados del análisis sean fiables, la muestra debe ser representativa del lote completo. Esto implica que la porción seleccionada debe reflejar las características promedio del conjunto sin sesgos que puedan conducir a conclusiones erróneas. Un muestreo inadecuado puede comprometer la validez del análisis, afectando decisiones posteriores relacionadas con la calidad y seguridad del producto (Nielsen, 2017; ISO, 2016).

Procedimiento de muestreo

En situaciones donde las muestras llegan al laboratorio en cantidades limitadas, el personal se encarga únicamente de su preparación para el análisis. Sin embargo, cuando es necesario realizar el muestreo directamente del lote, es fundamental contar con el conocimiento y las herramientas adecuadas para llevarlo a cabo correctamente. Se recomienda que la muestra represente aproximadamente el 2 % del lote a analizar, aunque este porcentaje puede variar según la naturaleza del producto y las normativas específicas aplicables (ISO, 2016). Es esencial utilizar dispositivos de muestreo apropiados, como sondas saca muestras, y asegurarse de que los envases estén libres de contaminación para preservar la integridad de la muestra (Skoog et al., 2017).

Tamaño de la muestra según el tipo de producto

La cantidad de muestra requerida para un análisis preciso depende de la naturaleza del producto:

- Muestras sólidas o semisólidas: Se recomienda recolectar al menos 200 g para garantizar que el análisis sea representativo y suficiente para las pruebas necesarias.
- Muestras líquidas: Es aconsejable obtener un mínimo de 1000 mL para permitir la realización de análisis completos y precisos (AOAC, 2019).

Consideraciones adicionales

Es menester que las muestras deben ser manejadas y transportadas bajo condiciones que eviten su alteración o contaminación. Además, deben estar claramente identificadas con información relevante, como el sitio de toma, tipo de alimento, número de lote, fecha de elaboración y vencimiento, entre otros datos pertinentes. Una identificación adecuada facilita el seguimiento y asegura la trazabilidad durante todo el proceso analítico (FDA, 2022).

Preparación de la muestra

La preparación adecuada de las muestras es fundamental para garantizar la precisión y fiabilidad de los análisis de laboratorio. Este proceso implica diversas técnicas adaptadas al estado físico de la muestra y a las características específicas del análisis a realizar (Nielsen, 2017).

Reducción del tamaño de partícula en muestras sólidas

Para analizar muestras sólidas se debe reducir el tamaño de las partículas, lo cual se logra mediante el uso de instrumentos de molturación, por ejemplo, molinos de martillos o de ciclón equipados con cribas de aproximadamente 1 mm de diámetro. Esta reducción facilita la homogeneización de la muestra y mejora la eficiencia de los análisis subsiguientes (Pomeranz & Meloan, 2000).

Manejo de muestras líquidas

En el caso de muestras líquidas se recomienda una mezcla exhaustiva para asegurar la homogeneidad antes de proceder al análisis directo; este paso es básico para obtener resultados representativos y precisos (Nielsen, 2017).

Tratamiento de muestras húmedas

Las muestras con alto contenido de humedad requieren un secado previo en estufa a una temperatura de 105 ± 5 °C. Este procedimiento permite expresar los resultados en base seca, los cuales, posteriormente, pueden trasladarse a base húmeda para reflejar las condiciones originales de la muestra (Pomeranz & Meloan, 2000).

Consideraciones adicionales en la preparación de muestras

La preparación de muestras no se limita a la reducción de tamaño o secado; también puede involucrar técnicas como la extracción en fase sólida (SPE), lo que permite concentrar y purificar analitos específicos de una solución. Esta técnica es ampliamente utilizada en análisis cromatográficos para mejorar la selectividad y sensibilidad del método analítico (Poole, 2019).

Además, es fundamental considerar las normativas de seguridad y calidad en el laboratorio durante la preparación de muestras. El cumplimiento de las prácticas correctas de laboratorio (GLP por sus siglas en inglés) y las prácticas correctas de fabricación (GMP por sus siglas en inglés) asegura la integridad de las muestras y la validez de los resultados analíticos (WHO, 2009; FDA, 2021).

Importancia de la preparación adecuada de muestras

Una preparación meticulosa de las muestras se constituye como un paso básico para minimizar errores y garantizar la exactitud de los análisis. La selección de técnicas adecuadas y el cumplimiento de procedimientos estandarizados contribuyen significativamente a la obtención de resultados fiables y reproducibles en el laboratorio (Nielsen, 2017).

Cierre del capítulo

El muestreo y la preparación de muestras constituyen las bases indispensables para cualquier análisis de laboratorio confiable. Como se ha expuesto, un procedimiento de muestreo adecuado, que garantice la representatividad del lote, junto con una preparación meticulosa que preserve las características originales de la muestra, son aspectos clave para obtener resultados precisos y reproducibles. La aplicación de normativas internacionales, como las establecidas por la ISO, AOAC o FDA, junto con el uso de técnicas especializadas (como la reducción de partículas en sólidos o la extracción en fase sólida para líquidos), refuerzan la calidad del proceso analítico. Así mismo, el seguimiento de buenas prácticas de laboratorio (GLP/GMP) asegura que cada etapa cumpla con los estándares requeridos, minimizando riesgos de contaminación o error. Invertir tiempo y recursos en un muestreo representativo y una preparación adecuada optimiza los resultados analíticos y fortalece la toma de decisiones en áreas críticas como el control de calidad, la seguridad alimentaria y la investigación científica. La intención principal de este capítulo fue la de reforzar la idea de que, en el análisis de productos alimenticios, la excelencia comienza desde el primer paso por tomar.

Referencias bibliográficas

- Association of Official Analytical Chemists. (2019). Official methods of analysis of AOAC International (21ra ed.). AOAC International.
- International Organization for Standardization. (2016). ISO 7002: Guidelines for the application of ISO standards on sampling. ISO.
- Nielsen, S. (2017). Food analysis (5ta ed.). Springer.
- Pomeranz, Y., & Meloan, C. (2000). Food analysis: Theory and practice (3ra ed.). Springer.
- Poole, C. (2019). Solid-phase extraction (1ra ed.). Elsevier.
- Skoog, D., Holler, F., & Crouch, S. (2017). Principles of instrumental analysis (7ma ed.). Cengage Learning.
- United States Food and Drug Administration. (2021). Good manufacturing practice (GMP) guidelines. <https://www.fda.gov>
- United States Food and Drug Administration. (2022). Guidance for industry: Preparation of samples for laboratory analysis. <https://www.fda.gov>
- World Health Organization. (2009). Good laboratory practice (GLP): Quality practices for regulated non-clinical research and development. WHO.

Capítulo I:

Métodos generales de análisis de alimentos

Motivación del capítulo

El análisis de alimentos es una disciplina fundamental para garantizar la calidad, seguridad y valor nutricional de los productos que consumimos. En este capítulo, titulado «Métodos generales de análisis de alimentos», se abordan técnicas esenciales para la determinación de parámetros fisicoquímicos clave, como humedad, proteínas, grasas, fibra, cenizas y propiedades físicas de polvos alimentarios. Cada método descrito aquí sigue protocolos estandarizados respaldados por organizaciones internacionales (AOAC, ISO, FDA) y se basa en principios científicos rigurosos. Desde el clásico método Kjeldahl para proteínas hasta técnicas simplificadas como la termobalanza para humedad, estos procedimientos permiten evaluar la composición y autenticidad de los alimentos, detectar adulteraciones y optimizar procesos industriales. Este contenido está dirigido a profesionales de laboratorio, investigadores y estudiantes que buscan profundizar en metodologías analíticas validadas, con aplicaciones en control de calidad, desarrollo de productos y cumplimiento normativo. A través de explicaciones detalladas, cálculos precisos y consideraciones prácticas, se brinda una guía integral para la ejecución confiable de estos análisis.

Determinación de humedad por el método de la estufa

La determinación precisa del contenido de humedad en alimentos es esencial para evaluar su calidad, estabilidad y vida útil (Nielsen, 2017). El método de secado en estufa, técnica gravimétrica estándar, se emplea por su fiabilidad y simplicidad operativa (AOAC, 2019; Pomeranz & Meloan, 2000). Su principio consiste en secar la muestra a temperatura constante (100 - 105 °C) hasta masa constante, donde la pérdida de masa equivale al agua evaporada (Nielsen, 2017; Pomeranz & Meloan, 2000). Este análisis es crítico para garantizar la seguridad y conservación del producto, ya que un exceso de humedad promueve el desarrollo microbiano y alteraciones fisicoquímicas (FDA, 2021; WHO, 2009).

Equipos y materiales

- Estufa con regulador de temperatura: Permite mantener una temperatura constante de 105 °C, necesaria para la evaporación del agua presente en la muestra.
- Balanza analítica: Garantiza mediciones precisas de la masa de la muestra antes y después del secado.
- Espátula: Utilizada para manipular la muestra de manera adecuada.
- -Cápsula de porcelana: Contenedor resistente al calor donde se coloca la muestra durante el proceso de secado.
- Desecador: Instrumento que permite enfriar la muestra en un ambiente libre de humedad, evitando la reabsorción de agua.

- Pinza para crisoles: Facilita la manipulación segura de las cápsulas calientes.

Procedimiento

1. Preparación de la cápsula:

- Séquese la cápsula vacía en la estufa a 105 °C durante 1 h con el fin de eliminar cualquier humedad residual.
- Retírese la cápsula de la estufa y dejar enfriar en el desecador hasta alcanzar la temperatura ambiente.
- Regístrese la masa de la cápsula vacía utilizando la balanza analítica como W_1 .

2. Preparación de la muestra:

- Agréguese entre 5 y 8 g de la muestra a la cápsula previamente registrada.
- Regístrese la masa total (cápsula + muestra) como W_3 .
- Calcúlese la masa de la muestra (W) restando la masa de la cápsula vacía a la masa total de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$W = W_3 - W_1$$

3. Secado de la muestra:

- Colóquese la cápsula con la muestra en la estufa a 105 °C y manténgase durante 2 h para permitir la evaporación del agua.
- Retírese la cápsula de la estufa y enfríese en el desecador durante 30 minutos para evitar la absorción de humedad ambiental.
- Regístrese la masa de la cápsula con la muestra seca y regístrese esta como W_2 .
- Repítase el ciclo de secado (30 min en la estufa) y enfriamiento (30 min en el desecador), seguido de la medición de la masa, hasta obtener un valor constante; esto indica la eliminación completa de la humedad.

Cálculos

El contenido de humedad de la muestra se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$\%H = \left(\frac{W_3 - W_2}{W} \right) \times 100$$

Donde:

$\%H$ = porcentaje de humedad de la muestra.

W_3 = peso de la cápsula con la muestra antes del secado.

W_2 = peso de la cápsula con la muestra después del secado.

W = peso de la muestra inicial.

Consideraciones adicionales

- Es fundamental asegurar que la cápsula y la muestra no absorban humedad del ambiente durante las etapas de enfriamiento y registro de la masa. Por ello, el uso del desecador mantiene la integridad de la muestra.

-La obtención de un valor de masa constante tras ciclos sucesivos de secado y enfriamiento confirma la eliminación completa de la humedad, garantizando la precisión del análisis.

-Este método es aplicable a una variedad amplia de muestras, en donde se incluye tanto a alimentos, productos farmacéuticos y materiales agrícolas, siempre que se sigan las condiciones específicas de temperatura y tiempo adecuadas para cada tipo de muestra.

Importancia de la determinación de humedad

La determinación precisa del contenido de humedad es esencial para:

Control de calidad: Asegura que los productos cumplan con las especificaciones establecidas, garantizando su eficacia y seguridad.

Estabilidad y vida útil: Un contenido de humedad adecuado previene el crecimiento microbiano y la degradación del producto, prolongando su vida útil.

Procesos industriales: En la producción de alimentos y otros productos, conocer el contenido de humedad ayuda a optimizar procesos como la molienda, el mezclado y el secado.

Determinación de la humedad por la termobalanza

La cuantificación exacta del contenido de humedad en materiales es crítica en procesos industriales, dado su impacto directo en la calidad, la estabilidad y la vida de anaquel de los productos (Brown, 2001; Nielsen, 2017). La termobalanza, equipo de análisis termogravimétrico, permite determinar este parámetro con alta precisión y eficiencia (Brown, 2001; Teh et al., 2021). Su principio operativo se basa en la desorción térmica controlada de la muestra mediante radiación infrarroja o halógena, registrando la pérdida de masa en tiempo real (Brown, 2001; Słopiecka et al., 2012). Esta metodología reduce significativamente el tiempo de análisis frente a técnicas convencionales (como el secado en estufa), manteniendo exactitud analítica (Tomassetti et al., 1989; Nielsen, 2017). Su aplicación es idónea para control de calidad en la industria alimentaria, donde la agilidad en la obtención de resultados es un factor determinante (Nielsen, 2017; Teh et al., 2021).

Equipos y materiales

Termobalanza: Instrumento que integra una balanza de precisión y un sistema de calentamiento, generalmente mediante lámparas halógenas o infrarrojas, para determinar el contenido de humedad de las muestras.

Accesorios de limpieza: Conjunto de herramientas utilizadas para la preparación y limpieza de la balanza, asegurando mediciones precisas y evitando contaminaciones cruzadas.

Espátula: Utensilio empleado para manipular y distribuir uniformemente la muestra sobre el plato de la balanza, garantizando una superficie homogénea para el secado.

Procedimiento

Preparación del equipo:

- Enciéndase la termobalanza y permítase que realice su autocalibración, asegurando condiciones óptimas de funcionamiento.
- Límpiese el plato contenedor con los accesorios de limpieza para eliminar residuos que pudieren afectar la precisión de la medición.

Preparación de la muestra:

- Colóquese la muestra directamente en el plato de la balanza aproximadamente 10 g de la muestra y distribúyasela de manera uniforme para facilitar un secado homogéneo.

Ajuste de parámetros y secado:

- Configúrese la temperatura de secado según las características de la muestra; comúnmente, las balanzas permiten ajustar la temperatura en función del material analizado.
- Establézcase el tiempo de secado inicial en 30 min, encendiendo la lámpara de calentamiento y regulando su intensidad conforme con las especificaciones del equipo.
- Iníciase el proceso de secado; la balanza medirá continuamente la pérdida de masa de la muestra durante este período.

Monitoreo y finalización:

- Al concluir el período de entre 10 a 30 min, verifíquese la lectura en la pantalla de la balanza, la cual mostrará el porcentaje de humedad calculado a partir de la pérdida de masa.
- Si la lectura no es constante, prográmese intervalos adicionales de 15 min y repítase el proceso hasta obtener una medición estable; esto indica que se ha alcanzado un contenido de humedad constante.

Interpretación de resultados

Las balanzas analizadoras de humedad suelen presentar los resultados en una escala de colores para facilitar su interpretación:

- Negro: 0 - 25 % de humedad
- Azul: 25 - 50 % de humedad
- Rojo: 50 - 75 % de humedad
- Amarillo: 75% - 100 % de humedad

Esta codificación permite una rápida evaluación del contenido de humedad de la muestra, facilitando la toma de decisiones en procesos de control de calidad.

Consideraciones adicionales

- Calíbrese periódicamente la balanza y verifíquese su funcionamiento correcto para asegurar la precisión de las mediciones.
- La preparación adecuada de la muestra, incluyendo su homogeneización y distribución uniforme en el plato de pesaje, es un procedimiento básico para obtener resultados fiables.

Es importante seleccionar la temperatura de secado adecuada para cada tipo de muestra, evitando la descomposición térmica de componentes sensibles al calor.

Importancia de la determinación de humedad

El conocer el contenido de humedad de una muestra es esencial para:

Control de calidad: Garantiza que los productos cumplan con las especificaciones establecidas, asegurando su eficacia y seguridad.

Estabilidad y vida útil: Un contenido de humedad adecuado previene el crecimiento microbiano y la degradación del producto, prolongando su vida útil.

Procesos industriales: En la producción de alimentos, productos farmacéuticos y materiales, conocer el contenido de humedad es un requerimiento para optimizar procesos como la molienda, mezclado y secado.

Determinación de proteína bruta por el método Kjeldahl

Las proteínas son biomoléculas orgánicas fundamentales, compuestas principalmente por carbono, hidrógeno, oxígeno y nitrógeno, este último siendo su elemento distintivo. Adicionalmente, pueden contener azufre, fósforo, hierro y yodo en su estructura (Tunón, 2009). La cuantificación de proteínas se basa en la determinación del nitrógeno total, aprovechando que estas presentan un contenido promedio de 16 % de nitrógeno, factor clave en el método Kjeldahl para su análisis cuantitativo (Nielsen, 2017). Las etapas del método Kjeldahl son las siguientes:

-Digestión: oxidación de la muestra con H_2SO_4 concentrado en presencia de catalizadores.

-Alcalinización: neutralización con NaOH al 45 % para liberar NH_3 .

-Destilación: captación del NH_3 en solución de ácido bórico al 4 %.

-Valoración: titulación con HCl, 0,1 N para determinar el nitrógeno equivalente (AOAC International, 2019).

El método Kjeldahl constituye una técnica analítica clásica para la cuantificación de proteína bruta en alimentos (Nielsen, 2017). Este procedimiento determina el nitrógeno total presente en forma de amonio, sin discriminar su origen proteico o no proteico (Mariotti et al., 2008). El proceso se fundamenta en tres etapas principales:

-Digestión de la muestra con ácido sulfúrico concentrado y catalizadores, que transforma el nitrógeno orgánico en sulfato de amonio

-Destilación del amoníaco liberado

-Cuantificación mediante titulación (AOAC International, 2019).

El nitrógeno total obtenido se multiplica por un factor empírico (generalmente 6,25) para calcular el contenido proteico (Mariotti et al., 2008). Con la presente metodología no se cuantifica las formas oxidadas de nitrógeno (nitratos y nitritos) (Mariotti et al., 2008). A pesar de requerir un tiempo de análisis prolongado y el manejo de reactivos corrosivos, este sigue siendo un método de referencia debido a su robustez y precisión analítica (Skoog et al., 2017).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Balón Kjeldahl
- Cocina eléctrica
- Equipo de destilación
- Probeta de 250 mL
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético

Reactivos:

- Ácido sulfúrico concentrado
- Catalizador: mezcla de K_2SO_4 o Na_2SO_4 anhidro con HgO en proporción 20:1 o con $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ en la misma proporción.
- Hidróxido de sodio al 45 % (450 g $NaOH$ en 1 L de H_2O), densidad 1,36 g/L
- Cinc en granallas o perlas de vidrio
- Ácido bórico al 4 %, 40 g en 1 L de agua destilada
- HCl , 0,1 N estandarizado con Na_2CO_3 anhidro con naranja de metilo como indicador.
- Solución indicadora de rojo de metilo-verde de bromocresol: mézclese una parte de una solución alcohólica de rojo de metilo al 0,2 % con 5 partes de una solución alcohólica de verde de bromocresol al 0,2 %.

Procedimiento

Digestión:

- Pésese 0,5 g de muestra sobre media hoja de papel filtro; dóblese cuidadosamente el papel filtro e introdúzcase en un balón Kjeldahl.
- Añádase aproximadamente 6 g de catalizador.
- Añádase 110 mL de H_2SO_4 .
- Calientese en el digestor, inicialmente a temperatura moderada hasta que la formación de espuma cese y después de tal modo que se mantenga una ebullición activa hasta que la solución se clarifique. Continúese por 15 a 20 min más después de alcanzar este punto.
- Déjese enfriar y añádase 200 mL de agua destilada con agitación constante. El análisis puede suspenderse en este punto; en caso de ser necesario, déjese los balones tapados herméticamente.

Destilación:

- Colóquense 40 mL de ácido bórico en un matraz Erlenmeyer de 500 mL; añádase de 2 a 3 gotas de indicador. Asegúrese que la punta del contenedor se encuentre bajo la superficie del líquido en el matraz Erlenmeyer.

- Introdúzcanse de 3 a 5 granallas de cinc o perlas de vidrio al balón Kjeldahl.
- Añádanse cuidadosamente 40 mL de NaOH al 45 % sosteniendo el balón Kjeldahl en posición inclinada de modo tal que resbale por las paredes y que se formen 2 capas.
- Conéctese inmediatamente al destilador; mézclese con agitación rotatoria.
- Destílese hasta recoger 150 mL de destilado.
- Álcese el condensador de manera tal que la punta de este quede por fuera de la solución y apáguese el sistema de calentamiento.
- Enjuáguese la punta del condensador con agua destilada.
- Titúlese el destilado con HCl, 0,1 N estandarizado.
- Realícese un ensayo en blanco.

Cálculos

$$\%N = \frac{(V - V_b) \times 1,401 \times 0,1 \times K}{W}$$

Donde:

%N = Porcentaje de nitrógeno

V = Volumen de titulación de la muestra

V_b

= Volumen de titulación del blanco

K = Constante de normalización del HCl, 0,1 N

W = Masa de la muestra en gramos

$$\%P = \%N \times 6,25$$

Donde:

%P = Proteína bruta*

* Para calcular la cantidad de proteína en alimentos específicos, se multiplica el contenido de nitrógeno calculado por los siguientes factores:

Sustancia alimenticia	Factor
Huevos congelados	6,68
Gelatina	5,55
Proteína de la leche	6,38
Proteína en general	6,25
Productos de soya	6,00
Harina de trigo	5,70
Semillas de algodón	5,30
Semillas de soya	5,71

Cebada	5,83
Avena	6,83
Trigo	6,83
Carne	6,25

Notas adicionales:

La cantidad necesaria de H_2SO_4 para una digestión completa es variable y depende de la naturaleza de la muestra, por ejemplo, en 1 g de grasa se consume 12 mL, en 1 g de carbohidratos se consume 6 mL.

-Para determinar nitrógeno en nitratos, adiciónese un reductor durante la digestión, por ejemplo, tiosulfatos de sodio.

-Por cada 10 mL de H_2SO_4 , agréguese 18 mL de NaOH al 45 % para lograr una alcalinización fuerte.

-Cuando se usa ácido bórico para recibir el destilado, se debe titular inmediatamente porque a temperaturas superiores a 25 °C, suelen darse pérdidas de nitrógeno.

Determinación de proteína soluble

El contenido de proteína soluble representa un parámetro clave en la nutrición, ya que determina la biodisponibilidad del nitrógeno proteico (Wu, 2016). Una elevada solubilidad proteica favorece su degradación, limitando su absorción directa (Bai et al., 2016). La solubilidad de la proteína total es un indicador crítico de su eficiencia nutricional, pues una mayor solubilidad se traduce en una mejor absorción y aprovechamiento metabólico; este parámetro está directamente relacionado con la proporción de concentrado incluido en la dieta, la cual modula la fracción soluble de las proteínas (Grossmann & McClements, 2023). La determinación de proteína soluble es fundamental para evaluar la calidad nutricional y funcional de los alimentos, especialmente en productos proteicos como harinas y lácteos; este método consiste en extraer las proteínas solubles en una solución específica, como agua o un búfer de pH controlado, y cuantificarlas mediante técnicas gravimétricas (Tovar Jiménez et al., 2012). La cantidad de proteína soluble puede indicar la digestibilidad y disponibilidad de aminoácidos en la dieta, lo que es básico en la formulación de alimentos balanceados (Bai et al., 2016; Yousefi & Khalilikhah, 2022).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Espátula
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Probeta de 250 mL
- Baño maría
- Agitador magnético
- Embudo de filtración
- Pipeta de 25 mL
- Balón Kjeldahl
- Cocineta eléctrica

- Equipo de destilación completo
- Bureta de 50 mL
- Reactivos
- Catalizador Kjeldahl
- H₂SO₄
- Ácido bórico al 4 %
- Hidróxido de sodio al 45 %
- Indicador rojo de metilo-verde de bromocresol
- HCl, 0,1 N estandarizado

Procedimiento

- Pésese 10 g de muestra en vaso de 250 mL.
- Añádase 150 mL de agua destilada.
- Caléntese en baño maría hasta llegar a la ebullición.
- Agítese de manera periódica y déjese enfriar.
- Afórese en un balón de 250 mL con agua destilada.
- Mézclese y homogenícese el contenido del balón.
- Fíltrese con un papel filtro.
- Tómese una alícuota de 25 mL del filtrado.
- Colóquese en un balón Kjeldahl y sígase el mismo procedimiento para la determinación de proteína bruta indicada en el presente libro.

Cálculos

$$\%Proteína soluble = \frac{(blanco - muestra) \times N \times 1,401 \times 6,25}{Masa de la muestra}$$

Donde,

N = Normalidad del ácido

$$\% Proteína soluble = \frac{Proteína soluble}{Proteína total} \times 100$$

Nota adicional

La unidad de medida es gramos de proteína soluble en 100 g de muestra (porcentaje, %, de proteína soluble de la proteína total o en la muestra).

Determinación de grasa por el método Soxhlet

La determinación del contenido graso en alimentos es un parámetro crítico en la industria alimentaria por su impacto en las propiedades nutricionales, características organolépticas y estabilidad del producto (Damodaran et al., 2017). Su cuantificación resulta esencial para garantizar el cumplimiento de normativas de etiquetado y los estándares de control de calidad (AOAC International, 2019). El método Soxhlet, desarrollado en 1879, sigue siendo una técnica de referencia para la extracción y cuantificación de lípidos en matrices alimentarias (Soxhlet, 1879). Este procedimiento se basa en la extracción continua de la muestra mediante un disolvente orgánico

(generalmente éter de petróleo) en un sistema de reflujo (Nielsen, 2017). Posteriormente, se evapora el disolvente y se cuantifica gravimétricamente el extracto lipídico residual (Christie & Han, 2017). Aunque el método requiere tiempos de análisis prolongados, su amplia adopción en laboratorios se debe a su elevada precisión, reproducibilidad y aplicabilidad en diversos tipos de matrices alimentarias (Christie & Han, 2017; Nielsen, 2017). La técnica mantiene su relevancia como método estándar para la determinación de grasa bruta en alimentos, a pesar del desarrollo de metodologías alternativas (AOAC International, 2019; Shahidi, 2015).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Balón de extracción Soxhlet
- Estufa con regulador de temperatura
- Desecador
- Probeta de 100 mL
- Equipo Soxhlet completo
- Papel filtro

Procedimiento

- Séquese el balón en estufa a 105 °C por 1 h.
- Enfriése en el desecador por 30 min.
- Constrúyase un cartucho de papel filtro de tal manera que este pueda receptar una muestra alimenticia, por lo cual sus paredes deben estar herméticamente cerradas.
- Dentro del cartucho, colóquense de 5 a 8 g y regístrese como W_1 .
- Determínese la masa del balón vacío y regístrese como W_2 .
- Colóquese el cartucho con la muestra dentro la sección del equipo Soxhlet e instálase el equipo completo.
- Añádase alrededor de 120 mL de éter de petróleo (u otro solvente de polaridad similar) al balón.
- Enciéndase el calentamiento y realícese la extracción por 2 h.
- Terminada la extracción, retírese el cartucho luego de la última sifonada y procédase a recuperar el solvente.
- Séquese el balón en estufa a 105 °C por 2 horas o 130 °C por 1 hora o mediante por rotación. Enfriése el balón en desecador por 30 minutos y regístrese la masa balón con la grasa como W_3

Cálculos

$$\%Grasa = \frac{(W_3 - W_2)}{W_1} \times 100$$

Donde:

W_1 = masa de muestra.

W_2 = masa del balón vacío.

W_3 = masa del balón con grasa.

Nota adicional

En caso de muestras húmedas, deben secarse previamente en el cartucho en estufa a 130 °C por 1 hora.

Determinación del extracto etéreo (grasa) a través de la técnica Soxhlet

Esta es una técnica mejorada en términos de la eficiencia del análisis de grasa respecto al método tradicional (Nielsen, 2017). Su mayor velocidad, menor consumo de solvente y reducción del riesgo ambiental lo convierten en una opción práctica y sostenible, especialmente en laboratorios con alta carga de muestras (Chemat et al., 2012). Aunque ambos métodos proporcionan resultados confiables, el método modificado es preferido por su automatización y menor impacto ambiental (Christie & Han, 2017; Srigley & Mossoba, 2016).

Equipos y materiales

- Extractor de grasa tipo Rafatec
- Balones de extracción
- Estufa con regulador de temperatura
- Dedales filtrantes
- Algodón desengrasado
- Balanza analítica
- Probeta de 50 mL
- Espátula

Reactivos

- Éter de petróleo (se puede usar otros solventes de acuerdo con la polaridad de este)

Procedimiento

- Séquese el balón de extracción en la estufa a 105 °C por 1 hora.
- Enfríese en un desecador por 30 minutos.
- Colóquese un pedazo de algodón en el fondo de los dedales.
- Regístrese la masa del dedal vacío y regístrese este como W1.
- Sobre el dedal, regístrese la masa de la muestra y regístrese como W2, de acuerdo con el siguiente detalle:

Contenido de grasa (basado en datos previos y la naturaleza de la muestra)	Masa
Hasta el 4 %	2 g
Más de 4 %	1 g

- En el caso de productos frescos o alimentos procesados con humedades superiores al 10 % (por ejemplo, la carne y sus derivados, hortalizas y frutas, etc.), llévense a la estufa a 130 °C hasta que estén secos.
- Déjese enfriar por 5 minutos y colocar un pedazo de algodón sobre la muestra del dedal.

- Colóquese en el dedal en el sistema de extracción de grasa mediante el sistema de sujeción adosado para el efecto.
- Pésese el balón de extracción vacío y regístrese como M_1 .
- Añádanse 50 mL de éter de petróleo (u otro solvente) al balón y colóquese en el sistema de extracción de grasa.
- Enciéndase el sistema de calentamiento y asegúrese que el agua de refrigeración esté en circulación.
- Suéltese los dedales para que queden sumergidos en el éter y manténganse estos allí por 15 minutos desde el inicio de la ebullición.
- Elévense los dedales para que la extracción se realice por lavado durante 30 minutos.
- Desconéctese el balón de extracción; evapórese el solvente remanente en una plancha de calentamiento.
- Séquense los balones de extracción en una estufa a 105 °C por 2 horas o a 130 °C por 1 hora; enfríense en un desecador por 30 minutos
- Regístrese la masa del balón enfriado y regístrese como M_2 .

Cálculos

$$\%Grasa = \frac{(M_2 - M_1)}{W_2 - W_1} \times 100$$

Donde:

M_1 = Masa del balón vacío

M_2 = Masa del balón más grasa

W_1 = Masa del dedal vacío (incluido el algodón)

W_2 = Masa del dedal más muestra

Determinación de la fibra por el método del balón

La determinación de fibra en alimentos permite evaluar su calidad nutricional y funcionalidad (Slavin, 2013). La fibra dietética es una fracción indigestible de los alimentos de origen vegetal que influye en la digestión, la absorción de nutrientes y la salud intestinal (Slavin, 2013; Anderson et al., 2009). En la industria alimentaria y en la formulación de alimentos con características funcionales, el análisis de fibra permite clasificar y optimizar los productos de acuerdo con normativas y su utilización (Stephen et al., 2017). El método del balón se emplea para cuantificar la fibra en alimentos mediante la digestión secuencial con soluciones ácidas y alcalinas (Prosky et al., 1988). Estas soluciones eliminan los componentes solubles, dejando únicamente la fibra insoluble, que se seca y se determina su masa para su determinación (McCleary et al., 2013). La fibra dietética es clave en la alimentación, ya que influye en la digestión, absorción de nutrientes y metabolismo energético (Anderson et al., 2009).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL

- Cocineta eléctrica
- Varilla con tapón para reflujo
- Embudo de filtración
- Papel filtro
- Trampa de agua o bomba de vacío
- Crisoles o cápsulas de porcelana
- Estufa con regulador de temperatura
- Mufla
- Desecador
- Pinza para crisoles

Reactivos

- Ácido sulfúrico al 1,25 % (m/v); disuélvase 7,1 mL de H_2SO_4 en 1 L de agua destilada
- NaOH al 1,25 %; disuélvase 12,5 g de NaOH en 1 L de agua destilada
- Etanol
- Antiespumante (granallas o esferas de vidrio; opcional)

Procedimiento

- En el matraz Erlenmeyer de 500 mL, tómense 2 g de muestra y regístrese como W_1 .
- Añádanse 200 mL de H_2SO_4 , 1,25 % (m/v).
- Colóquense unas gotas de antiespumante si es necesario.
- Colóquense el reflujo al matraz Erlenmeyer y póngase en calentamiento.
- Llévese la solución a ebullición por 30 minutos.
- Fíltrese a través de papel filtro.
- Lávese el matraz Erlenmeyer con agua caliente por triplicado.
- Remuévase el residuo del papel filtro y colóquese de nuevo al matraz Erlenmeyer.
- Añádanse 200 mL de NaOH al 1,25 %.
- Colóquese el reflujo al matraz Erlenmeyer y póngase en calentamiento.
- Llévese a ebullición por 30 minutos.
- Fíltrese a través de papel filtro (usando el papel filtro anterior).
- Lávese el matraz Erlenmeyer con agua caliente por triplicado.
- Lávese el residuo con alcohol (10 mL).
- Colóquese el papel filtro con el residuo en un crisol previamente quemado en mufla, enfriado y registrada su masa como W_2 .
- Séquese en estufa a 130 °C por 1 hora.
- Enfríese en desecador y regístrese su masa como W_3 .
- Carbonícese en una cocineta eléctrica.
- Llévese a la mufla a 600 °C hasta la generación de cenizas.
- Enfríese en un desecador y regístrese como W_4 .

Cálculos

$$\% \text{ Fibra cruda} = \frac{(W_3 - W_4)}{W_1} \times 100$$

Donde:

W_1 = Masa de la muestra

W_3 = Masa del crisol más muestra seca

W_4 = Masa del crisol más cenizas

Determinación de cenizas

Esta es una técnica fundamental en el control de calidad y la caracterización de productos alimenticios (Nielsen, 2017; Kirk et al., 1991). Se refiere a la determinación del contenido total de minerales inorgánicos presentes en una muestra, lo cual proporciona información sobre su composición nutricional y su pureza (AOAC International, 2019; Belitz et al., 2009). Esto hace referencia al residuo remanente después de la combustión completa de la materia orgánica en condiciones controladas (Nielsen, 2017). Este análisis permite evaluar la presencia de macrominerales como calcio, fósforo, potasio y sodio, así como de oligoelementos esenciales y, en algunos casos, contaminantes inorgánicos como metales pesados (Cunniff, 1995). La determinación de cenizas en los alimentos permite conocer la cantidad de minerales presentes en la muestra (Kirk et al., 1991). Se basa en la incineración controlada a temperaturas entre 500 y 600 °C hasta eliminar la materia orgánica, dejando únicamente los residuos minerales (AOAC International, 2019). Este análisis es esencial en la evaluación de calidad y autenticidad de los alimentos, así como en el control de procesos dentro de la industria alimentaria (Belitz et al., 2009; Nielsen, 2010).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Cápsulas de porcelana
- Pinza para crisoles
- Desecador
- Mufla
- Plancha de calentamiento

Procedimiento

- Colóquese la cápsula en la mufla a 600 °C por 30 minutos
- Enfríese en un desecador por 30 minutos
- Tómese la masa del crisol vacío y regístrese como W_1
- Tómese alrededor de 5 g de muestra y regístrese como W
- Carbonícese la muestra en una plancha de calentamiento
- Colóquese la cápsula en la mufla a 600 °C hasta obtener cenizas
- Sáquense los crisoles de la mufla y pónganse en un desecador por 30 minutos
- Si se observan trazas de carbón, añádanse unas gotas de agua y retórnense a la mufla
- Una vez obtenidas cenizas de color gris, sáquense los crisoles de la mufla.

- Déjense enfriar en un desecador por 30 minutos.
- Regístrese la masa del crisol más cenizas y regístrese como W_2 .

Cálculos

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{(W_2 - W_1)}{W} \times 100$$

Donde:

W = Masa de la muestra

W_1 = Masa del crisol o cápsula vacía

W_2 = Masa del crisol o cápsula más cenizas

Notas adicionales

- Si las cenizas se van a utilizar para análisis de elementos trazas o para la determinación de fósforo, límpiense los crisoles por ebullición con HCl, 6 N y lávese con agua.
- Debe evitarse el calentamiento demasiado rápido, puesto que algunas sales se funden y absorben carbono que luego serán difíciles de quemar. El uso de una temperatura excesivamente alta también puede determinar pérdidas de sales volátiles como cloruro de sodio y hierro.

Determinación de cenizas insolubles en medio ácido

La determinación de cenizas insolubles en medio ácido es un parámetro analítico básico en el control de calidad de alimentos, ya que se cuantifica la fracción mineral inerte no digerible que persiste tras el tratamiento ácido (Nielsen, 2017). Esta fracción, compuesta principalmente por sílice, silicatos y materiales térreos, sirve como indicador sensible de contaminación física o adulteración en productos alimenticios (Kirk et al., 1991). El método consiste en incinerar la muestra para obtener cenizas totales, seguido de una digestión con ácido que disuelve los minerales biodisponibles, dejando como residuo únicamente los componentes insolubles (AOAC International, 2019). Su análisis es particularmente relevante en harinas, especias y productos vegetales procesados, donde permite evaluar la eficacia de los procesos de lavado y las condiciones higiénicas de producción (Belitz et al., 2009). Este parámetro está incluido en normativas internacionales siendo fundamental para verificar la pureza de ingredientes, validar procesos de limpieza y detectar posibles fraudes en productos alimenticios de alto valor comercial (Codex Alimentarius Commission, 2019). A diferencia de las cenizas totales, este método específico proporciona información valiosa sobre los componentes minerales no asimilables y su presencia en los alimentos (Nielsen, 2010).

Equipos y materiales

- Cápsula de porcelana
- Mufla con regulador de temperatura
- Balanza analítica
- Desecador
- Pinza para crisoles
- Baño maría
- Embudo de filtración
- Papel filtro
- Plancha de calentamiento

Reactivos

- Solución de HCl, 0,5 N; disuélvase 42,3 mL de HCL en 1 L de agua destilada.

Procedimiento

- Quémese la cápsula en la mufla a 550 °C por 30 minutos.
- Enfríese en un desecador y regístrese la masa de la cápsula vacía, como M1
- Regístrese la masa de la muestra (3-5 g) como M.
- Carbonícese la muestra en una plancha de calentamiento.
- Colóquese la cápsula en la mufla a 600 °C hasta obtener cenizas grisáceas.
- Sáquese la cápsula y enfríese en un desecador.
- Pásese las cenizas a un vaso de 250 mL con 25 mL de HCl, 0,5 N.
- Cúbrase el vaso con una luna reloj.
- Calientese en baño María por 10 minutos.
- Déjese enfriar, fíltrese con un papel filtro y lávese con agua hasta que el filtrado no tenga reacción ácida.
- Pásese el papel filtro y su contenido a una cápsula y carbonícese en una plancha de calentamiento
- Colóquese la cápsula en la mufla a 600 °C hasta la obtención de cenizas.
- Enfríese en un desecador y regístrese la masa como M2.

Cálculos

$$\% CIA = \frac{(M_2 - M_1)}{M} \times 100$$

Donde:

% CIA = Porcentaje de cenizas insolubles en medio ácido

M = masa de la muestra

M₁ = masa de la capsula vacía

M₂ = masa de la cápsula más cenizas insolubles en medio ácido

Determinación de la proteína digestible

La proteína digestible se analiza mediante ensayos enzimáticos o biológicos que simulan el proceso de digestión en el organismo (Minekus et al., 2014). Se utilizan enzimas proteolíticas como la pepsina o la tripsina para calcular la fracción de proteína que puede ser absorbida (Wu, 2016). Este parámetro es

fundamental en la nutrición, ya que la calidad de una proteína depende de su cantidad y de su aprovechamiento en el metabolismo (Friedrich, 2023; Millward, 1999).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Embudo de filtración
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Baño maría con agitación
- Trampa de agua
- Balón Kjeldahl
- Cocineta eléctrica
- Soporte y pinza
- Papel filtro
- Equipo de destilación completo
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético
- Probeta de 50 mL
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL con tapón
- Embudo Buchner
- Mechero Bunsen

Reactivos

- Éter de petróleo
- HCl 0,075 N; disolver 6,1 mL de HCl en 1 L de agua
- Solución de pepsina al 0,2 % en HCl, 0,075 N
- H₂SO₄
- Catalizador Kjeldahl («pastillas» de Kjeldahl)
- NaOH al 45 %
- HCl, 0,1 N normalizado
- Ácido bórico al 4 %
- Indicador rojo de metilo-verde de bromocresol (el mismo que se usa en la determinación de la proteína bruta)

Procedimiento

- Tómese 1 g de muestra.
- Colóquese sobre un papel filtro y este sobre un embudo de filtración.
- Añádase éter de petróleo para desengrasar (30 mL)
- Espérese que se seque la muestra y transfírase cuantitativamente a un matraz Erlenmeyer de 250 mL con tapa.
- Añádanse 150 mL de pepsina al 0,2 % en HCl, 0,075 N calentado a 44 °C.
- Póngase en incubación en baño maría a 44 °C con agitación por 16 horas.
- Fíltrese a través de un papel filtro con la ayuda de una trampa de agua.
- Lávese el residuo por triplicado con agua caliente
- Colóquese el papel filtro con el residuo húmedo en un balón Kjeldahl y procédase al igual que la técnica para determinar la proteína bruta.

Cálculos

$$\%N = \frac{(V_m - V_b) \times 1,401 \times N \times K HCl}{pm}$$

Proteína no digestible (PND)

$$\%PND = \%N \times 6,25$$

Donde:

V_m = Volumen de titulación de la muestra

V_b = Volumen de titulación del blanco

N = Normalidad del HCl

K = Factor de normalidad del HCl

P_m = Masa de la muestra en g

Proteína digestible (PD)

$$\%PD = \%PB - \%PND$$

Donde:

PD = Proteína digestible

PB = Proteína bruta

PND = Proteína no digestible

NOTA: Necesariamente debe hacerse el procedimiento de la proteína bruta.

Determinación de nitrógeno no proteico

El nitrógeno no proteico (NNP) proviene de compuestos tales como las amidas, que forman parte de la composición de algunas proteínas, como los aminoácidos y la urea (Church, 1993). Las aminos se encuentran en pequeñas cantidades en los tejidos de vegetales y animales, se originan por descomposición de la materia orgánica y poseen propiedades tóxicas (Gupta, 2011). El ácido úrico es el producto final del metabolismo de las purinas, siendo en los organismos monogástricos el producto principal del metabolismo del NNP (McDonald et al., 2011). Los nitratos, aunque no son tóxicos por sí mismos, se reducen fácilmente a nitritos, que sí son tóxicos (Gupta, 2011). El NNP incluye compuestos como urea, aminos y nucleótidos, que no forman parte de las proteínas, pero contienen nitrógeno (Kirchgeßner et al., 2014). Su determinación se realiza mediante la diferencia entre el nitrógeno total y el nitrógeno proveniente de las proteínas (Owens & Zinn, 1988). Este parámetro es clave en productos lácteos y alimentos balanceados, ya que altos niveles de nitrógeno no proteico pueden afectar la digestibilidad y la calidad proteica (Church, 1993; Kirchgeßner et al., 2014).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Probeta de 50 mL
- Agitador magnético
- Refrigeradora
- Balón Kjeldahl
- Perlas de vidrio

- Equipo de destilación completo
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Bureta de 50 mL
- Cocineta eléctrica

Reactivos

- Ácido tricloroacético al 20 %, disuélvase 20 g en 100 mL de agua
- Catalizador Kjeldahl
- «Pastillas» de Kjeldahl
- H₂SO₄
- NaOH al 45 %
- Ácido bórico al 4 %
- HCl, 0,1 N normalizado
- Indicador rojo de metilo-verde de bromocresol

Procedimiento

- Tómese 2 g de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- Colóquese unas 10 perlas de vidrio.
- Agréguese 25 mL de agua destilada.
- Agítese por 10 minutos.
- Déjese reposar por 30 minutos.
- Adiciónese 25 mL de ácido tricloroacético al 20 %.
- Agítese por 10 minutos.
- Déjese reposar en refrigeración por 3 horas.
- Fíltrese en un papel filtro.
- Fíltrese las primeras porciones de ser necesario.
- Determínese el nitrógeno por el método Kjeldahl con una alícuota de 20 mL.
- Proceder igual que para la proteína bruta

Cálculos

$$\%NNP = \frac{(V_1 - V_2) \times 1,401 \times N \times K}{V_3}$$

Donde:

V₁ = Volumen de viraje de la muestra

V₂ = Volumen de viraje del blanco

V₃ = Volumen de la alícuota de la muestra

N = Normalidad del ácido

K = Constante de normalización

Determinación de urea

La determinación de urea es fundamental en el control de calidad de piensos y suplementos nutricionales ya que, en cantidades adecuadas, puede ser una fuente de nitrógeno no proteico para el metabolismo de los animales rumiantes; sin embargo, en exceso puede ser tóxica (Church, 1993; McDonald et al., 2011). La urea se utiliza como aditivo en dietas balanceadas, especialmente en la alimentación de ganado, debido a su alta concentración de nitrógeno (McDonald et al., 2011). La urea es un compuesto nitrogenado presente en alimentos y piensos, cuya concentración es evaluada mediante métodos espectrofotométricos o enzimáticos (Nielsen, 2017). Su cuantificación es esencial sobre todo en nutrición animal para evitar efectos adversos en la alimentación, ya que niveles excesivos pueden ser tóxicos y causar daños en la salud de los animales (Gupta, 2011).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Balones Kjeldahl
- Probeta de 250 mL
- Baño maría
- Equipo de destilación completo
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético

Reactivos

- Solución de ureasa (0,2 g de ureasa en 10 mL de agua)
- Óxido de mercurio
- Cloruro de calcio al 25 %, disuélvanse 25 g de cloruro de calcio y aforar a 100 mL con agua
- Alcohol amílico como antiespumante si es necesario
- HCl o H_2SO_4 , 0,1 N; con rojo de metilo como indicador

Procedimiento

- Tómese 1 g de muestra en el balón Kjeldahl.
- Añádanse 125 mL de agua destilada.
- Añádanse 5 mL de solución de ureasa.
- Póngase en baño maría a 40 °C por 20 minutos.
- Déjese enfriar; añádanse 1 g de óxido de mercurio.
- Adiciónese 2,5 mL de cloruro de calcio al 25 %; añádase antiespumante si es necesario.
- Destílese como la proteína, recogiendo el destilado en H_2SO_4 o HCl 0,1 N usando rojo de metilo como indicador.

Cálculos

$$\%Proteína = \frac{(V_2 - V_1) \times 1,401 \times N \times K \times 6,25}{pm}$$

Donde:

V_2 = Volumen de viraje de la muestra

V_1 = Volumen de viraje del blanco

N = Normalidad del ácido

K = Constante de normalización

P_m = Masa de la muestra en g

$$Urea = \frac{\%Proteína}{2,9}$$

NOTA: Como no se hace digestión con ácido no hay necesidad de neutralizar.

Determinación del grado alcohólico

El proceso que se describe a continuación sirve para determinar el grado alcohólico en bebidas alcohólicas destiladas, al alcohol potable, alcohol etílico industrial y materias primas alcohólicas. El punto de ebullición del etanol es de 78 °C, inferior al del agua (100 °C), lo que permite una separación eficaz mediante un proceso de destilación; mediante el calentamiento de la muestra, los componentes volátiles, principalmente etanol y agua, se evaporan primero (Piggott, 2011). Posteriormente, la concentración de etanol en el destilado se determina a través de su densidad con la ayuda de un alcoholímetro, midiendo su gravedad específica, la cual se correlaciona con el porcentaje de alcohol en volumen (Heß, 1939; Jackson, 2014). Para asegurar precisión, la temperatura del destilado debe ajustarse a condiciones de 15 °C, ya que la densidad varía con la temperatura (Amerine & Ough, 1980; Tanner & Brunner, 1987).

Equipos y materiales

- Alcoholímetro Gay-Lussac
- Termómetro
- Balón de aforo de 250 mL
- Probeta de 100 mL
- Equipo de destilación completo
- Cocineta eléctrica
- Cubeta
- Perlas de vidrio
- Pipeta de 10 mL

Procedimiento

- Lávese perfectamente el equipo de destilación con agua destilada.
- Enjuáguese el balón de aforo con una porción pequeña de muestra.
- Llénese el balón de aforo de 250 mL con la muestra hasta sobrepasar la señal y tápese.
- Colóquese el balón en baño de agua a 15 °C por 20 minutos.
- Retírese el exceso de muestra que sobrepasa la señal con una pipeta.

- Transfiérase el contenido del balón al equipo de destilación.
- Lávese con 3 porciones de 10 mL de agua destilada el aforo de 250 mL y colóquense en el mismo balón de destilación.
- Añádanse perlas de vidrio.
- Recójase el destilado en balón de aforo de 250 mL al que se ha puesto previamente 10 mL de agua destilada.
- Destílese lentamente la muestra hasta recoger unos 220 mL de destilado.
- Retírese el balón del destilado y apáguese la fuente de calentamiento.
- Colóquense el balón con el destilado en baño de agua a 15 °C por 20 minutos.
- Complétese el volumen con agua destilada a 15 °C.
- Colóquese la muestra en una probeta de 100 mL limpia y seca.
- Colóquese la probeta con la muestra en baño de agua a temperatura ambiente.
- Introdúzcase el alcoholímetro en la muestra; agítase ligeramente y manténganse así por 10 minutos.
- Tómese la lectura cuidando de que el alcoholímetro no roce las paredes.

NOTA: Si la lectura se hace a una temperatura diferente a los 15 ° C, corríjase la lectura con la tabla respectiva. En el caso del alcohol potable e industrial, dilúyase la muestra en un 50 % antes de proceder a la determinación

Determinación de la gravedad específica

La determinación de la gravedad específica es un parámetro esencial en el análisis de aceites, grasas y sustancias semisólidas, ya que permite evaluar su pureza, composición y calidad en comparación con el agua destilada (Nielsen, 2017; Mettler Toledo, 2024). Este método, basado en el uso de un picnómetro de Gay-Lussac, sigue un procedimiento estandarizado que garantiza precisión mediante el control de temperatura, eliminación de burbujas de aire y pesaje analítico (Skoog, et al., 2017). La gravedad específica es particularmente útil en la industria alimentaria, farmacéutica y de lubricantes, donde las variaciones en densidad pueden indicar adulteraciones o cambios en las propiedades fisicoquímicas del producto (Belitz et al., 2009).

Equipos y materiales

- Picnómetro tipo Gay Lussac de 2 mL
- Baño maría con regulador de temperatura
- Estufa
- Termómetro
- Pinza
- Balanza analítica
- Desecador

Reactivos

- Agua destilada

-Solución crómica; disuélvase 45 g de dicromato de sodio en 100 mL de agua y agréguese con precaución 1000 mL de H₂SO₄ concentrado, teniendo cuidado que se haya disuelto completamente.

Procedimiento

Preparación de la muestra

- Si la muestra es líquida y presenta aspecto claro y sin sedimento, homogenícese invirtiendo el recipiente que la contiene.
- Si la muestra es líquida y presenta aspecto turbio o con sedimento, colóquese en una estufa a 50 °C hasta que presente aspecto claro.
- Si la muestra es sólida o semisólida, caliéntese a 50 °C y fíltrese.

Estandarización del picnómetro

- Sumérjase el picnómetro en la solución crómica, luego enjuáguese 5 veces con agua corriente y 2 veces con agua destilada. Llénese completamente el picnómetro con agua destilada recién hervida y enfriada a 20 °C y tápese cuidadosamente evitando la inclusión de burbujas de aire. Colóquese en baño maría a 25 °C por 30 minutos.
- Sáquese el picnómetro del baño maría y séquese con papel absorbente enfriando a temperatura ambiente.
- Vacíese el picnómetro y enjuáguese varias veces con alcohol etílico y luego con éter. Déjese secar completamente, determínese la masa del picnómetro vacío junto con la tapa y registrarlo como M.

Proceso

Para aceites y grasas a 25 °C.

- Llénese completamente el picnómetro con la muestra preparada previamente enfriada a 20 °C y tápeselo cuidadosamente, evitando la inclusión de burbujas de aire.
- Remuévase cuidadosamente cualquier porción de muestra que haya exudado el capilar. Sáquese el picnómetro del baño y séquese con papel absorbente. Enfríese a temperatura ambiente por 30 minutos y regístrese como M₂.
- Para grasas sólidas o semisólidas: caliéntese el picnómetro en una estufa a 40-50 °C por 15 minutos y llénese evitando humedecer el cuello del picnómetro hasta aproximadamente la mitad con la muestra preparada (preferible hacerlo dentro de la estufa). Sáquese de la estufa, déjese enfriar a temperatura ambiente por 30 minutos y regístrese la masa junto con la tapa como M₃.
- Llénese completamente el picnómetro con agua destilada recién hervida, enfríese a 20 °C y tápese cuidadosamente evitando la inclusión de burbujas de aire. Póngase en el baño maría a 25 °C por 30 minutos.
- Remuévase cuidadosamente cualquier porción de agua que haya exudado el capilar, sáquese el picnómetro del baño maría y séquese con papel absorbente, enfríese temperatura ambiente por 30 minutos y regístrese su masa M₄.

Cálculos

Para aceites y grasas líquidas a 25 °C

$$d_{25} = \frac{M_2 - m}{M_1 - m}$$

Donde:

d_{25} = Densidad relativa o gravedad específica a 25 °C

M = Masa del picnómetro vacío

M_1 = Masa del picnómetro con agua destilada

M_2 = Masa del picnómetro con muestra

Para grasas sólidas o semisólidas a 25 °C

$$d_{25} = \frac{M_3 - M}{(M_1 - M) - (M_4 - M_3)}$$

Donde:

d_{25} = Gravedad específica a 25 °C

M = Masa del picnómetro vacío

M_1 = Masa del picnómetro con agua destilada

M_3 = Masa del picnómetro con muestra (hasta la mitad)

M_4 = Masa del picnómetro con muestra y agua destilada

Determinación del índice de refracción

El índice de refracción «n» de una sustancia es una propiedad óptica que indica la velocidad con la que la luz se propaga a través de ella en comparación con el vacío (Mettler Toledo, 2023). En grasas y aceites, esta propiedad está relacionada estrechamente con la composición química, la longitud de los ácidos grasos y el grado de insaturación (Bailey, 1961). Cuando la luz incide en la superficie de un material con diferente densidad óptica, esta experimenta un cambio en su dirección; la medición del índice de refracción permite evaluar la pureza, detectar mezclas y determinar la identidad de un aceite o grasa en estudios de control de calidad (Nielsen, 2017; Baltes, 1995).

Equipos y materiales

- Refractómetro de Abbe
- Estufa
- Embudo
- Varilla de agitación
- Vaso de precipitación

Preparación de la muestra

La muestra se prepara de manera idéntica como para la gravedad específica.

Procedimiento

- Ajustese la temperatura del refractómetro a 25 °C, verifíquese la limpieza y sequedad de los prismas.
- Colóquese 2 o 3 gotas de la muestra preparada en el prisma inferior, ciérrense los prismas y ajústense firmemente.
- Espérese unos 5 minutos para que la muestra adquiera la temperatura del instrumento y procédase a leer.

Cálculos

Si la determinación se ha realizado a una temperatura diferente a 25 °C debe corregirse con la siguiente fórmula:

$$R = R * + K(T_2 - T_1)$$

Donde:

R = Índice de refracción a 25 °C

R* = Índice de refracción a la temperatura medida

T₁ = Temperatura de referencia (25 °C)

T₂ = Temperatura a la que se midió

K = 0,000365 para grasas

K = 0,000385 para aceites

Determinación del índice de acidez

Los alimentos contienen ácidos orgánicos que pueden encontrarse de forma natural o como resultado de un proceso de fermentación (Holzapfel, 2002; Weber, 2010). La reacción química fundamental en la titulación es una neutralización ácido-base (Harris, 2015; Vogel, 2013). El ácido presente en el alimento reacciona con la base, formando una sal y agua. Se basa en la titulación de los ácidos presentes en la muestra problema con una solución base de concentración conocida. Se emplea un indicador de pH como la fenolftaleína que cambia de color al alcanzar el punto final de la reacción (Skoog et al., 2017; Schwedt et al., 2016).

Equipos y materiales

- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Bureta de 50 mL
- Balanza analítica
- Agitador magnético
- Soporte universal
- Espátula
- Embudo de filtración
- Papel filtro

Reactivos

- Mezcla alcohol-éter (1+1) v/v; mézclese 50 mL de alcohol + 50 mL de éter.
- Hidróxido de sodio o potasio, 0,1 N
- Solución indicadora de fenolftaleína al 1 %; disuélvase 1 g de fenolftaleína en 60 mL de alcohol y afórese a 100 mL con agua.
- Mezcla neutra: tómese 100 mL de la mezcla alcohol-éter, añádanse unas gotas de fenolftaleína y neutralícese con NaOH 0,1 N hasta lograr la persistencia de una coloración rosa.

Procedimiento

- En un matraz Erlenmeyer de 250 mL, pésese de 5 -10 g para muestras crudas y 50-60 g si la muestra es refinada.
- Añádanse 100 mL de la mezcla alcohol-éter neutralizado.

-Titúlese los ácidos grasos libres con NaOH o KOH 0,1 N hasta un color rosa persistente.

Cálculos

$$AGL (\%) = \frac{V \times N \times M}{10 \times G}$$

Donde:

AGL = Ácidos grasos libres

V = Volumen de NaOH (o KOH) utilizado

N = Normalidad del NaOH (o del KOH)

G = Masa de la muestra en g

M = Peso molecular medio de los ácidos grasos

La siguiente tabla contiene el peso molecular medio de algunos ácidos grasos:

TIPOS DE ACEITES	PESO MOLECULAR
Aceite de coco	205
Aceite de nuez de palma	214
Aceite de palma	263
Aceite de semilla de colza	308
Aceite de algodón, linaza, oliva, maní, girasol, soya y otros aceites	282

Muchas veces el grado de acidez de un aceite se expresa por el número de acidez o índice de acidez; este indica el número de mg de KOH (o NaOH) requeridos para neutralizar 1 g de aceite.

$$\text{Índice de Acidez (mg de KOH/g de aceite)} = \frac{V \times N \times 56,1}{G}$$

Otra forma relación existente se expresa de la siguiente forma:

$$\text{Índice de acidez} = \% \text{ AGL (en términos del ácidos oleico)} \times 1,99$$

Determinación del índice de yodo

Este análisis es esencial en la industria alimentaria para evaluar la calidad, estabilidad y grado de insaturación de los lípidos. En este procedimiento, se emplea el reactivo de Hanus, el cual reacciona con los enlaces dobles de la muestra (Baltes, 1995; Gunstone, 2011). Los ácidos grasos insaturados contienen uno o más enlaces dobles en su estructura, los cuales pueden reaccionar con halógenos como el yodo (Christie, 2003; Lutz, 2017). El índice de yodo es una medida de la insaturación de grasas y aceites, expresada como los gramos de yodo que pueden reaccionar con 100 gramos de muestra (Belitz et al., 2009; Nielsen, 2017).

Equipos y materiales

- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Pipetas de 10 y 25 mL
- Bureta de 50 mL

- d. Balones de aforo de 100, 250 y 500 mL
- e. Balanza analítica
- f. Espátula

Reactivos

a. Solución de Hanus: en 825 mL de ácido acético al 99,5 %, disuélvase 13,615 g de I, calentándolo para disolver; enfríese y titúlese 25 mL de esta solución con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,1 N. En otros 200 mL de ácido acético, añádanse 3 mL de bromo. De esta última disolución, tómense 5 mL, añádanse 10 mL de KI al 15 % y titúlese con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,1 N. Calcúlese la cantidad de bromo necesaria para duplicar el contenido de halógenos en ellos restantes 800 mL de la solución de yodo de la siguiente manera:

$$A = \frac{B}{C}$$

Donde:

A = mL de solución de bromo requeridos

B = 800 mL x equivalente en tiosulfato de 1 mL de la solución de yodo

C = Equivalente en tiosulfato de 1 mL de la solución de bromo

NOTA: Guárdese en refrigeración y en lugar oscuro

-Cloroformo reactivo para análisis

-KI al 15 %; disuélvase 15 g de KI en agua y afórese a 100 mL

-Solución de tiosulfato de sodio; disuélvase 25 g de tiosulfato de sodio en 1 L de agua destilada, hiérvase lentamente por 5 minutos y transfírase a un recipiente oscuro y almacenarlo en la oscuridad. Para la estandarización, tómese 0,20 - 0,23 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ previamente secado a 100 °C por 2 horas. Disuélvase en 80 mL de agua destilada y añádanse 2 g de KI. Añádanse, con agitación, 20 mL de HCl, 1 N, pónganse en oscuridad por 10 minutos. Titúlese con la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adicionando almidón después de que se observe la consumición de I.

$$N = \frac{g\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 100}{\text{mlNa}_2\text{O}_3\text{S}_2 \times 49,032}$$

Solución indicadora de almidón; disuélvase 0,5 g de almidón, fórmese una pasta con agua fría, luego adiciónese agua caliente y afórese a 50 mL con agua destilada.

Procedimiento

-Tómese 0,5 g de grasa o 0,25 g de aceite en un matraz Erlenmeyer de 500 mL con tapón.

-Disuélvase con 10 mL de cloroformo.

-Añádanse con la ayuda de una pipeta, 25 mL de reactivo de Hanus, permítase que todo el contenido de la pipeta escurra.

-Déjese en reposo por 30 minutos.

-Añádanse 10 mL de KI al 15 %; agítese vigorosamente.

-Añádanse 100 mL de agua recientemente hervida y enfriada, lavando el tapón.

- Titúlese el yodo con el $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,1 N añadiendo unas gotas de almidón como indicador, hasta que desaparezca el color azul.
- Realícese una determinación en blanco

Cálculos

$$I = \frac{(B - S) \times N \times 12,69}{\text{Masa muestra}}$$

Donde:

I = Índice de yodo

B = Título del blanco

S = Título de la muestra

N = normalidad del tiosulfato

Determinación del índice de peróxidos

El índice de peróxidos es un parámetro utilizado para evaluar el grado de oxidación de las grasas y aceites, lo cual permite determinar su frescura y estabilidad (Baltes, 1995; Nielsen, 2017). Los peróxidos, especialmente los peróxidos orgánicos, que se forman en grasas y aceites durante el almacenamiento, son intermediarios en las reacciones de rancidez oxidativa (Lutz, 2017). La reacción de los peróxidos con KI libera yodo libre (I_2), el cual puede ser cuantificado mediante una titulación con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (Belitz et al., 2009).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Espátula
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Probeta de 100 mL
- Pipetas de 1 mL y 10 mL
- Bureta
- Agitador magnético

Reactivos

- Disolvente cloroformo-ácido acético (2+3), v/v.
- Solución de KI a saturación recién preparada; disuélvase en exceso KI en agua recién hervida y enfriar (hasta que haya cristales de KI que se queden sin disolver)
- Solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,1 N y 0,01 N normalizando con agua destilada recién hervida y enfriada.
- Solución de almidón al 1 %.

Procedimiento

De acuerdo con la metodología expuesta por Zhang et al., 2021:

- Tómese 5 g de muestra preparada en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- Añádanse 30 mL del disolvente cloroformo-ácido acético y agítese.

- Añádanse 0,5 mL de KI saturado y espérese por 1 minuto agitando de vez en cuando.
- Añádanse 30 mL de agua destilada.
- Añádanse 0,5 mL de solución indicadora de almidón.
- Titúlese con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,1 N.
- Realícese un ensayo en blanco.

Cálculos

$$IP \text{ (meq perox/kg de muestra) } = \frac{S \times N}{g \text{ de muestra}} \times 100$$

Determinación del índice o número de saponificación

El índice de saponificación es un parámetro analítico esencial para caracterizar grasas y aceites, ya que proporciona información valiosa sobre la composición y naturaleza de los triglicéridos presentes en la muestra (Baltes, 1995; Nielsen, 2003). Este método cuantifica los miligramos de hidróxido de potasio (KOH) necesarios para saponificar completamente un gramo de grasa, permitiendo diferenciar entre grasas de origen animal y vegetal, así como detectar posibles adulteraciones en los productos (Gunstone, 2011; Lutz, 2017). El procedimiento se basa en la saponificación de los triglicéridos con KOH en medio etanólico, seguida de la titulación del exceso de álcali con un ácido fuerte (HCl o H_2SO_4); durante este proceso, los triglicéridos se hidrolizan generando glicerol y sales de ácidos grasos (jabones), mientras que la titulación final permite calcular con precisión el índice de saponificación (Lutz, 2017). Este valor es de gran utilidad en el control de calidad, ya que refleja la longitud media de las cadenas de ácidos grasos presentes en la muestra: valores más altos indican cadenas más cortas y viceversa (Carey & Sundberg, 2007). Por su relevancia en la evaluación de la pureza y composición de lípidos, este método es ampliamente utilizado en diversas industrias, incluyendo la alimentaria (para verificar la calidad de aceites y mantecas), la cosmética (en la formulación de jabones y emulsiones) y la química (para el desarrollo de biocombustibles y lubricantes) (Belitz et al., 2009; Gunstone, 2011). Su estandarización garantiza resultados confiables y reproducibles, fundamentales para el aseguramiento de la calidad en procesos industriales y de investigación.

Equipos y materiales

- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Refrigerante de reflujo
- Pipetas de 25 mL
- Baño maría o plancha de calentamiento con placa de asbesto y regulador de temperatura
- Balanza analítica

Reactivos

- Solución 0,5 N de HCl o H₂SO₄
- Solución etanólica de KOH: Colóquese de 2,5 a 5 g de KOH en un matraz Erlenmeyer de 1 L, agréguese de 2,5 a 3 g de granallas de Zn o Al y 600 a 750 mL de alcohol etílico al 95 %. Hiérvase la mezcla en baño maría bajo condensador de reflujo durante 30 a 60 minutos. Destílese el alcohol descartando los primeros 25 mL y disuélvase con 20 g de KOH en 500 mL de alcohol destilado. Manténgase la temperatura menor a 15 °C mientras se disuelve el álcali. Esta solución debe usarse mientras permanezca clara e incolora.
- Solución indicadora de fenolftaleína.

Procedimiento

- Sobre un matraz Erlenmeyer de 250 a 300 ml, tómese de 2 a 3 g de muestra preparada.
- Agréguese 25 mL de solución etanólica de KOH.
- Conéctese al matraz el refrigerante de reflujo; hiérvase la muestra en baño maría durante 60 minutos para conseguir la completa saponificación de esta.
- Añádase 1 mL de solución indicadora de fenolftaleína y titúlese en caliente el exceso de KOH con la solución 0,5 N de ácido clorhídrico o sulfúrico hasta que desaparezca la coloración rosada.
- Simultáneamente, y para cada determinación, realícese un ensayo en blanco con todos los reactivos, sin la muestra y siguiendo el mismo procedimiento descrito.

Cálculo

El índice o número de saponificación se calcula utilizando las expresiones siguientes:

$$I = \frac{56,1 (V1 - V2) \times N}{M}$$

Donde:

I = Índice de saponificación del producto (mg/g)

V1 = Volumen de la solución de ácido clorhídrico o sulfúrico empleado en la titulación del blanco

V2 = Volumen de la solución de HCl o H₂SO₄ empleado en la titulación de la muestra

N = Normalidad de la solución de HCl o H₂SO₄

M = Masa de la muestra analizada.

Existe otra expresión:

$$I = \frac{28,05 \times (V1 - V2)}{m}$$

Determinación de la materia insaponificable

La materia insaponificable representa aquellos componentes de aceites y grasas que no reaccionan con álcalis para formar jabones, constituida principalmente por esteroides, hidrocarburos, alcoholes superiores y pigmentos naturales (Baltes, 1995; Gunstone, 2011). Su cuantificación es un parámetro clave para garantizar la calidad y autenticidad de los productos lipídicos, permitiendo identificar posibles adulteraciones que podrían afectar tanto sus propiedades nutricionales como su valor comercial (Belitz et al., 2009; Christie, 2003). El método analítico consta de tres etapas fundamentales: primero, se realiza una saponificación completa de la muestra con KOH en medio alcohólico, transformando los triglicéridos en jabones. Posteriormente, la fracción insaponificable se extrae selectivamente con éter de petróleo mediante un proceso de decantación que separa las fases orgánica y acuosa (Nielsen, 2017; Lutz, 2017). La fase etérea obtenida se somete a un riguroso proceso de purificación mediante lavados sucesivos con alcohol etílico para eliminar trazas de jabones residuales. La etapa final comprende la evaporación controlada del solvente, seguida de un secado y pesaje preciso del residuo para determinar el contenido de materia insaponificable (Nielsen, 2017). Como control adicional, se realiza una titulación para cuantificar posibles ácidos grasos residuales, lo que permite una caracterización más exacta de los componentes (Belitz et al., 2009). Esta metodología estandarizada es ampliamente empleada en laboratorios de control de calidad de la industria alimentaria, particularmente en el análisis de aceites vegetales, grasas animales y productos derivados, donde la presencia y concentración de estos compuestos puede indicar alteraciones o adulteraciones en el producto (Baltes, 1995; Gunstone, 2011). El procedimiento no solo cumple una función analítica, sino que también tiene implicaciones regulatorias, ya que muchos estándares internacionales establecen límites máximos permisibles de materia insaponificable en diferentes matrices alimentarias (Belitz et al., 2009). Su aplicación sistemática contribuye a garantizar la seguridad y calidad de los productos que llegan al consumidor final (Christie, 2003).

Equipos y materiales

- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Refrigerantes para reflujo
- Embudos de decantación de 500 mL
- Bureta graduada de 50 mL
- Vasos de precipitación de 250 mL
- Baño maría
- Vasos de precipitación de 100 mL
- Estufa con regulador de temperatura
- Balanza analítica

Reactivos

- Solución de KOH al 50 %; disuélvanse 50 g de KOH y afórese a 100 mL con agua

- Solución de NaOH o KOH, 0,02 N
- Éter de petróleo
- Alcohol etílico del 95 %
- Alcohol etílico neutralizado: añádanse unas gotas de fenolftaleína a 100 mL de alcohol y titúlese con NaOH, 0,1 N hasta color rosa persistente
- Alcohol etílico (1 + 9): Mézclese un volumen de alcohol con nueve volúmenes de agua
- Acetona
- Solución indicadora de fenolftaleína al 1 %

Procedimiento

- Tómense 5 g de la muestra preparada en un matraz Erlenmeyer de 250 mL y regístrese como m_1
- Añádanse 30 ml de alcohol etílico
- Agréguese 5 ml de KOH al 50% y conéctese el reflujo
- Hiérvase la mezcla en baño maría durante 1 hora para completar la saponificación
- Retírese del baño maría y déjese enfriar a temperatura ambiente
- Transfiérase el contenido del matraz Erlenmeyer a un embudo de decantación, enjuáguese el matraz con 5 mL de alcohol etílico, 20 mL de agua destilada tibia, 20 mL de agua destilada fría y dos porciones de 30 mL de éter de petróleo
- Incorpórense todos los lavados al embudo de decantación
- Tápese el embudo y agítese vigorosamente durante 1 minuto
- Transfiérase la capa alcohólica (inferior) a otro embudo de decantación
- Añádanse 5 mL de alcohol etílico (1 + 9) al embudo con la capa etérea
- Agréguese 50 mL de éter de petróleo al embudo con la capa alcohólica, tápese, agítese y espérese la separación de fases
- Transfiérase la capa alcohólica a otro embudo y reúnase la capa etérea superior con el extracto etéreo del primer embudo
- Repítase el proceso hasta completar cuatro extracciones
- Lávense los extractos combinados con porciones sucesivas de alcohol etílico (1 + 9), agítese y elimínese la capa alcohólica tras cada lavado. Repítase hasta que el lavado no reaccione con fenolftaleína.
- Transfiérase el extracto etéreo a un vaso de precipitación de 250 mL, lávese el embudo con 20 mL de éter de petróleo y agréguese este lavado al vaso.
- Concéntrase el extracto etéreo evaporando el éter en baño maría hasta reducir el volumen a 10-15 mL
- Transfiérase el extracto concentrado a un vaso de 100 ml, enjuáguese el vaso de 250 mL con pequeñas porciones de éter
- Evapórese el éter completamente en baño maría, añádanse 5 mL de acetona y continúese el calentamiento hasta eliminar todo el solvente.
- Séquese el residuo en estufa a 105 °C por 30 minutos, enfríese en desecador y pésese (m_2).
- Disuélvase el residuo en alcohol etílico neutralizado (previamente calentado a 45-55 °C).
- Titúlense los ácidos grasos con KOH 0,02 N hasta viraje a rosa; regístrese como V.

Cálculos

$$M = \frac{M2 - 0,282 \times V \times N}{M1} * 100$$

Donde:

M = Porcentaje de materia insaponificable

M1 = Masa de la muestra analizada.

M2 = Masa del residuo extraído

V = Volumen de KOH usado en la titulación

N = Normalidad de la solución de KOH

El siguiente cuadro resume el contenido de materia insaponificable y esteroles de algunos aceites y grasas más comunes.

Grasa o aceite	Contenido de esteroles (%)	Materia insaponificable (%)
Aceite de soya	0,446	0,5 - 1,5
Aceite de maíz	0,580 - 1,0	1,0 - 3,0
Aceite de algodón	0,570	1,0 - 5,0
Aceite de salvado de arroz	0,750	3,0 - 5,0
Grasa de palma	0,030	1,0 - ---
Aceite de maní	0,190 - 0,25	--- - ---

Determinación de densidad aparente en polvos alimentarios

La densidad aparente es un parámetro físico que describe la relación entre la masa de una sustancia granular o en polvo y el volumen total que ocupa, incluyendo los espacios vacíos entre partículas (Klocke, 2015; Perry et al., 1997). Su determinación es clave en la industria alimentaria para optimizar almacenamiento, transporte y formulación de productos como harinas, especias y cereales (Fellows, 2009; Hamatschek, 2024). Es la relación entre la masa de un polvo y el volumen cuando se vierte libremente en un recipiente sin aplicar ninguna fuerza externa. Se expresa en g/cm³ o kg/m³. El método consiste en pesar una cantidad representativa de la muestra y verterla en una probeta sin compactación, asegurando una medición precisa del volumen ocupado (USP, 2024; Schulze, 2006). Luego, la densidad aparente se calcula dividiendo la masa de la muestra entre su volumen. Este procedimiento estandarizado permite evaluar la fluidez y compactibilidad del alimento, influyendo en su manipulación industrial y envasado (USP, 2024).

Equipos y materiales

- Probeta graduada de volumen adecuado (ejemplo: 100 mL o 250 mL)
- Balanza de precisión
- Embudo (opcional, para facilitar el vertido del polvo)
- Espátula o cuchara

Procedimiento

Preparación del material

- Asegúrese de que la probeta esté limpia y seca
- Colóquese la probeta sobre una superficie nivelada

Medición de la masa de la muestra

- Pésese una cantidad representativa del polvo (ejemplo: 10 g) en la balanza
- Regístrese el valor de la masa con precisión

Vertido del polvo en la probeta

- Déjese caer libremente el polvo dentro de la probeta sin compactarlo ni agitarlo
- Empléese un embudo (si es necesario) para evitar pérdidas de muestra

Medición del volumen ocupado

- Léase el volumen final del polvo en la escala graduada de la probeta
- Anótese el valor en mililitros (mL o cm³)

Cálculos

$$\rho_B = \frac{M}{V}$$

Donde:

ρ_B = densidad aparente (g/mL)

M = peso de la muestra (g)

V = volumen de la muestra compactada (mL)

Determinación de densidad compactada en polvos alimentarios

La densidad compactada es un parámetro físico que expresa la relación entre la masa de un alimento en polvo o granular y el volumen que ocupa tras haber sido sometido a un proceso de compactación (Klocke, 2015; Perry et al., 1997). Este índice es útil en la industria alimentaria para evaluar la eficiencia en el envasado, transporte y almacenamiento, ya que influye en el manejo, la dosificación y la formulación de productos (Fellows, 2009; Hamatschek, 2024). Es la densidad de un polvo después de someterlo a una compactación o vibración controlada, reduciendo el espacio vacío entre partículas. El método se basa en la medición de la masa de una muestra representativa y la determinación del volumen ocupado una vez que el material ha sido compactado, reduciendo los espacios intersticiales entre partículas (USP, 2024; Schulze, 2006). Esto permite obtener un valor más realista del comportamiento del producto cuando se somete a procesos de manipulación industrial (USP, 2024).

Equipos y materiales

- Probeta graduada de volumen adecuado (por ejemplo, 100 mL o 250 mL).
- Balanza de precisión.

Procedimiento

Preparación del material

- Asegúrese que la probeta esté limpia y seca.
- Colóquese la probeta sobre una superficie plana y nivelada.

Medición de la masa de la muestra

- Tómese una cantidad representativa del polvo (ejemplo: 25 g) en la balanza.

Vertido del polvo en la probeta

- Déjese caer libremente el polvo dentro de la probeta sin compactarlo.
- Anótese el volumen inicial ocupado por el polvo.

Compactación del polvo

- Golpéese suavemente la base de la probeta contra una superficie plana de manera uniforme y repetida.
- Continúese el proceso hasta que el volumen ocupado por el polvo deje de disminuir (se estabilice).
- Regístrese el volumen final compactado.

Cálculos

$$\rho T = \frac{M}{V}$$

Donde:

ρT = densidad compactada (g/mL)

M = peso de la muestra (g)

V = volumen de la muestra compactada (mL)

Determinación del índice de Carr

El índice de compresibilidad de Carr es una medida de la capacidad de un polvo para reducir su volumen bajo compactación. Se calcula a partir de la diferencia entre la densidad compactada y la densidad aparente, expresada como un porcentaje (Almora-Hernández et al., 2022; Gallo, et al., 2019). Se usa para evaluar la fluidez y cohesión de los polvos, siendo valores bajos indicativos de buena fluidez y valores altos de baja fluidez (Gibson, 2001; Universidad de La Laguna, 2023). El procedimiento consiste en medir la densidad aparente del polvo, seguido de un proceso de compactación en una probeta mediante golpes controlados o vibración, y la posterior medición de la densidad compactada (Klocke, 2015; United States Pharmacopeia, 2024).

Cálculos

$$CI = \frac{\rho T - \rho B}{\rho T} \times 100$$

Donde:

IC = índice de Carr (%)

ρB = densidad aparente (g/mL)

ρ_T = densidad compactada (g/mL).

El IC define el flujo niveles de capacidad de los polvos considerando la siguiente escala:

- a. Los valores de IC inferiores a 15 % son muy buenos.
- b. Los valores de IC entre 15 y 20 % son buenos.
- c. Los valores de IC entre 20 y 35 % son regulares.
- d. Los valores de IC entre 35 y 45% son malos.
- e. Los valores de IC superiores al 45 % son muy malos

Determinación del índice de Hausner

El coeficiente o índice de Hausner es un indicador de la facilidad con la que un polvo puede fluir. Se obtiene como el cociente entre la densidad compactada y la densidad aparente (Universidad de La Laguna, 2023). El procedimiento consiste en medir la densidad aparente de la muestra, luego someterla a un proceso de compactación en una probeta mediante golpes controlados o vibración y determinar la densidad compactada (Hao, 2015; da Costa, 2004). A partir de estos valores, se calcula el índice de Hausner utilizando la siguiente fórmula:

$$HR = \rho_T / \rho_B$$

Donde:

HR = índice de Hausner

ρ_B = densidad aparente (g/mL)

ρ_T = densidad compactada (g/mL)

El índice de Hausner define el flujo niveles de capacidad de los polvos considerando la siguiente escala:

Índice de Hausner bajo (menos del 10 %): Baja cohesividad.

Índice de Hausner entre el 10 y 15 %: Cohesividad regular.

Índice de Hausner entre el 16 y 25 %: Cohesividad media

Índice de Hausner entre el 26 y 35 %: Alta cohesividad

Índice de Hausner mayor al 35 %: Muy alta cohesividad

Determinación de solubilidad en polvos alimenticios

La solubilidad en agua de un polvo indica su capacidad para disolverse en un líquido y es un parámetro clave en la calidad de productos en polvo, como jugos instantáneos, proteínas y leche en polvo (Fennema, 1996; Matissek & Hahn, 2023). El procedimiento estándar para su determinación implica dispersar una cantidad conocida de polvo en un volumen específico de agua u otro solvente bajo condiciones controladas de temperatura y agitación (Barbosa-Cánovas et al, 2005; Karbstein & Schuchmann, 2005). Posteriormente, la mezcla se filtra o se centrifuga para separar las partículas no disueltas (Ueda et al., 2023; Schubert, 1989). El residuo insoluble se seca y se

pesa, permitiendo calcular el porcentaje de solubilidad (Figura, 2021; Walstra, 2003).

Equipos y materiales:

- Balanza de precisión
- Vaso de precipitados de 100 mL
- Agua destilada
- Agitador magnético
- Tubos de centrifuga de 50 mL
- Centrífuga
- Pipeta o cilindro graduado
- Caja Petri
- Estufa

Procedimiento

- Tómense 0,5 g de muestra en polvo con precisión en la balanza.
- Mídanse 50 mL de agua destilada y viértanse en un vaso de precipitados.
- Agréguese la muestra en polvo.
- Colóquese el vaso de precipitados sobre un agitador magnético.
- Agítese constantemente durante 5 minutos a temperatura ambiente para asegurar una disolución homogénea.
- Transfiéranse la mezcla a tubos de centrífuga.
- Centrifúguese a 3000 rpm durante 5 minutos para separar las partículas no disueltas del líquido soluble.
- Extraíganse 20 mL del líquido sobrenadante con una pipeta o cilindro graduado.
- Transfiéranse a una caja Petri previamente pesada.
- Colóquese la caja Petri en una estufa a 105 °C hasta alcanzar un peso constante, asegurando la evaporación completa del agua.
- Pésese nuevamente la caja Petri con el residuo seco.

Cálculos

$$SA = \left(\frac{s \times 2,5}{m} \right) \times 100$$

Donde:

SA = solubilidad en agua (%)

s = peso solido en el sobrenadante (g)

m = peso de la muestra (g)

Consideraciones:

Es importante que la caja Petri esté previamente pesada y seca para evitar errores en la medición.

Se recomienda realizar repeticiones del experimento para obtener un valor promedio confiable.

Un porcentaje de solubilidad alto indica que el polvo se disuelve bien, lo que es clave en productos instantáneos.

Cierre del capítulo

Los métodos analíticos presentados en este capítulo constituyen herramientas indispensables para caracterizar y garantizar la calidad de los alimentos. Desde la determinación de humedad –fundamental para predecir estabilidad y vida útil– hasta el análisis de lípidos (índices de yodo, peróxidos, saponificación) que revelan su composición y grado de oxidación, cada técnica aporta información crítica para la toma de decisiones en la industria alimentaria. La aplicación de estos procedimientos, respaldados por normativas internacionales como las de la AOAC y ISO, asegura resultados precisos y reproducibles. Además, metodologías como el índice de Carr y Hausner para polvos alimentarios permiten optimizar procesos de envasado y almacenamiento, mientras que la cuantificación de proteína digestible y nitrógeno no proteico es clave en la formulación de alimentos balanceados. En un contexto donde la calidad y seguridad alimentaria son prioritarias, dominar estas técnicas analíticas no solo fortalece el control de procesos, sino que también impulsa la innovación y el cumplimiento de estándares globales. Este capítulo refuerza la idea de que la excelencia en el análisis de alimentos comienza con métodos robustos, ejecutados con rigor científico y atención al detalle.

Referencias bibliográficas

- Almora-Hernández, E., Campa-Huergo, C., & Rodríguez-Jiménez, E. (2022). Correlación Granulometría-Densidad de los polvos de hojas secas de *Moringa oleífera* de diferentes tamices. *Tecnología Química*, 42(1), 131-141. http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-61852022000100131
- Amerine, M., & Ough, C. (1980). *Methods for analysis of musts and wines*. Wiley.

- Anderson, J., Baird, P., Davis, R., Ferreri, S., Knudtson, M., Koraym, A., Waters, V., & Williams, C. (2009). Health benefits of dietary fiber. *Nutrition Reviews*, 67(4), 188-205. <https://doi.org/10.1111/j.1753-4887.2009.00189.x>
- AOAC International. (2019). Official methods of analysis of AOAC International (21ra ed.). AOAC International.
- Association of Official Analytical Chemists. (2019). Official methods of analysis of AOAC International (21ra ed.). AOAC International.
- Bai, M., Qin, G., Sun, Z., & Long, G. (2016). Relationship between molecular structure characteristics of feed proteins and protein in vitro digestibility and solubility. *Asian-Australasian Journal of Animal Sciences*, 29(8), 1159-1165. <https://doi.org/10.5713/ajas.15.0701>
- Bailey, A. (1961). *Industrial Oil and Fat Products*. Interscience Publishers.
- Baltes, W. (1995). *Lebensmittelchemie* (4ta ed.). Springer.
- Barbosa-Cánovas, G. V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., & Yan, H. (2005). *Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality*. Springer. <https://doi.org/10.1007/0-387-27613-0>
- Carey, F., & Sundberg, R. (2007). *Advanced organic chemistry: Part A: Structure and mechanisms* (5ta ed.). Springer. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-44899-2>
- Belitz, H.-D., Grosch, W., & Schieberle, P. (2009). *Food chemistry* (4ta ed.). Springer.
- Brown, M. (2001). *Introduction to thermal analysis: Techniques and applications* (2da ed.). Springer.
- Chemat, F., Vian, M., & Cravotto, G. (2012). Green extraction of natural products: Concept and principles. *International Journal of Molecular Sciences*, 13(7), 8615-8627. <https://doi.org/10.3390/ijms13078615>
- Christie, W. & Han, X. (2017). *Lipid analysis: Isolation, separation, identification and lipidomic analysis* (4ta ed.). The Oily Press.
- Church, D. (1993). *The ruminant animal: Digestive physiology and nutrition* (2da ed.). Waveland Press.
- Codex Alimentarius Commission. (2019). General standard for food additives (GSFA). FAO/WHO.
- Cunniff, P. (1995). Official methods of analysis of AOAC International (16ta ed.). AOAC International.
- Damodaran, S., Parkin, K., & Fennema, O. R. (2017). *Fennema's food chemistry* (5ta ed.). CRC Press.
- Fellows, P. (2009). *Food Processing Technology: Principles and Practice* (3ra ed.). Woodhead Publishing.
- Fennema, O. (1996). *Food Chemistry* (3rd ed.). Marcel Dekker.
- Friedrich, W. (2023). *Optimale Sporternährung: Grundlagen für Leistung und Fitness im Sport* (5ta ed.). Spitta GmbH.
- Figura, L. (2021). *Lebensmittelphysik*. Springer Spektrum. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-63288-8>
- Food and Drug Administration. (2022). Guidance for industry: Preparation of samples for laboratory analysis. <https://www.fda.gov>
- Gallo, L., Razuc, M., Natalini, P., Chanampa, L., González, A., & Calcagno, A. (2019). *Tecnología farmacéutica: Diseño y preparación de formulaciones* (1ra ed.). Editorial de la Universidad Nacional del Sur (Ediuns).

- Gibson, M. (2001). *Pharmaceutical Preformulation and Formulation: A Practical Guide from Candidate Drug Selection to Commercial Dosage Form*. CRC Press.
- Grossmann, L., & McClements, D. (2023). Current insights into protein solubility: A review of its importance for alternative proteins. *Food Hydrocolloids*, 137, 108416. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.108416>
- Gunstone, F. (2011). *The Chemistry of Oils and Fats: Sources, Composition, Properties and Uses* (2da ed.). Wiley-Blackwell.
- Gupta, R. C. (Ed.). (2011). *Veterinary toxicology: Basic and clinical principles* (2nd ed.). Academic Press.
- Hamatschek, J. (2024). *Lebensmitteltechnologie: Die industrielle Herstellung von Lebensmitteln aus landwirtschaftlichen Rohstoffen* (3ra ed.). UTB GmbH.
- Hao, T. (2015). Understanding empirical powder flowability criteria scaled by Hausner ratio or Carr index with the analogous viscosity concept. *RSC Advances*, 5(70), 57212–57215. <https://doi.org/10.1039/C5RA07197F>
- Harris, D. (2015). *Quantitative Chemical Analysis* (9th ed.). W. H. Freeman.
- Heß, L. (1939). Zur Bestimmung der Schaumhaltigkeit kohlenensäurehaltiger Getränke. *Fresenius, Zeitschrift für Analytische Chemie*, 118, 194. <https://doi.org/10.1007/BF01547391>
- Holzappel, W. (2002). Appropriate starter culture technologies for small-scale fermentation in developing countries. *International Journal of Food Microbiology*, 75(3), 197–212. [https://doi.org/10.1016/S0168-1605\(01\)00707-3](https://doi.org/10.1016/S0168-1605(01)00707-3)
- Jackson, R. (2014). *Wine science: Principles and applications* (4ta ed.). Academic Press.
- Karbstein, H., & Schuchmann, H. (2005). *Lebensmittelverfahrenstechnik: Rohstoffe, Prozesse, Produkte* (1st ed.). Wiley-VCH. ISBN 978-3-527-31230-6.
- Kirchgeßner, M., Stangl, G., Roth, F., Südekum, K., Schwarz, F., & Eder, K. (2014). *Tierernährung* (14ta ed.). DLG-Verlag.
- Kirk, R., Sawyer, R., & Pearson, D. (1991). *Pearson's composition and analysis of foods* (9na ed.). Longman Scientific & Technical.
- Klocke, F. (Ed.). (2015). *Fertigungsverfahren 5* (4ta ed.). Springer Vieweg. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-69512-7>
- Lutz, G. (2017). *Technologie der Fette und Öle: Handbuch der Gewinnung und Verarbeitung der Fette, Öle und Wachsarten des Pflanzen- und Tierreichs* (Vol. 2). Forgotten Books. <https://doi.org/10.1007/3-540-34083-1>
- Mariotti, F., Tomé, D., & Mirand, P. (2008). Converting nitrogen into protein—Beyond 6.25 and Jones' factors. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 48(2), 177–184. <https://doi.org/10.1080/10408390701279749>
- Matissek, R., & Hahn, A. (2023). *Lebensmittelchemie* (10ma ed.). Springer Spektrum. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-66925-9>
- McCleary, B., Sloane, N., Draga, A., & Lazewska, I. (2013). Measurement of total dietary fiber using AOAC Method 2009.01 (AACC International Approved Method 32-45.01): Evaluation and updates. *Cereal Chemistry*, 90(4), 396–414. <https://doi.org/10.1094/CCHEM-10-12-0135-FI>
- McDonald, P., Edwards, R., Greenhalgh, J., & Morgan, C. (2011). *Animal nutrition* (7ma ed.). Pearson.

- Mettler Toledo. (2023). Refractive index: Definition and measurement. [https://www.mt.com/es/es/home/applications/Application Browse Laboratory Analytics/Refractive index/definition and measurement.html](https://www.mt.com/es/es/home/applications/Application%20Browse%20Laboratory%20Analytics/Refractive%20index/definition%20and%20measurement.html)
- Mettler Toledo. (2024). ¿Qué es la gravedad específica? Mettler Toledo. [https://www.mt.com/es/es/home/applications/Application Browse Laboratory Analytics/Density/what-is-specific-gravity.html](https://www.mt.com/es/es/home/applications/Application%20Browse%20Laboratory%20Analytics/Density/what-is-specific-gravity.html)
- Millward, D. (1999). The nutritional value of plant-based diets in relation to human amino acid and protein requirements. *Proceedings of the Nutrition Society*, 58(2), 249-260. <https://doi.org/10.1017/s0029665199000348>
- Minekus, M., Alminger, M., Alvito, P., Ballance, S., Bohn, T., Bourlieu, C., Carrière, F., Boutrou, R., Corredig, M., Dupont, D., Dufour, C., Egger, L., Golding, M., Karakaya, S., Kirkhus, B., Le Feunteun, S., Lesmes, U., Macierzanka, A., Mackie, A., Marze, S., McClements, D. J., Ménard, O., Recio, I., Santos, C. N., Singh, R. P., Vegarud, G. E., Wickham, M. S. J., Weitschies, W., & Brodtkorb, A. (2014). A standardised static in vitro digestion method suitable for food – an international consensus. *Food & Function*, 5(6), 1113-1124. <https://doi.org/10.1039/C3FO60702J>
- Nielsen, S. (2017). *Food analysis* (5ta ed.). Springer.
- Owens, F., & Zinn, R. (1988). Protein nutrition of ruminants. In P. J. Van Soest (Ed.), *Nutritional ecology of the ruminant* (pp. 123-167). Cornell University Press.
- da Costa, O. (2004). Evaluar el comportamiento y la fluidez de sus polvos. <https://www.palamaticprocess.es/blog/evaluar-el-comportamiento-y-fluidez-de-sus-polvos>
- Perry, R., Green, D., & Maloney, J. (1997). *Perry's Chemical Engineers' Handbook* (7ma ed.). McGraw-Hill.
- Piggott, J. (2011). *Alcoholic beverages: Sensory evaluation and consumer research*. Woodhead Publishing.
- Pomeranz, Y., & Meloan, C. (2000). *Food analysis: Theory and practice* (3ra ed.). Springer.
- Prosky, L., Asp, N. G., Schweizer, T. F., DeVries, J. W., & Furda, I. (1988). Determination of insoluble and soluble dietary fiber in foods and food products: Collaborative study. *Journal of AOAC International*, 71(5), 1017-1023.
- Schubert, H. (1989). Zementierung (Caking) von Lebensmittelpulvern und anderen organischen Pulvern. *Chemie Ingenieur Technik / CIT*, 61(11), 829-830. <https://doi.org/10.1002/cite.200750389>
- Schulze, D. (2006). *Pulver und Schüttgüter: Fließeigenschaften und Handhabung* (1ra ed.). Springer-Verlag. <https://doi.org/10.1007/3-540-34083-1>
- Schwedt, G., Schmidt, T., & Schmitz, O. (2016). *Analytische Chemie: Grundlagen, Methoden und Praxis* (3ra ed.). Wiley-VCH. ISBN 978-3-527-69877-6.
- Shahidi, F. (2015). Lipid oxidation: Measurement methods. In *Handbook of food chemistry* (pp. 201-222). Springer.
- Skoog, D., Holler, F., & Crouch, S. (2017). *Principles of instrumental analysis* (7ma ed.). Cengage Learning.
- Slavin, J. (2013). Dietary fiber and body weight. *Nutrition*, 29(4), 411-418.
- Slopiecka, K., Bartocci, P., & Fantozzi, F. (2012). Thermogravimetric analysis and kinetic study of poplar wood pyrolysis. *Applied Energy*, 97, 491-497. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2011.12.056>

- Soxhlet, F. (1879). Die gewichtsanalytische Bestimmung des Milchfettes. *Polytechnisches Journal*, 232, 461-465.
- Stephen, A., Champ, M., Cloran, S., Fleith, M., van Lieshout, L., Mejbourn, H., & Burley, V. (2017). Dietary fibre in Europe: Current state of knowledge on definitions, sources, recommendations, intakes and relationships to health. *Nutrition Research Reviews*, 30(2), 149-190. <https://doi.org/10.1017/S095442241700004X>
- Srigley, C., & Mossoba, M. (2016). Current analytical techniques for food lipids. In U. Spizzirri & G. Cirillo (Eds.), *Food safety: Innovative analytical tools for safety assessment* (pp. 33-64). John Wiley & Sons. <https://doi.org/10.1002/9781119160588.ch3>
- Tanner, H., & Brunner, H. (1987). *Getränke-Analytik: Untersuchungsmethoden für die Labor- und Betriebspraxis* (2da ed.). Heller-Chemie- und Verwaltungsgesellschaft.
- Teh, J., Teoh, Y., How, H., & Sher, F. (2021). Thermal analysis technologies for biomass feedstocks: a state-of-the-art review. *Processes*, 9(9), 1610. <https://doi.org/10.3390/pr9091610>
- Tomassetti, M., Campanella, L., & Aureli, T. (1989). Thermogravimetric analysis of some spices and commercial food products – Comparison with other analytical methods for moisture content determination (Part 3). *Thermochimica Acta*, 143, 15-26. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(89\)85037-3](https://doi.org/10.1016/0040-6031(89)85037-3)
- Tovar Jiménez, X., Arana Cuenca, A., Téllez Jurado, A., Abreu Corona, A., & Muro Urista, C. (2012). Traditional Methods for Whey Protein Isolation and Concentration: Effects on Nutritional Properties and Biological Activity. *Journal of the Mexican Chemical Society*, 56(4), 369-377. http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1870-249X2012000400003&lng=es&tlng=en
- Tunón, R. (2009). Estructura y propiedades de las proteínas [PDF]. Universidad de Valencia. https://www.uv.es/tunon/pdf_doc/proteinas_09.pdf
- Ueda, J., Morales, P., Fernández-Ruiz, V., Ferreira, A., Barros, L., Caroch, M., & Heleno, S. (2023). Powdered Foods: Structure, Processing, and Challenges: A Review. *Applied Sciences*, 13(22), 12496. <https://doi.org/10.3390/app132212496>
- Universidad de La Laguna. (2023). Estudio de las propiedades de flujo de sólidos pulverulentos y granulados empleados en la elaboración de formas farmacéuticas sólidas de administración oral. <https://riull.ull.es/xmlui/bitstream/handle/915/19338/Estudio%20de%20las%20propiedades%20de%20flujo%20de%20solidos%20pulverulentos%20y%20granulados%20empleados%20en%20la%20elaboracion%20de%20formas%20farmaceuticas%20solidas%20de%20administracion%20oral.pdf?sequence=1>
- United States Pharmacopeial (USP). (2024). <616> Bulk density and tapped density of powders [General chapter]. https://www.usp.org/sites/default/files/usp/document/harmonization/gen-chapter/bulk_density.pdf
- Vogel, A. I. (2013). *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis* (6ta ed.). Pearson Studium.

- Walstra, P. (2003). *Physical Chemistry of Foods*. Marcel Dekker.
- Weber, H. (2010). *Mikrobiologie der Lebensmittel: Band 1: Grundlagen*. Behr's Verlag
- World Health Organization. (2009). *Good laboratory practice (GLP): Quality practices for regulated non-clinical research and development*. WHO.
- Wu, G. (2016). Dietary protein intake and human health. *Food & Function*, 7(3), 1251-1265. <https://doi.org/10.1039/C5FO01530H>
- Yousefi, N., & Khalilikhah, M. (2022). Food proteins: Solubility & thermal stability improvement by physical-chemical modifications. *Trends in Food Science & Technology*, 129, 132-147. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2022.07.006>

Capítulo II:

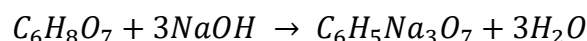
Métodos de análisis de alimentos de origen vegetal

Motivación del capítulo

El análisis de alimentos de origen vegetal es fundamental para garantizar su calidad, seguridad y cumplimiento con normativas regulatorias. En este capítulo, titulado «Métodos de análisis de alimentos de origen vegetal», se profundiza en técnicas específicas para evaluar componentes clave como ácidos orgánicos, conservantes, almidón, gluten, taninos y metales pesados en productos derivados de frutas, cereales y harinas. Desde la cuantificación de ácido cítrico en conservas y mermeladas hasta la detección de mejoradores en harinas y la determinación de metales pesados mediante espectrometría de absorción atómica, los métodos aquí descritos combinan fundamentos químicos, procedimientos estandarizados y aplicaciones prácticas. Estos análisis no solo son esenciales para el control de calidad industrial, sino también para asegurar propiedades organolépticas, nutricionales y de inocuidad en los productos finales. Dirigido a técnicos de laboratorio, investigadores y estudiantes, este capítulo ofrece una guía detallada y actualizada, respaldada por referencias internacionales (AOAC, ISO, EFSA), para abordar desafíos analíticos en matrices vegetales complejas.

Determinación del ácido cítrico en productos derivados de frutas: conservas, jaleas, mermeladas y purés

El ácido cítrico es un compuesto orgánico presente de forma natural en las frutas cítricas, por ejemplo, el limón, la naranja y la mandarina, y se utiliza ampliamente en la industria alimentaria como acidulante, conservante y regulador de pH en productos como conservas, jaleas, mermeladas y purés (Branen et al., 2001; Belitz et al., 2009; Gil et al., 2023). Su cuantificación es esencial para garantizar la calidad, seguridad y vida útil del producto, así como para cumplir con normativas regulatorias. El método empleado se basa en una valoración ácido-base (neutralización) utilizando NaOH 0,1 N como titulante y fenolftaleína como indicador visual (Harris, 2010; Hijazi et al., 2022; Schwedt et al., 2016). El fundamento químico es la reacción:



Dado que el ácido cítrico es un ácido triprótico (libera tres protones), la relación estequiométrica con el NaOH es 1:3, lo que permite calcular su concentración con precisión (Kalka, 2021; Oxtoby et al., 2010).

Equipos y materiales

- Pipeta de 25 mL
- Vaso de precipitación de 600 mL
- Cocineta eléctrica
- Probeta de 100 mL
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético

Reactivos

- Solución de hidróxido de Sodio (NaOH) 0,1 N
- Solución indicadora de fenolftaleína

Procedimiento

- Mídase 25 mL de la muestra y transfíranse a un vaso de precipitados de 600 mL.
- Añádanse 200 mL de agua destilada recién hervida para asegurar la disolución completa del ácido cítrico presente.
- Agréguese aproximadamente 5 gotas de solución indicadora de fenolftaleína.
- Titúlese con la solución de NaOH, 0,1 N hasta que se observe una coloración rosa o lila persistente, indicando el punto final de la titulación.

Cálculos

La acidez titulable se expresa como porcentaje de ácido cítrico anhidro presente en la muestra. Para ello, se utiliza la relación 1 mL de NaOH 0,1 N = 0,0064 g de ácido cítrico anhidro

Determinación de benzoato sódico en productos derivados de frutas, jaleas, mermeladas, conservas y purés

La determinación de benzoato sódico en productos derivados de frutas se fundamenta en su extracción selectiva mediante un proceso de saponificación con NaOH al 10 %, seguido de acidificación con HCl al 20 % para convertir el benzoato en ácido benzoico, el cual se extrae con cloroformo aprovechando su solubilidad diferencial (Mohrig et al., 2021; Skoog et al., 2014). La adición de NaCl aumenta la eficiencia de la extracción por efecto salino (Janssen, 2021; Khouni et al. 2023; Ni et al., 2000;), mientras que la evaporación del cloroformo y redisolución del residuo en etanol al 50 % permiten su cuantificación mediante titulación con NaOH 0,05 M usando fenolftaleína como indicador (Cai & Wu, 2022; Matissek et al., 2014; WHO/FAO, 2006). Este método, validado por normativas internacionales, ofrece precisión y selectividad al eliminar interferencias comunes en matrices complejas como mermeladas o conservas (Kumar & Singh, 2024; Europäische Kommission, 2020), y se basa en la relación estequiométrica donde 1 mL de NaOH 0,05 M equivale a 0,0072 g de benzoato sódico, permitiendo calcular su concentración porcentual en la muestra (Alexeyev, 1969; Skoog et al., 2014; Skoog et al., 2017). Su aplicación

es esencial para garantizar el cumplimiento de límites regulatorios y verificar la calidad e inocuidad de los alimentos (Peres et al., 2025; Pichhardt, 2012).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Pipetas de 5 y 50 mL
- Probetas de 250 mL
- Embudo de filtración con papel filtro
- Papel filtro
- Agitador magnético
- Embudo de separación
- Vasos de precipitación de 600 mL
- pHmetro
- Micropipetas

Reactivos

- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 10 %; disuélvase 10 g de NaOH y afórese a 100 mL con agua destilada.
- Cloruro de sodio (NaCl) anhidro
- Solución de ácido clorhídrico (HCl) al 20 %; mézclese 20 mL de HCl concentrado y afórese a 100 mL con agua destilada.
- Solución de fenolftaleína al 1% en etanol
- Cloroformo de calidad reactivo
- Etanol al 50 %; mézclese 50 mL de etanol y afórese a 100 mL con agua destilada.
- Solución de hidróxido de sodio 0,05 M; prepárese a partir de la solución 0,1 N.

Procedimiento

- Tómense 50 g de la muestra y transfíranse a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- Añádanse 5 mL de NaOH al 10 % para saponificar posibles interferencias.
- Incorpórense 60 g de cloruro de sodio para aumentar la fuerza iónica y facilitar la extracción.
- Dilúyase la mezcla a 200 mL con agua destilada y agítese en un agitador magnético hasta disolver completamente el NaCl.
- Afórese la solución a 250 mL con agua destilada.
- Déjese reposar durante 2 horas, agítese ocasionalmente para asegurar una homogenización adecuada.
- Fíltrese la solución utilizando papel filtro para eliminar sólidos suspendidos.
- Transfíranse 100 mL del filtrado a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- Añádanse unas gotas de fenolftaleína y neutralícese con HCl al 20% hasta la desaparición de la coloración rosa.
- Agréguese un exceso de 5 mL de HCl al 20 % para asegurar la completa conversión del benzoato a ácido benzoico.
- Incorpórense 50 mL de cloroformo y agítese intermitentemente durante 30 minutos para extraer el ácido benzoico.

- Transfiérase la mezcla a un embudo de separación y sepárense las capas.
- Recójase la capa de cloroformo (inferior) en un matraz Erlenmeyer de 125 mL.
- Evapórese el cloroformo en baño maría hasta sequedad.
- Disuélvase el residuo en 100 mL de etanol al 50 % previamente neutralizado.
- Ajústese el pH de la solución a 3,1; titúlese con NaOH 0,05 M usando una micro-bureta hasta alcanzar el punto final indicado por un cambio de color persistente.

Cálculos

La concentración de benzoato de sodio se determina mediante la relación 1 mL de NaOH 0,05 M = 0,0072 g de benzoato sódico.

Determinación de almidón en cereales

El almidón, como principal carbohidrato de reserva en los cereales, constituye un componente fundamental en la evaluación de la calidad de los granos (Belitz et al., 2009; Birch & Poehlman, 2022; Khan & Shewry, 2009; Serna-Saldivar, 2017; Tester et al., 2004). Este método se basa en las propiedades fisicoquímicas del almidón, particularmente en su insolubilidad en solventes fríos como el metanol y su capacidad de sedimentación por diferencia de densidades (Wang & Copeland, 2013; Zhang et al., 2023). El procedimiento aprovecha la hidratación del almidón en agua, donde los gránulos de almidón se hinchan, pero mantienen su integridad estructural, permitiendo su separación mediante filtración y sedimentación (Sjöö & Nilsson, 2017; Wang, 2020; Zobel, 1988). La adición de agua destilada facilita la suspensión del almidón, mientras que el agitado magnético promueve la liberación de los gránulos de la matriz del cereal (Brust et al., 2020; Clerici & Campelo, 2026). La filtración con lienzo permite separar eficientemente la fracción fibrosa del extracto rico en almidón (Franca & Nollet, 2017; Wang & White, 1994). El metanol cumple una doble función: como agente deshidratante que facilita el secado posterior y como purificador al eliminar azúcares solubles y otros compuestos interferentes (Rashwan et al., 2024). El secado a 80 °C garantiza la eliminación completa del agua sin desnaturalizar significativamente la estructura del almidón (Heindl, 2016). La cuantificación gravimétrica final proporciona resultados confiables y reproducibles, siendo este método particularmente útil para análisis rutinarios en control de calidad de materias primas cereales (Birch & Poehlman, 2022; Reimerdes & Rothkitt, 1984). La técnica es ampliamente aceptada en la industria alimentaria por su simplicidad, bajo costo y adecuada precisión para muestras con alto contenido de almidón (Biliaderis, 2009; Matissek, 2018; Nielsen, 2017).

Equipos y materiales

- Vasos de precipitados de 600 mL
- Probeta de 250 mL
- Agitador magnético
- Filtros de lienzo
- Embudos de decantación de 250 mL

-Estufa con regulador de temperatura

Reactivos

-Metanol

Procedimiento

-Tómese aproximadamente 50 g de la muestra de cereal y transfírase a un vaso de precipitados de 600 mL.

-Añádanse 150 mL de agua destilada a la muestra.

-Agítese la mezcla durante 5 minutos utilizando un agitador magnético para facilitar la suspensión del almidón.

-Fíltrese la mezcla a través de un filtro de lienzo para separar la pulpa sólida del extracto líquido que contiene el almidón.

-Si se sospecha que aún queda almidón en la pulpa, añádanse 50 mL adicionales de agua destilada, agítese nuevamente y repítase el proceso de filtración.

-Transfírase la suspensión de almidón obtenida a un embudo de decantación de 250 mL.

-Déjese reposar la suspensión hasta que se formen dos capas bien definidas: una superior líquida y una inferior que contiene el almidón sedimentado.

-Sepárese cuidadosamente la capa inferior que contiene el almidón.

-Lávase el almidón recolectado con 20 mL de metanol para eliminar impurezas y facilitar el secado.

-Fíltrese la suspensión de almidón lavada utilizando un papel filtro previamente pesado.

-Séquese el almidón retenido en el papel filtro en una estufa a 80 °C durante 2 horas para eliminar el contenido de humedad residual.

-Enfriése el papel filtro con el almidón en un desecador para evitar la absorción de humedad del ambiente y luego tómese la masa con precisión.

Cálculos

El porcentaje de almidón en la muestra se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{Almidón (\%)} = \frac{\text{Masa del almidón obtenido}}{\text{Masa de la muestra}} \times 100$$

Determinación del gluten seco y del gluten húmedo

El gluten, complejo proteico formado por gliadinas y gluteninas presentes en la harina de trigo, constituye el principal responsable de las propiedades viscoelásticas de las masas panificables (Shewry & Halford, 2002; Belitz et al., 2009; Wieser, 2007). Este método se fundamenta en las características fisicoquímicas diferenciales del gluten, particularmente su insolubilidad en agua fría y su capacidad de formar redes tridimensionales al hidratarse (Biesalski et al., 2018; Cauvain & Young, 2007; Wieser, 2007; Wieser et al.,

2023). El procedimiento aprovecha la capacidad del gluten de retener su estructura durante el lavado, mientras que los demás componentes de la harina (almidón, azúcares, lípidos) se eliminan por solubilización (Igrejas et al., 2024; Schalk et al., 2017; Wieser & Seilmeier, 1998). La etapa de reposo inicial permite la completa hidratación de las proteínas gluteninas y gliadinas, facilitando la formación de enlaces disulfuro que confieren elasticidad a la masa (Geisslitz et al., 2018; Schuster et al., 2023; Shewry & Belton, 2024). El lavado con agua corriente elimina selectivamente los componentes solubles y el almidón, dejando intacta la matriz proteica del gluten (Schalk et al., 2017; Wieser, 2007). La determinación del gluten húmedo cuantifica la capacidad de retención de agua del complejo proteico, parámetro directamente relacionado con la calidad panadera (AACC International, 2000; Wieser & Seilmeier, 1998). El secado a 105 °C garantiza la eliminación completa del agua de hidratación sin desnaturalizar significativamente las proteínas, permitiendo la cuantificación precisa del contenido proteico real (Belitz et al., 2009; Cauvain & Young, 2007; Geisslitz et al. 2018; Westphal et al., 2003). La relación entre gluten húmedo y seco proporciona información valiosa sobre la capacidad de hidratación de la harina, parámetro crítico para predecir su comportamiento en procesos de panificación (Geisslitz et al., 2018).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Espátula
- Vaso de precipitación de 250 mL
- Fuente de agua
- Estufa
- Desecador
- Luna de reloj

Procedimiento

- Tómense con precisión 25 g de harina de trigo y colóquense en un vaso de precipitados de 250 mL.
- Añádase gradualmente 15 mL de agua destilada mientras se mezcla con una espátula hasta formar una masa homogénea.
- Cúbrase la masa y déjese reposar durante 1 hora para permitir la completa hidratación de las proteínas del gluten.
- Tras el reposo, lávese la masa bajo un chorro suave de agua corriente durante aproximadamente 15 minutos, amasándose suavemente para eliminar el almidón y otros solubles. Este proceso debe realizarse hasta que el agua de lavado salga clara, indicando la eliminación completa del almidón.
- Fórmese una bola con el gluten obtenido y sumérjase en agua destilada, dejándose reposar durante 1 hora para asegurar la completa eliminación de solubles residuales.

Determinación del gluten húmedo:

- Escúrrase cuidadosamente el exceso de agua del gluten.
- Colóquese el gluten húmedo sobre un vidrio de reloj previamente pesado.
- Tómese el conjunto y regístrese el peso para calcular el contenido de gluten húmedo.

Determinación del gluten seco:

- Séquese el gluten húmedo en una estufa a 105 °C durante 4 horas para eliminar el contenido de humedad.
- Tras el secado, enfríese el gluten en un desecador para evitar la absorción de humedad ambiental.
- Tómese nuevamente el gluten seco sobre el vidrio de reloj y regístrese el peso obtenido.

Cálculos

Los porcentajes de gluten húmedo y seco se calculan utilizando las siguientes fórmulas:

$$\text{Gluten húmedo (\%)} = \frac{\text{Masa gluten húmedo}}{\text{Masa de la muestra}} \times 100$$

$$\text{Gluten seco (\%)} = \frac{\text{Masa gluten seco}}{\text{Masa de la muestra}} \times 100$$

Determinación de taninos

La cuantificación precisa de taninos en muestras vegetales es esencial debido a su influencia en propiedades organolépticas y nutricionales (Cosme et al., 2025; Haslam, 1998; Li et al, 2023; Scalbert, 1991). A continuación, se detalla un procedimiento estandarizado para la determinación de taninos, complementado con información de fuentes bibliográficas actuales. Este método, conocido como permanganimetría, se basa en la capacidad oxidante del permanganato de potasio y es ampliamente utilizado para la cuantificación de taninos en muestras vegetales (Makkar, 2003; Maulida et al., 2020; Obadoni & Ochuko, 2002; Siddhuraju & Becker, 2003). Sin embargo, estudios recientes sugieren que los métodos espectrofotométricos pueden ofrecer mayor precisión y reproducibilidad en la determinación de taninos, al reducir la dependencia del analista y minimizar errores asociados a la titulación manual (Cai & Wu, 2022; Cosme et al., 2025; Domínguez-López et al., 2024; Franca & Nollet, 2017; Makkar, 2003; Price et al., 1978; Waterman & Mole, 1994; Zugazua-Ganado et al., 2024).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Espátula
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Cocina eléctrica
- Probeta de 100 mL
- Matraz aforado de 500 mL
- Embudo de filtración
- Pipetas de 10 mL y 25 mL
- Bureta de 50 mL

-Agitador magnético

Reactivos

Permanganato de potasio (KMnO_4) 0,1 M

- Disuélvanse 1,33 g de KMnO_4 en agua destilada y afórese a 1 L.
- Estandarícese la solución utilizando ácido oxálico 0,1 M; disuélvase 0,25 g de oxalato sódico en agua caliente (80 - 90 °C), afórese a 250 mL, añádanse 10 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) (1:1 v/v) y titúlese con la solución de KMnO_4 hasta un ligero color rosado persistente.

Solución de carmín índigo

- Disuélvase 6 g de carmín índigo en agua, añádanse 50 mL de H_2SO_4 concentrado y afórese a 1 L con agua destilada.

Solución de gelatina

- Sumérjanse 25 g de gelatina en una solución saturada de cloruro de sodio (NaCl) durante 1 hora, caliéntese hasta disolver completamente y dilúyase a 1 L con la solución saturada de NaCl .
- Alternativamente, disuélvase 1 g de gelatina en 100 mL de agua y añádanse 10 g de NaCl .

Solución ácida de cloruro de sodio

Acidifíquense 975 mL de una solución saturada de NaCl con 25 mL de H_2SO_4 concentrado.

Procedimiento

Preparación de la muestra

Tómese con precisión 5 g de la muestra vegetal y transfírasela a un vaso de precipitados de 600 mL. Añádanse 400 mL de agua destilada y llévase la mezcla a ebullición durante 30 minutos para extraer los taninos. Déjesela enfriar a temperatura ambiente y afórese a 500 mL con agua destilada en un matraz aforado.

Determinación de taninos totales (t_1)

Tómese una alícuota de 10 mL de la infusión preparada y fíltrese si es necesario para obtener una solución clara. Añádanse 25 mL de la solución de carmín índigo y 300 mL de agua destilada. Titúlese con la solución de KMnO_4 0,1 M hasta observarse un cambio de color de verde claro a amarillo brillante, indicando el punto final de la titulación. Regístrese el volumen de KMnO_4 utilizado como t_1 .

Determinación de taninos no absorbidos (t_2)

Tómense 20 mL de la infusión y añádanse 10 mL de la solución de gelatina para precipitar los taninos. Agréguese 20 mL de la solución ácida de NaCl y, opcionalmente, 2 g de caolín en polvo para facilitar la clarificación. Mézclese durante 3 minutos y déjesela sedimentar. Fíltrese la mezcla para obtener una solución clara. Tómense 25 mL del filtrado, añádanse 25 mL de la solución de carmín índigo y 300 mL de agua destilada. Titúlese con la solución de KMnO_4

0,1 M hasta el mismo cambio de color observado anteriormente. Regístrese el volumen de KMnO_4 utilizado como t_2 .

Cálculos

$$t_1 - t_2 = \text{mL de KMnO}_4 \text{ oxidados por el tanino}$$

$$1 \text{ mL KMnO}_4 = 0,042 \text{ g de tanino}$$

La diferencia entre los volúmenes de KMnO_4 utilizados en las dos titulaciones ($t_1 - t_2$) corresponde al volumen de KMnO_4 oxidado por los taninos presentes en la muestra. Dado que 1 mL de KMnO_4 0,1 M equivale a 0,042 g de tanino, el contenido de taninos en la muestra se calcula mediante la fórmula:

$$\text{Contenido de taninos (g)} = (t_1 - t_2) \times 0,042$$

Determinación de mejoradores en harinas

Los mejoradores de harina, como agentes oxidantes (bromatos, persulfatos, ácido ascórbico), blanqueadores (peróxido de benzoilo, cloro) y enzimas, modifican las propiedades reológicas de la masa mediante mecanismos químicos específicos: los oxidantes fortalecen el gluten mediante la formación de puentes disulfuro, los blanqueadores aclaran el color al degradar pigmentos carotenoides, y las enzimas hidrolizan componentes como el almidón (Cauvain & Young, 2007; Belitz et al., 2009; Cauvain, 2012; Serna-Saldivar, 2017). Su detección se basa en reacciones redox y formación de complejos coloreados, como la oxidación de yoduro por bromatos (formación de I_2), la reacción de persulfatos con bencidina (color azul), o la reducción del 2,6-diclorofenolindofenol por ácido ascórbico (color rosado), mientras que los blanqueadores a base de nitrógeno se identifican mediante la formación de compuestos azoicos rojos con el reactivo de Griess (AOAC International, 2016; Cai & Wu, 2022; Liu & Chen, 2014; Kumar & Singh, 2024; Serna-Saldivar, 2017). Su uso está estrictamente regulado debido a riesgos toxicológicos, como la potencial carcinogenicidad de los bromatos o la degradación de nutrientes por peróxidos, lo que hace esencial su cuantificación para garantizar la seguridad alimentaria y el cumplimiento normativo en la industria panadera (BfR, 2018; Dusemund et al., 2012; WHO/FAO, 2006).

Materiales

- Balanza analítica para pesar las muestras y reactivos.
- Pipetas y micropipetas con sus respectivas puntas.
- Vasos de precipitados, matraces Erlenmeyer y cilindros graduados para preparar soluciones y mezclas.
- Papel de filtro y embudos de filtración.
- Baño maría o placa calefactora.
- Agitadores magnéticos o varillas de agitación.

Métodos

Bromatos

Los bromatos, como el bromato de potasio, se empleaban tradicionalmente para aumentar el volumen del pan. Sin embargo, debido a sus posibles efectos secundarios y riesgos para la salud, su uso está prohibido o estrictamente regulado en muchos países.

Materiales

- Cápsulas de porcelana.
- Pipetas o goteros para la adición de reactivos.

Muestra

Porción de pasta preparada previamente a partir de la harina por analizar.

Reactivos

Solución de yoduro de potasio KI al 0,5% en ácido clorhídrico HCl, 2N.

Procedimiento

- Colóquese una porción de la pasta preparada previamente en una cápsula de porcelana.
- Añádanse unas gotas de solución de yoduro de potasio al 0,5 % en HCl, 2N.
- Obsérvese a aparición de manchas oscuras; esto indica la presencia de bromatos en la muestra.

Persulfatos

Los persulfatos, como el persulfato de amonio o potasio, se utilizan como agentes oxidantes para mejorar las propiedades de la masa.

Materiales

- Pipetas o goteros para la adición de reactivos

Muestra

Cantidad pequeña de harina humedecida

Reactivos

Solución de bencidina al 1 % en alcohol

Procedimiento

- Añádanse a una pequeña cantidad de harina húmeda unas gotas de solución de bencidina al 1 % en alcohol. En presencia de persulfatos, aparecerán manchas azul oscuro.

Vitamina C (Ácido Ascórbico)

El ácido ascórbico es un mejorador comúnmente utilizado que actúa como agente oxidante que fortalece la red de gluten y mejorando la textura del pan.

Materiales:

- Pipetas o goteros para la adición de reactivos

Muestra

Muestra de harina humedecida.

Reactivos

Solución de 2,6-diclorofenolindofenol al 0,1 %.

Procedimiento

Añádanse unas gotas de solución de 2,6-diclorofenolindofenol al 0,1% a la muestra húmeda.

La aparición de manchas rosadas en pocos minutos indica la presencia de vitamina C.

Agentes blanqueadores

Los agentes blanqueadores, como el cloro y los óxidos de nitrógeno, se emplean para mejorar el color de la harina. Su uso está regulado debido a posibles efectos adversos para la salud. Para detectar su presencia, se pueden realizar las siguientes pruebas:

Determinación de pH y cloro

Materiales

- Vasos de precipitados.
- Papel de filtro o sistema de filtración.
- pH-metro o papel indicador de pH.

Muestra

10 gramos de harina

Reactivos

100 mL de agua destilada

Procedimiento

Mézclense 10 gramos de harina con 100 mL de agua destilada.

Déjese en reposo durante 30 minutos y luego fíltrese.

Determinése el pH del filtrado.

Las harinas generalmente tienen un pH entre 6 y 6,8; si han sido blanqueadas con cloro, presentan un pH más bajo.

Detección de óxidos de nitrógeno

Materiales

- Pipetas o goteros para la adición de reactivos
- Vasos de precipitados o tubos de ensayo

Muestra

50 mL del filtrado obtenido en la técnica anterior

Preparación de reactivos

Reactivo A: Disuélvase 0,5 gramos de ácido sulfanílico en 150 mL de ácido acético al 20 %.

Reactivo B: Disuélvase 0,2 gramos de clorhidrato de alfa-naftilamina en 150 mL de ácido acético al 20 %; caliéntese si fuere necesario.

Procedimiento

A 50 mL del filtrado, agréguese 1 mL de cada uno de los reactivos (A y B).

La aparición de una coloración rosada intensa o roja en pocos minutos indica la presencia de nitritos.

Peróxido de benzoilo y persulfatos

El peróxido de benzoilo se utiliza como agente blanqueador en harinas.

Materiales

- Tubos de ensayo o pequeños frascos
- Pipetas o goteros para la adición de reactivos
- Mortero y pistilo para la preparación del reactivo

Muestra

1 g de harina.

Reactivos

- Éter de petróleo (3,5 mL)
- Reactivo de Rotherfusser; tritúrese 1 g de sulfato de diparadiaminofenilamina con unos mL de etanol en un mortero. Disuélvase. Caliéntese a reflujo si es necesario y complétese a 100 mL con etanol.

Para detectar su presencia junto con persulfatos

- Extraígase 1 g de harina con 3,5 mL de éter de petróleo.
- Déjese sedimentar y añádase 1,5 mL del reactivo de Rotherfusser.

La aparición de un color verde en el éter de petróleo indica la presencia de peróxido de benzoilo, mientras que la formación de cristales azules en el sedimento es prueba positiva de persulfatos.

Es fundamental que la adición de estos mejoradores y blanqueadores se realice dentro de los límites establecidos por las normativas alimentarias vigentes, ya que su uso indebido puede tener implicaciones para la salud. Por ejemplo, el uso de bromatos está prohibido en muchos países debido a su potencial carcinogénico. Se debe asegurar en la industria panadera que los productos finales sean seguros para el consumo y cumplan con los estándares de calidad establecidos.

Determinación de fósforo en pastas alimenticias

La determinación del contenido de fósforo en pastas alimenticias es esencial para evaluar la cantidad de huevo incorporado en su elaboración, ya que un mayor contenido de fósforo indica una mayor proporción de huevo en la pasta. Este análisis se basa en la formación de ácido molibdofosfórico, el cual es reducido por cloruro estañoso, generando una coloración azul cuya intensidad es proporcional a la concentración de fósforo presente en la muestra (AOAC International, 2016; Murphy & Riley, 1962; Helrich, 1990). El fósforo es un mineral esencial en la dieta humana, desempeñando papeles fundamentales en la formación de huesos y dientes, así como en la regulación del metabolismo energético (Biesalski et al., 2018; Calvo & Uribarri, 2013; Gropper & Smith, 2016). En el contexto de las pastas alimenticias, la adición de huevo incrementa el contenido de fósforo, proteínas y otros nutrientes, mejorando el valor nutricional del producto final. Por ejemplo, las pastas que contienen huevo aportan más proteínas y fósforo en comparación con las que no lo contienen (Nilusha et al., 2019; Souci et al., 2000).

Equipos y materiales

- Balanza analítica
- Molino de laboratorio
- Crisoles de porcelana o material resistente a altas temperaturas
- Horno de mufla
- Placa calefactora o baño maría
- Matraces aforados (100 mL y 250 mL)
- Matraces Erlenmeyer (500 mL)
- Pipetas volumétricas y micropipetas
- Espectrofotómetro
- Filtros de papel de filtración rápida

Reactivos

- Ácido clorhídrico (HCl) 1:1, utilizado para disolver las cenizas obtenidas tras la calcinación de las muestras.
- Solución de molibdato de amonio (Solución 1); disuélvase 25 g de heptamolibdato de amonio tetrahidratado en 175 mL de agua. Posteriormente, añádanse 280 mL de ácido sulfúrico concentrado a 400 mL de agua. Enfríese la mezcla e incorpórese la solución de molibdato, completando el volumen a 1 litro con agua destilada.
- Solución de cloruro estañoso (Solución 2); disuélvase 205 g de cloruro estañoso dihidratado en 100 mL de glicerol. Calientese la mezcla en un baño de agua y agítese hasta lograr una solución homogénea.
- Solución madre de fosfatos (50 mg/L); disuélvase 0,2195 g de fosfato monopotásico (KH_2PO_4) anhidro en una cantidad adecuada de agua. Dilúyase la solución resultante en un matraz aforado de 1 L.
- Solución intermedia de fosfatos (2 mg/L); tómese 10 mL de la solución madre de fosfatos y dilúyaselos hasta 250 mL en un matraz volumétrico con agua destilada.
- Agua destilada

-Glicerol

Procedimiento

- Tritúrese finamente la muestra de pasta hasta obtenerse una consistencia homogénea.
- Sométase la muestra a un proceso de calcinación para eliminarse la materia orgánica y obtenerse las cenizas correspondientes.
- Agréguese 1 mL de ácido clorhídrico (HCl) en una dilución 1:1 al crisol que contiene las cenizas.
- Calientese suavemente para asegurarse la completa disolución de las cenizas.
- Fíltrese la solución ácida resultante, recolectándose el filtrado en un matraz volumétrico de 100 mL.
- Lávense el crisol y el embudo con agua destilada, añadiéndose los lavados al mismo matraz, y complétese hasta el aforo con agua destilada.
- Tómese una alícuota de 10 mL de la solución anterior y transfírase a un matraz volumétrico de 100 mL.
- Añádanse 4 mL de solución de molibdato de amonio (Solución 1) y 10 gotas de solución de cloruro estañoso (Solución 2).
- Complétese el volumen hasta 100 mL con agua destilada.
- Después de 10 minutos, pero antes de 12 minutos desde la adición de los reactivos, mídase la absorbancia de la solución a una longitud de onda de 690 nm utilizando un espectrofotómetro.
- Para asegurar la precisión del análisis, es fundamental construir una curva de calibración utilizando patrones de concentración conocida. Esto se logra tomando volúmenes específicos de la solución intermedia de fosfatos (2 mg/L) y diluyéndolos según la siguiente tabla:

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen solución estándar a tomar
Blanco	Agua destilada	
	0,0	0,0
1	0,05	2,5
2	0,1	5,0
3	0,15	7,5
4	0,2	1
5	0,25	12,5
6	0,3	15
7	0,35	17,5
8	0,4	20

Cada uno de estos patrones se trata de manera idéntica a las muestras: añádanse 4 mL de la solución de molibdato de amonio y 10 gotas de la solución de cloruro estañoso. Dilúyanse hasta 100 mL y mídase la absorbancia a 690 nm después de 10 minutos. La absorbancia obtenida para cada patrón

se utiliza para construir la curva de calibración, la cual permitirá determinar la concentración de fósforo en las muestras desconocidas.

Detección de metales pesados mediante espectrometría de absorción atómica

La espectrometría de absorción atómica (AAS) es una técnica analítica ampliamente utilizada para la detección y cuantificación de metales pesados en diversas matrices, incluyendo alimentos, aguas y suelos; su principio se basa en la capacidad de los átomos gaseosos libres para absorber radiación electromagnética a longitudes de onda específicas, generando una señal proporcional a la concentración del metal en estudio (Krüger et al., 2024; Skoog et al., 2017; Welz & Sperling, 1999).

Equipos y materiales

- Espectrofotómetro de absorción atómica: instrumento esencial para la cuantificación de metales pesados. Puede operar con diferentes sistemas de atomización, como llama o horno de grafito, dependiendo de la sensibilidad requerida y la naturaleza de la muestra.
- Fuente de radiación: Lámparas de cátodo hueco específicas para cada metal a analizar, que emiten la longitud de onda característica del elemento.
- Quemador de llama: Utilizado para atomizar la muestra en técnicas de llama. Requiere gases combustibles como acetileno y oxidantes como aire o óxido nítrico.
- Horno de grafito: Proporciona mayor sensibilidad y es adecuado para muestras con concentraciones muy bajas de metales.
- Balanza analítica
- Vasos de precipitación y matraces aforados
- Placa calefactora o sistema de digestión por microondas
- Pipetas y micropipetas: para medir y transferir volúmenes precisos de líquidos
- Filtros de papel o membrana: para filtrar las soluciones y eliminar partículas que puedan obstruir el sistema de atomización

Reactivos

- Ácidos concentrados; ácido nítrico (HNO_3) y ácido clorhídrico (HCl)
- Peróxido de hidrógeno (H_2O_2)
- Soluciones estándar de metales
- Agua destilada
- Acetileno; gas combustible utilizado en el quemador de llama
- Aire comprimido u óxido nítrico: gases oxidantes necesarios para la combustión en el quemador.
- Campana de extracción de gases
- Soportes y pinzas
- Lunas de reloj
- Fracos de almacenamiento

Procedimiento

- Recójase una muestra representativa del material a analizar.
- Séquese la muestra en una estufa a una temperatura controlada (generalmente entre 60-105 °C) hasta alcanzarse un peso constante, eliminándose así la humedad que podría interferir en el análisis.
- Tómese con precisión 0,5 g de la muestra seca y colóquese en un vaso de precipitados limpio.
- Añádase 10 mL de ácido nítrico concentrado (HNO_3) a la muestra.
- Cúbrase el vaso con una luna de reloj y caliéntese suavemente la mezcla en una placa calefactora o en un sistema de digestión controlada hasta que la muestra se disuelva completamente y la solución se vuelva clara. Este proceso puede requerir varias horas, dependiendo de la naturaleza de la muestra.
- Si la muestra contiene componentes orgánicos resistentes, puede ser necesario añadirse pequeñas cantidades de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) para completarse la digestión.
- Una vez finalizada la digestión, enfríese la solución a temperatura ambiente.
- Transfírase cuantitativamente la solución digerida a un matraz aforado y dilúyase hasta un volumen conocido con agua desionizada o destilada, asegurándose una homogeneidad adecuada.
- Prepárese una serie de soluciones estándar de los metales pesados de interés (por ejemplo, plomo, cadmio, mercurio) en concentraciones conocidas, utilizando patrones certificados.
- Calíbrese el espectrofotómetro de absorción atómica utilizando estas soluciones estándar para establecerse la curva de calibración, que relacione la absorbancia con la concentración del metal.
- Ajústese el instrumento a la longitud de onda específica correspondiente al metal que se va a analizar.
- Inyéctense las soluciones estándar y la muestra digerida en el espectrofotómetro.
- Mídase la absorbancia de cada solución, asegurándose de enjuagarse el sistema entre muestras para evitarse contaminaciones cruzadas.
- Compárense las absorbancias obtenidas de las muestras con la curva de calibración previamente establecida.
- Determínense las concentraciones de los metales pesados presentes en las muestras, aplicándose las correcciones necesarias por dilución y considerándose los factores de matriz que puedan influir en la precisión del análisis.

Consideraciones adicionales

- Es fundamental incluir muestras de control y blancos de reactivos para verificar la exactitud y precisión del método, así como para detectar posibles contaminaciones durante el proceso analítico.
- Algunos componentes de la muestra pueden interferir en la absorción atómica. Para mitigar estas interferencias, se pueden emplear técnicas como la adición de matrices, el uso de modificadores químicos o la selección de longitudes de onda alternativas.
- El manejo de ácidos concentrados y muestras potencialmente tóxicas requiere el uso de equipo de protección personal adecuado y la

implementación de prácticas de laboratorio seguras para prevenir accidentes y exposiciones.

Cierre del capítulo

Los métodos analíticos presentados en este capítulo destacan la importancia de caracterizar componentes específicos en alimentos de origen vegetal, desde aditivos como el benzoato sódico hasta parámetros de calidad como el gluten en harinas o el fósforo en pastas alimenticias. Técnicas como la espectrometría de absorción atómica para metales pesados y la permanganometría para taninos demuestran cómo enfoques clásicos y modernos se complementan para garantizar precisión y confiabilidad. La estandarización de estos procedimientos, junto con el rigor en la preparación de muestras y la interpretación de resultados, es clave para cumplir con normativas y satisfacer demandas de consumidores cada vez más exigentes. Además, la detección de sustancias reguladas, como mejoradores o blanqueadores, refuerza el compromiso con la seguridad alimentaria. Se señala en este capítulo que el análisis científico de alimentos vegetales no solo optimiza procesos industriales, sino que también protege la salud pública y fomenta la innovación en el sector agroalimentario. La excelencia analítica es, en definitiva, la base para alimentos más seguros, nutritivos y sostenibles.

Referencias bibliográficas

- AACC International. (2000). Approved Methods of Analysis (11ra ed.). Method 38-12.02: Determination of Wet Gluten in Wheat Flour. AACC International.
- Akshit, F., Poswal, V., Kaushik, R., Deshwal, G., & Huppertz, T. (2025). Influence of starch on the rheological, textural, and microstructural properties of processed and analogue cheeses. *Encyclopedia*, 5(2), Article 41. <https://doi.org/10.3390/encyclopedia5020041>
- Alexeyev, V. N. (1969). Quantitative analysis (E. Uvarov, Trans.). Mir Publishers. 519 pp.
- AOAC International. (2016). Official Methods of Analysis of AOAC International (20ma ed.). AOAC International.
- AOAC International. (2016). Official Methods of Analysis, Method 990.23: Bromate in Bread.
- Schwedt, G., & Günther, K. (2023). Taschenatlas der Lebensmittelchemie (3ra ed). Wiley-VCH. ISBN 978-3-527-34906-7.
- Belitz, H.-D., Grosch, W., & Schieberle, P. (2009). Food Chemistry (4th ed.). Springer.
- Belitz, H.-D., Grosch, W., & Schieberle, P. (2001). Lehrbuch der Lebensmittelchemie (5ta ed.). Springer.
- BfR (Bundesinstitut für Risikobewertung). (2018). Stellungnahme Nr. 007/2018: Chlorat und Bromat als Desinfektionsnebenprodukte in Trinkwasser. Bundesinstitut für Risikobewertung.
- Biliaderis, C. G. (2009). Industrial applications of starch. In: Starch: Chemistry and Technology (3rd ed.). Academic Press.
- Biesalski, H., Bischoff, S., Pirlich, M., & Weimann, A. (2018). Ernährungsmedizin: Nach dem Curriculum Ernährungsmedizin der Bundesärztekammer (5ta ed.). Georg Thieme Verlag. <https://doi.org/10.1055/b-004-132260>
- Birch, J., & Poehlman, W. (2022). Grains and Cereals: Composition, Functional Properties and Applications (2nd ed.). Wiley-Blackwell. <https://doi.org/10.1002/9781119815234>
- Branen, A. L., Davidson, P. M., Salminen, S., & Thorngate, J. H. (2001). Food Additives. CRC Press.
- Brückner, R. (2012). Organische Chemie (7ma ed.). Wiley-VCH.
- Brust, H., Orzechowski, S., & Fettke, J. (2020). Starch and glycogen analyses: Methods and techniques. *Biomolecules*, 10(7), 1020. <https://doi.org/10.3390/biom10071020>
- Cai, Z., & Wu, L. (2022). Recent advances in analytical techniques for food additives: A review of methods and applications. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 155, 116705. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2022.116705>
- Calvo, M., & Uribarri, J. (2013). Contributions to total phosphorus intake: all sources considered. *Seminars in Dialysis*, 26(1), 54-61.
- Cauvain, S. (2012). Breadmaking: Improving Quality (2da ed.). Woodhead Publishing.
- Cauvain, S., & Young, L. (2007). Technology of Breadmaking (2da ed.). Springer.
- Cosme, F., Aires, A., Pinto, T., Oliveira, I., Vilela, A., & Gonçalves, B. (2025). A comprehensive review of bioactive tannins in foods and beverages: Functional properties, health benefits, and sensory qualities. *Molecules*, 30(4), 800. <https://doi.org/10.3390/molecules30040800>
- Clerici, M. & Campelo, P. (Eds.). (2026). Basic Protocols in Starch Characterization. Springer Protocols. <https://doi.org/10.1007/978-1-0716-5115-5>

- Domínguez-López, I., et al. (2024). Total (poly)phenol analysis by the Folin-Ciocalteu assay as a measure of antioxidant capacity: Strengths, limitations and recommendations. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 64(21), 3898-3921.
- Dusemund, B., Gilbert, J., Gott, D. M., König, J., Lambre, C., Leblanc, J.-C., Mortensen, A., & Tobback, P. (2012). Food additives and nutrient sources added to food: Developments since the creation of EFSA. *EFSA Journal*, 10(10:s1006).
- Europäische Kommission. (2020). Leitfaden zur Validierung von Analyseverfahren für Lebensmittelkonservierungsmittel. Bundesanzeiger Verlag.
- Franca, A. & Nollet, L. (Eds.). (2017). *Spectroscopic Methods in Food Analysis*. CRC Press.
- Geisslitz, S., Wieser, H., Scherf, K. A., & Koehler, P. (2018). Gluten protein composition and aggregation properties as predictors for bread volume of common wheat, spelt, durum wheat, emmer and einkorn. *Journal of Cereal Science*, 83, 204-212. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2018.08.012>
- Gil, J., Marques, C., & Barreiros, S. (2023). Citric acid: Properties, microbial production and applications in food and pharma industries. *Springer Nature*. <https://doi.org/10.1007/978-3-031-12345-6>
- Gropper, S. S., Smith, J. L., & Carr, T. P. (2016). *Advanced Nutrition and Human Metabolism* (7ma ed.). Cengage Learning. ISBN 978-1-305-62785-7
- Harris, D. C. (2010). *Quantitative Chemical Analysis* (8va ed.). W. H. Freeman.
- Haslam, E. (1998). *Practical Polyphenolics: From Structure to Molecular Recognition and Physiological Action*. Cambridge University Press.
- Heindl, A. (2016). *Praxisbuch Bandtrocknung: Grundlagen, Anwendung, Berechnung*. Springer Vieweg. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-53905-3>
- Helrich, K. (Ed.). (1990). *Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists* (15ta ed., Vols. 1-2). AOAC International.
- Hijazi, A., Pisano, I., Illek, P., & Leahy, J. (2022). A rapid HPLC method for the simultaneous determination of organic acids and furans: Food applications. *Beverages*, 8(1), 6. <https://doi.org/10.3390/beverages8010006>
- Igrejas, G., Ikeda, T. M., & Guzmán, C. (Eds.). (2024). *Wheat Quality for Improving Processing and Human Health*. Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-34163-3>
- Janssen, C. (2021). Heavy metal extractions from NaCl brines to pseudoprotic ionic liquids. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 60(4), 1808-1816. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.0c04861>
- Kalka, H. (2021). Polyprotic Acids and Beyond—An Algebraic Approach. *Chemistry*, 3(2), 454-508. <https://doi.org/10.3390/chemistry3020034>
- Kumar, P., & Singh, R. (2024). A critical review on sodium benzoate from health effects to analytical methods. *Trends in Food Science & Technology*, 152, 103-115. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2023.12.005>
- Khan, K., & Shewry, P. (Eds.). (2009). *Wheat: Chemistry and Technology* (4th ed.). AACC International Press.
- Khouni, M., Hammecker, C., Grunberger, O., & Chaabane, H. (2023). Effect of salinity on the fate of pesticide active ingredients in irrigated systems: A first

- overview. *Environmental Science & Pollution Research*, 30(25), 66067-66081. <https://doi.org/10.1007/s11356-023-29857-z>
- Krüger, D., Weng, A., & Baecker, D. (2024). Development and application of an atomic absorption spectrometry-based method to quantify magnesium in leaves of *Dioscorea polystachya*. *Molecules*, 29(1), 109. <https://doi.org/10.3390/molecules29010109>
- Li, Y., Zhou, B., & Pizzi, A. (2023). Guideline for measurement of condensed tannin. *Food Frontiers*, 4(2), 297-314. <https://doi.org/10.1002/fft2.174>
- Liu, S., & Chen, J. (2014). Spectrophotometric determination of persulfate using benzidine reagent. *Analytical Letters*, 47(6), 1023-1034.
- Makkar, H. (2003). Quantification of tannins in trees and shrub foliage: A laboratory manual. Kluwer Academic Publishers. <https://doi.org/10.1007/978-94-017-0273-0273>
- Matissek, R., Steiner, G., & Fischer, M. (2014). *Lebensmittelanalytik: Grundzüge, Methoden, Anwendungen* (5ta ed.). Springer Spektrum
- Matissek, R. (2018). *Lebensmittelanalytik: Grundzüge - Methoden - Anwendungen* (Springer-Lehrbuch). Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-55722-8>
- Maulida, S., Hakim, A., & Mohtar, M. (2020). An analysis of tannin content of ethanol extract of candlenut stem bark (*Aleurites moluccana* (L.) Willd) by titrimetric method. *Journal of Pharmaceutical Care and Sciences*, 1(1), 85-93. <https://ejurnal.unism.ac.id/index.php/jpcs/article/view/28>
- Mohrig, J. R., Hammond, C. N., & Schatz, P. F. (2021). *Techniques in Organic Chemistry* (5ta ed.). W. H. Freeman.
- Murphy, J., & Riley, J. (1962). A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters. *Analytica Chimica Acta*, 27, 31-36. [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(00\)88444-5](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(00)88444-5)
- Ni, N., El-Sayed, M., Sanghvi, T., & Yalkowsky, S. (2000). Estimation of the effect of NaCl on the solubility of organic compounds in aqueous solutions. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 89(12), 1620-1625. [https://doi.org/10.1002/1520-6017\(200012\)89:12](https://doi.org/10.1002/1520-6017(200012)89:12)
- Nielsen, S. S. (2017). *Food Analysis* (5ta ed.). Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-45776-5>
- Nilusha, R., Jayasinghe, J., Perera, O., & Perera, P. (2019). Development of pasta products with nonconventional ingredients and their effect on selected quality characteristics: A brief overview. *International Journal of Food Science*, 2019, Article 6750726. <https://doi.org/10.1155/2019/6750726>
- Obadoni, B. & Ochuko, P. (2002). Phytochemical studies and comparative efficacy of the crude extracts of some haemostatic plants in Edo and Delta States of Nigeria. *Global Journal of Pure and Applied Sciences*, 8(2), 203-208.
- Oxtoby, D. W., Gillis, H. P., & Campion, A. (2011). *Principles of Modern Chemistry* (7ma ed.). Cengage Learning.
- Peres, F., Bondarczuk, B., Gomes, L., Jardim, L., Corrêa, R., & Baierle, I. (2025). Advances in food quality management driven by Industry 4.0: A systematic review-based framework. *Foods*, 14(14), 2429. <https://doi.org/10.3390/foods14142429>
- Pichhardt, K. (2012). *Qualitätssicherung Lebensmittel: Präventives und operatives Qualitätsmanagement vom Rohstoff bis zum Fertigprodukt*. Springer-Verlag. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-97517-2>

- Price, M. L., Van Scoyoc, S., & Butler, L. G. (1978). A critical evaluation of the vanillin reaction as an assay for tannin in sorghum grain. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 26(5), 1214-1218.
- Rashwan, A., Younis, H., Abdelshafy, A., Osman, A., Eletmany, M., & Hafouda, M. (2024). Plant starch extraction, modification, and green applications: A review. *Environmental Chemistry Letters*, 22, 2483-2530. <https://doi.org/10.1007/s10311-024-01753-z>
- Reimerdes, E., & Rothkitt, K. (1984). Die qualitative und quantitative Analyse von Kohlenhydraten in Lebensmitteln [Qualitative and quantitative analysis of carbohydrates in food]. *Fresenius' Zeitschrift für Analytische Chemie*, 318, 220-224. <https://doi.org/10.1007/BF00528584>
- Scalbert, A. (1991). Antimicrobial properties of tannins. *Phytochemistry*, 30(12), 3875-3883.
- Schalk, K., Lexhaller, B., Koehler, P., & Scherf, K. A. (2017). Isolation and characterization of gluten protein types from wheat, rye, barley and oats for use as reference materials. *PLOS ONE*, 12(2), Article e0172819. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0172819>
- Schalk, K., Lexhaller, B., Koehler, P., & Scherf, K. A. (2017). Isolation and characterization of gluten protein types from wheat, rye, barley and oats for use as reference materials. *PLOS ONE*, 12(2), e0172819. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0172819>
- Schuster, C., Huen, J., & Scherf, K. (2023). Comprehensive study on gluten composition and baking quality of winter wheat. *Cereal Chemistry*, 100(1), 142-155. <https://doi.org/10.1002/cche.10606>
- Schwedt, G., Schmidt, T., & Schmitz, O. (2016). *Analytische Chemie: Grundlagen, Methoden und Praxis* (3ra ed.). Wiley-VCH.
- Serna-Saldivar, S. (2017). *Flour and breads and their fortification in health and disease prevention* (2da ed.). Academic Press (Elsevier).
- Shewry, P., & Belton, P. (2024). What do we really understand about wheat gluten structure and functionality? *Journal of Cereal Science*, 117, 103895. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2024.103895>
- Shewry, P., & Halford, N. (2002). Cereal seed storage proteins: structures, properties and role in grain utilization. *Journal of Experimental Botany*, 53(370), 947-958.
- Shewry, P., & Belton, P. (2024). What do we really understand about wheat gluten structure and functionality? *Journal of Cereal Science*, 117, 103895. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2024.103895>
- Singh, N., Singh, J., Kaur, L., Sodhi, N. S., & Gill, B. S. (2003). Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. *Food Chemistry*, 81, 219-231. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00416-8](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00416-8)
- Siddhuraju, P., & Becker, K. (2003). Antioxidant properties of various solvent extracts of total phenolic constituents from three different agroclimatic origins of drumstick tree (*Moringa oleifera* Lam.) leaves. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(8), 2144-2155.
- Sjöö, M., & Nilsson, L. (Eds.). (2017). *Starch in Food: Structure, Function and Applications* (2da ed.). Woodhead Publishing (Elsevier).

- Skoog, D., Holler, F., & Crouch, S. (2017). Principles of Instrumental Analysis (7ma ed.). Cengage Learning.
- Souci, S. W., Scherz, H., & Fachmann, W. (2000). Food Composition and Nutrition Tables (6ta ed.). Medpharm Scientific Publishers.
- Tester, R. F., Karkalas, J., & Qi, X. (2004). Starch—composition, fine structure and architecture. *Journal of Cereal Science*, 39(2), 151–165.
- Wang, S., & Copeland, L. (2013). Effect of starch molecular structure on thermal and digestion properties of cereal starches: A review. *Food Hydrocolloids*, 30(1), 239–247.
- Wang, Y., & White, P. (1994). Separation techniques for starch isolation from plant materials. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 42(2), 299–304.
- Wang, S. (2020). Starch Structure, Functionality and Application in Foods. Springer. <https://doi.org/10.1007/978-981-15-0622-2>
- Waterman, P., & Mole, S. (1994). Analysis of Phenolic Plant Metabolites. Blackwell Scientific Publications.
- Welz, B., & Sperling, M. (1999). Atomic Absorption Spectrometry. *Analytical Chemistry*, 71(12), 270A–276A.
- Westphal, G., Gerber, G., & Lipke, B. (2003). Proteine – nutritive und funktionelle Eigenschaften. Springer-Verlag.
- WHO/FAO. (2006). Safety evaluation of certain food additives. WHO Food Additives Series 54.
- Wieser, H. (2007). Chemistry of gluten proteins. *Food Microbiology*, 24(2), 115–119.
- Wieser, H., & Seilmeier, W. (1998). The influence of gluten protein composition on the baking quality of wheat flour. *Journal of Cereal Science*, 27(1), 1–7.
- Wieser, H., Koehler, P., & Scherf, K. (2023). Chemistry of wheat gluten proteins: Qualitative composition. *Cereal Chemistry*, 100(1), 23–35. <https://doi.org/10.1002/cche.10572>
- Zhang, B., Guo, Y., Cheng, Z., & Qiao, D. (2023). Physicochemical properties of starch. En F. Helena & H. Graham (Eds.), *Physical Modifications of Starch* (pp. 27–47). Springer Nature Singapore. https://doi.org/10.1007/978-981-99-5390-5_3
- Zobel, H. F. (1988). Molecules to granules: a comprehensive starch review. *Starch/Stärke*, 40(2), 44–50.
- Zugazua-Ganado, M., de Peña, M.-P., Cid, C., & Astiasarán, I. (2024). Adaptation of the Folin-Ciocalteu and Fast Blue BB assays to hydrophilic plant extracts: Performance and comparability. *LWT - Food Science and Technology*, 197, 115130. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2024.115130>

Capítulo III:

Métodos de análisis de alimentos de origen animal

Motivación del capítulo

El análisis de alimentos de origen animal es fundamental para garantizar su calidad, seguridad y cumplimiento con normativas regulatorias. En este capítulo, titulado «Métodos de análisis de alimentos de origen animal», se abordan técnicas específicas para evaluar parámetros clave en productos cárnicos, lácteos y pesqueros, desde la frescura y composición hasta la calidad higiénica y el procesamiento adecuado. Los métodos descritos aquí incluyen la determinación de bases volátiles totales en carnes y pescados (indicador de frescura), el análisis de pH en embutidos, la cuantificación de grasa en leche (método Gerber) y la detección de sulfitos en camarones, entre otros. Estos procedimientos, basados en principios químicos, bioquímicos y fisicoquímicos, son esenciales para el control de calidad en la industria alimentaria, la investigación científica y la verificación del cumplimiento de estándares internacionales. Dirigido a profesionales de laboratorio, técnicos y estudiantes, este capítulo proporciona una guía detallada y práctica, respaldada por referencias técnicas actualizadas, para la ejecución precisa de análisis en matrices animales complejas.

Determinación de bases volátiles totales (nitrógeno amoniacal) en carnes y pescados

La determinación de bases volátiles totales (BVT) en carnes y pescados se fundamenta en la cuantificación del nitrógeno amoniacal liberado durante la descomposición proteica, donde la muestra, alcalinizada con óxido de magnesio, libera amoníaco que es arrastrado por destilación y capturado en ácido bórico para luego titularse con un ácido valorado, permitiendo calcular la concentración de BVT mediante la diferencia de volúmenes gastados en la titulación, lo que indica el grado de deterioro del producto, ya que valores elevados (ej. $> 1100 \text{ mg N}_2/100 \text{ g}$) reflejan putrefacción avanzada, mientras que niveles bajos ($<30 \text{ mg N}_2/100 \text{ g}$) sugieren frescura, siendo esta técnica ampliamente utilizada en el control de calidad de alimentos perecederos por su correlación con la actividad microbiana e hidrólisis enzimática (Pearson, 1981; Olafsdottir et al., 1997; Kreyenschmidt & Scherer, 2009; Huss, 1998; Gram & Dalgaard, 2002; Nollet, 2007).

Materiales

- Balanza analítica
- Balón Kjeldahl
- Perlas de vidrio
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Equipo de destilación completo
- Probeta de 250 mL
- Soporte y pinza
- Mechero Bunsen

Reactivos

- Óxido de magnesio

- Antiespumante
- Ácido bórico al 2 %; disuélvase 20 g de ácido bórico en 1 L de agua
- Indicador rojo de metilo al 0,2 %: tómese 0,2 g de rojo de metilo y disuélvase en 60 mL de alcohol. Afórese a 100 mL con agua
- H_2SO_4 , 0,1 N; disuélvase 2,8 mL de H_2SO_4 , concentrado en 1 L de agua

Procedimiento

- Tómense 10 g de muestra en el balón Kjeldahl.
- Añádase 2 g de óxido de magnesio e incorpórense 300 mL de agua.
- Colóquense perlas de vidrio y agréguese unas gotas de antiespumante.
- En un matraz Erlenmeyer de 500 mL, dispónganse 25 mL de ácido bórico al 2 % y añádase unas gotas de rojo de metilo para recibir el destilado, asegurándose de que la punta del condensador quede sumergida bajo la superficie del líquido.
- Conéctese al destilador y destílese hasta recolectar 25 mL, enjuagándose posteriormente la punta del condensador con agua destilada.
- Titúlese el destilado con H_2SO_4 , 0,1 N o HCL 0,1 N y realícese un ensayo en blanco.

Cálculos

$$BTV = (V_m - V_b) \times 14$$

Donde:

BVT = Bases volátiles totales en mg N_2 /100 g muestra

V_m = Titulación de la muestra

V_b = Titulación del blanco

Los rangos de nitrógeno amoniacal (N_2) en harina de pescado permiten evaluar su calidad y grado de deterioro: para consumo humano directo se consideran aceptables valores entre 20-30 mg N_2 /100 g, indicando frescura óptima; cuando alcanza 115-117 mg N_2 /100 g, el producto mantiene calidad suficiente para uso en alimentación animal; niveles de 450-500 mg N_2 /100 g señalan contaminación avanzada, restringiendo su uso a procesos industriales controlados; mientras que concentraciones superiores a 1100 mg N_2 /100 g corresponden a material muy contaminado, con evidente putrefacción y riesgo microbiológico, requiriendo manejo especial o descarte. Esta gradación demuestra la relación directa entre el contenido de bases nitrogenadas volátiles y el estado de conservación del producto pesquero.

Determinación de pH en embutidos y carnes curadas

El pH es un parámetro crítico en productos cárnicos procesados, ya que influye en sus características microbiológicas, organolépticas y tecnológicas (Toldrá, 2010). Este método se basa en la medición potenciométrica del potencial de hidrógeno en una suspensión acuosa de la muestra, donde los iones hidronio (H_3O^+) liberados por los componentes ácidos de la matriz (como ácido láctico de la fermentación o aditivos acidulantes) generan una diferencia de potencial detectada por el electrodo del pHmetro (Skoog et al., 2017; Harris, 2015). La preparación de la suspensión con agua destilada (25 °C) y el reposo controlado permiten la extracción y estabilización de los electrolitos, mientras que la decantación elimina interferencias por partículas sólidas (Honikel, 1998). Valores típicos en carnes curadas oscilan entre 4,5-6,0, donde pH 5,7 favorece la estabilidad de color en productos curados (Leroy & De Vuyst, 2004; Toldrá, 2005). La temperatura de medición (25 °C) estandariza los resultados al compensar la dependencia térmica de la actividad iónica (Skoog et al., 2017). Este método es aplicable a productos emulsionados y no emulsionados, siendo fundamental para verificar el correcto proceso de maduración en embutidos fermentados y la eficacia de los sistemas de conservación (Dutson, 1983; Toldrá, 2006; Honikel, 2004).

Materiales

- Balanza analítica
- Vasos de precipitación de 250 mL
- Espátula
- Cocineta eléctrica
- pHmetro

Procedimiento

- Tómense 10 g de muestra
- Añádanse 100 mL de agua destilada hervida y enfriada hasta 25 °C
- Déjese reposar durante 30 minutos agitándose periódicamente-
- Permítase un reposo adicional de 10 minutos
- Decántese el líquido sobrenadante con cuidado
- Dermínese el pH del sobrenadante a 25 °C mediante medición directa con el pHmetro.

Determinación de almidón en embutidos

La determinación de almidón en productos cárnicos se basa en la hidrólisis ácida de los polisacáridos presentes y su posterior precipitación selectiva. El método aprovecha las propiedades de solubilidad diferencial del almidón en diferentes medios: inicialmente se eliminan lípidos y proteínas mediante lavados sucesivos con éter etílico y etanol al 70 %, que actúan como solventes de extracción para componentes no deseados (AOAC International, 2016; Bligh & Dyer, 1959). La hidrólisis con ácido clorhídrico al 50 % rompe los enlaces glicosídicos del almidón, transformándolo en moléculas más pequeñas y solubles en agua (Wang & Copeland, 2013). La posterior adición de etanol al 96 % induce la reprecipitación del almidón hidrolizado, ya que los

polisacáridos son insolubles en concentraciones elevadas de alcohol (Hoover, 2001; Singh & Kaur, 2004). Este paso es necesario para aislar selectivamente el almidón de otros carbohidratos solubles. Los lavados con diferentes concentraciones de etanol (70 % y 96 %) permiten purificar el precipitado eliminando sales residuales y otros compuestos hidrosolubles (AOAC International, 2016). El secado a 80 °C elimina completamente los solventes residuales, dejando el almidón en forma de residuo seco que puede cuantificarse gravimétricamente (AOAC International, 2016). La relación entre el peso del residuo obtenido y el peso inicial de la muestra permite calcular el porcentaje de almidón presente en el producto. Este método es particularmente útil para detectar adulteraciones o verificar formulaciones en productos cárnicos procesados, donde el almidón puede añadirse como extensor o modificador de textura (Bao et al., 2025; Toldrá, 2010).

Materiales

- Balanza analítica
- Embudo de filtración
- Vasos de precipitación de 600 mL
- Varilla de vidrio
- Pipetas de 10 mL
- Balón de aforo de 500 mL
- Agitador magnético
- Pipeta de 25 mL
- Estufa con regulador de temperatura
- Desecador
- Espátula

Reactivos

- HCl al 50 % (v/v)
- Etanol al 96 %
- Etanol al 70 %

Procedimiento

- Tómense 10 g de muestra en un cartucho de papel filtro.
- Lávense 4 veces con éter etílico y 4 veces con etanol al 70 %.
- Transfírase el papel filtro y su contenido a un vaso de precipitación de 600 mL.
- Añádanse 5 mL de HCl al 50 % y desintégrese el papel filtro con varilla de vidrio.
- Incorpórense otros 10 mL de HCl al 50 % en pequeñas cantidades durante 30 minutos.
- Dilúyase a 500 mL en un balón aforo con agua destilada; agítese durante 5 minutos.
- Fíltrese a través de algodón y pipetéense 25 mL del filtrado en un vaso de 250 mL que contenga 115 mL de etanol al 96 %; agítese durante 1 minuto.
- Lávense las paredes del vaso con etanol al 70 %; déjese en reposo durante 5 minutos.

- Fíltrese usando un papel filtro previamente pesado; lávense el precipitado con 50 mL de etanol al 70 % y 50 mL de etanol al 96 %.
- Séquese durante 3 horas en estufa a 80 °C el papel filtro con el residuo y regístrese la masa final.

Cálculo

$$\text{Almidon (\%)} = \frac{\text{Masa de almidón obtenido}}{\text{Masa de la muestra}} \times 100$$

Determinación de metabisulfito en camarón por el método de Monier-Williams

El método Monier-Williams es una técnica analítica reconocida internacionalmente para la determinación de sulfitos en alimentos, incluyendo el metabisulfito de sodio en camarones (AOAC International, 2016; Horwitz, 2000). Este método, estandarizado como AOAC 990.28, se basa en la conversión de los sulfitos presentes en la muestra en dióxido de azufre (SO₂), su posterior captura y cuantificación (Fennema, 1996; Nielsen, 2017).

Materiales

- Aparato de destilación (bloque de determinación de sulfitos o equivalente)
- Balón separador
- Manta de calentamiento
- Trampa de absorción
- Sistema de suministro de nitrógeno (con regulador de flujo)
- Balanza analítica
- Material de vidrio (embudo, vasos de precipitados, pipetas)

Reactivos

- Ácido clorhídrico (HCl), 4N
- Peróxido de hidrógeno (H₂O₂) al 3 %
- Hidróxido de sodio (NaOH) 0,01 N y 0,1 N
- Ácido fosfórico (H₃PO₄)
- Fenolftaleína (solución indicadora)
- Vaselina (para sellado de juntas)
- Agua destilada
- Nitrógeno grado analítico

Procedimiento

- Ensámblase el aparato de destilación, aplicándose una fina capa de vaselina en las uniones para garantizar estanqueidad.
- Colóquese el balón separador sobre la manta de calentamiento.
- Añádanse 400 mL de agua destilada al balón y ciérrese la llave del embudo.
- Agréguese 90 mL de HCl 4N al embudo.
- Iniciése el flujo de nitrógeno a 200 cm³/min (≈90 burbujas/min en la trampa).
- Añádanse 30 mL de H₂O₂ al 3 % (previamente ajustado a pH alcalino con 3 gotas de NaOH 0.01 N) a la trampa.
- Déjese purgar el sistema durante 15 minutos para eliminar oxígeno residual.
- Tómese una muestra representativa de camarón (≈50 g) y tritúrese hasta homogenización.
- Acidifíquese la muestra con H₃PO₄ para liberar SO₂.
- Calientese suavemente para facilitar la liberación del gas.
- Arrástrese el SO₂ con nitrógeno hacia la trampa con H₂O₂, donde se oxidará a H₂SO₄.
- Titúlese el H₂SO₄ formado con NaOH 0,1 N, usando fenolftaleína como indicador.

Cálculos

$$SO_2(ppm) = \frac{(V_{NaOH} \times N_{NaOH} \times 32,03 \times 1000)}{M}$$

Donde:

V_{NaOH} = Volumen de NaOH utilizado en la titulación (L)

N_{NaOH} = Normalidad de la solución de NaOH

32,03 = Masa equivalente del SO₂

M = Masa de la muestra en gramos

Consideraciones adicionales

- Un tiempo de destilación de 90 minutos es suficiente para recuperar aproximadamente el 98 % de los sulfitos presentes en la muestra.
- El método Monier-Williams ha demostrado ser más preciso en la detección de sulfitos en camarones en comparación con la yodometría o las cintas colorimétricas.
- Debido al uso de ácidos y la liberación de gases durante el procedimiento, es esencial realizar el análisis en una campana de extracción y utilizar el equipo de protección personal adecuado.
- Este método es adecuado para detectar concentraciones de sulfitos mayores o iguales a 10 ppm. Para niveles inferiores, se pueden considerar métodos más sensibles como la cromatografía líquida de alta resolución (HPLC).
- El método de Monier-Williams es ampliamente aceptado y utilizado en la industria alimentaria para garantizar que los niveles de sulfitos en productos como el camarón se mantengan dentro de los límites establecidos por las regulaciones internacionales, asegurando así la seguridad y calidad del producto final.

Determinación de sulfitos en camarón mediante el método yodométrico

La determinación de sulfitos en productos alimenticios, como el camarón, es esencial para garantizar la seguridad alimentaria y cumplir con las regulaciones internacionales (Codex Alimentarius Commission, 2019; Taylor, 2002). El método yodométrico es una técnica analítica ampliamente utilizada para cuantificar los niveles de sulfitos presentes en matrices alimentarias (Harris, 2015). El método yodométrico se basa en la reacción redox entre el yodo y los sulfitos presentes en la muestra (Skoog et al., 2017). En medio ácido, los sulfitos reaccionan con el yodo añadido, oxidándose a sulfatos mientras el yodo se reduce a yoduro; el punto final de la titulación se detecta mediante la formación de un complejo azul oscuro entre el yodo libre y el almidón, que aparece una vez que todos los sulfitos han reaccionado (Vogel, 1989).

Materiales

- Balanza analítica
- Recipiente para maceración
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Pipetas graduadas
- Papel aluminio
- Agitador manual

Reactivos

- Agua destilada
- Ácido clorhídrico (HCl) concentrado
- Solución de almidón al 1 %
- Solución de yodo 0,063 N
- Muestra de camarón (preferiblemente colas sin exoesqueleto)

Procedimiento

- Selecciónese aproximadamente 150 g de camarón, prefiriéndose las colas sin exoesqueleto.
- Colóquese la muestra en un recipiente adecuado y desmenúcese manualmente.
- Añádanse 100 ml de agua destilada a la muestra triturada.
- Macérese la mezcla durante 10 minutos, agitándose intermitentemente y cubriéndose con papel aluminio para evitar oxidación.
- Déjese reposar la mezcla durante 10 minutos adicionales para completar la liberación de sulfitos.
- Extraíganse 10 ml del sobrenadante y transfírase a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- Añádanse 1.4 ml de HCl concentrado para acidificar el medio y convertir los sulfitos en SO_2 .
- Incorpórese 1 ml de solución de almidón al 1 % como indicador.
- Titúlese cuidadosamente con solución de yodo 0,063 N hasta observarse el viraje a color azul oscuro, que indica el punto final de la titulación.

Cálculos

Después de realizar la titulación, se utiliza la siguiente fórmula para determinar la concentración de SO₂ en la muestra:

$$SO_2 = \frac{(V_{yodo} \times N_{yodo} \times 32,03 \times 1000)}{M}$$

Donde:

V_{yodo} = Volumen de la solución de yodo 0,063 N utilizada en la titulación (L).

N_{yodo} = Normalidad de la solución de yodo (0,063 N en este caso).

32,03 = Peso equivalente del SO₂ (en mg/meq)*.

M: Masa de la muestra de camarón utilizada para el análisis (en g).

*1 mg/g es equivalente a 1000 ppm

Consideraciones adicionales

-El método yodométrico es reconocido por su rapidez y simplicidad. Sin embargo, estudios han demostrado que puede ser menos preciso en comparación con otros métodos, como el de Monier-Williams, especialmente en matrices complejas como el camarón. camjol.info

-Es importante considerar que otras sustancias presentes en la muestra pueden interferir en la titulación, afectando la exactitud de los resultados. Por ello, se recomienda realizar pruebas de recuperación y validar el método para cada tipo de muestra analizada.

-Las autoridades sanitarias establecen límites máximos permitidos de sulfitos en productos alimenticios. Por ejemplo, en Brasil, la Agencia Nacional de Vigilancia Sanitaria (ANVISA) establece un límite máximo de 100 mg/kg de dióxido de azufre residual en

Determinación de grasa en leche por el método de Gerber

El método Gerber es una técnica analítica clásica y ampliamente utilizada para determinar el contenido de grasa en la leche y sus derivados (Walstra et al., 2006). Desarrollado por el químico suizo Niklaus Gerber en 1891, este método se ha mantenido vigente debido a su precisión, rapidez y simplicidad en la ejecución (Koestler & Loertscher, 1929; Varnam & Sutherland, 2001). Su fundamento se basa en la separación de la grasa contenida en la leche mediante la adición de ácido sulfúrico y alcohol amílico, seguida de una centrifugación que permite la lectura directa del porcentaje de grasa en un dispositivo denominado butirómetro (Marshall, 1992)

Materiales

- Butirómetros específicos para leche
- Pipetas aforadas de 10,75 mL para leche
- Pipetas de 10 mL para ácido sulfúrico
- Pipetas de 1 mL para alcohol amílico
- Centrífuga Gerber con calefacción
- Baño María con temperatura regulable hasta 65 °C
- Termómetro calibrado
- Soporte para butirómetros

- Tapones de caucho para butirómetros
- Guantes de protección y gafas de seguridad

Reactivos

- Ácido sulfúrico concentrado (90-91 % en masa)
- Alcohol amílico

Procedimiento

- Calientese la muestra de leche a 20 °C y mézclese bien mediante inversiones cuidadosas, procurándose una distribución homogénea de la grasa y evitándose la formación de espuma o la conversión en mantequilla.
- Añádanse exactamente 10 mL de ácido sulfúrico concentrado al butirómetro utilizando una pipeta de 10 mL, cuidándose de que el ácido no toque las paredes del cuello del instrumento.
- Mídase y añádase la muestra de leche (10,75 mL) al butirómetro con una pipeta aforada, apoyándose la punta lateralmente en el borde del instrumento para formar una capa de leche sobre el ácido sin mezclarse inicialmente.
- Incorpórese 1 mL de alcohol amílico, evitándose igualmente el contacto con las paredes del cuello del butirómetro.
- Colóquese el tapón de caucho firmemente y agítase vigorosamente con el tapón hacia arriba hasta disolverse completamente el coágulo. Protéjase el butirómetro con un paño y úsense guantes de goma debido a la reacción exotérmica. Inviértase al menos cuatro veces para homogeneizarse el contenido.
- Colóquese inmediatamente el butirómetro en la centrífuga Gerber precalentada a 60°C y centrifúguese durante 4 minutos a la velocidad especificada.
- Sumérjase el butirómetro (con el tapón hacia abajo) en un baño María a 65 ± 2 °C durante 5 minutos, asegurándose de que todo el contenido quede sumergido.
- Retírese del baño María, manténgase en posición vertical y séquese rápidamente. Léase el volumen de la columna de grasa en la escala graduada, que indica directamente el porcentaje de grasa en la muestra.

Consideraciones de seguridad

- El ácido sulfúrico concentrado es altamente corrosivo y puede causar quemaduras severas. Manipúlelo con extremo cuidado, utilizando guantes de protección y gafas de seguridad.
 - El alcohol amílico es inflamable y debe manejarse en un área bien ventilada, lejos de fuentes de ignición.
 - Realícese todo el procedimiento en una campana de extracción o en un área bien ventilada para evitar la inhalación de vapores nocivos.
- Este método es ampliamente utilizado debido a su precisión y rapidez para determinar el contenido de grasa en la leche y sus derivados.

Determinación de caseína en leche

La caseína es la proteína predominante en la leche de los mamíferos, constituyendo aproximadamente entre el 77 y el 82 % del contenido

proteico total (Kunz & Lönnerdal, 1990). Su aislamiento y cuantificación son esenciales tanto en investigaciones bioquímicas como en aplicaciones industriales, especialmente en la producción de derivados lácteos y suplementos alimenticios (Gaucheron, 2005). A continuación, se presenta un procedimiento detallado para la extracción y determinación de la caseína en la leche. Este método permite la extracción y cuantificación eficiente de la caseína en muestras de leche, siendo una técnica fundamental en análisis bioquímicos y aplicaciones industriales (Fox et al., 2017). La precisión en cada etapa del procedimiento garantiza la obtención de resultados confiables y reproducibles, esenciales para estudios de calidad y composición de productos lácteos (Hetzner & Barth, 1992).

Materiales

- Vasos de precipitados de 250 mL
- Pipetas aforadas de 10 mL
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético o varilla de agitación
- Papel de filtro o sistema de filtración al vacío
- pH-metro o papel indicador de pH
- Estufa de secado
- Balanza analítica
- Desecador con agente desecante activo

Reactivos

- Ácido clorhídrico (HCl) al 0,1 N
- Hidróxido de sodio (NaOH) al 0,1 N
- Agua destilada

Procedimiento

- Homogenícese la muestra de leche mediante agitación suave para asegurarse una distribución uniforme de todos sus componentes.
- Transfíranse 50 mL de la muestra a un vaso de precipitados de 250 mL.
- Calientese la muestra a 40 °C mientras agítese constantemente para evitarse la formación de nata.
- Añádase lentamente HCl 0,1 N mientras monitorícese el pH de la solución.
- Continúese la adición de ácido hasta alcanzarse un pH de 4,6 (punto isoeléctrico de la caseína), momento en el cual precipítese formando una masa blanca.
- Déjese reposar la mezcla durante 10 minutos para permitirse la completa precipitación.
- Filtrese la mezcla utilizando un sistema de filtración al vacío o papel de filtro de porosidad media para separarse el precipitado (caseína) del suero.
- Lávese el precipitado con pequeñas porciones de agua destilada acidificada (pH 4,6) para eliminarse impurezas y restos de suero.
- Repítase el lavado al menos tres veces para asegurarse la pureza de la caseína obtenida.
- Transfírase el precipitado a un vidrio de reloj previamente tarado.

- Séquese en estufa a 105 °C durante 4 horas o hasta alcanzarse peso constante, evitándose temperaturas superiores para prevenirse la desnaturalización proteica.
- Enfríese en desecador y pésele utilizando balanza analítica para determinarse la masa de caseína obtenida.
- Exprésese el contenido de caseína como porcentaje en masa respecto a la muestra original de leche. Durante todo el proceso manténganse condiciones controladas para evitar alteraciones en las propiedades proteicas.

Cálculos

$$\text{Caseína (\%)} = \frac{\text{Masa de caseína seca (g)}}{\text{Masa de la muestra de leche (g)}} \times 100$$

Consideraciones adicionales

- Se requiere ajustar el pH con precisión al punto isoeléctrico de la caseína (pH 4,6) para asegurar una precipitación óptima.
- Evítense temperaturas superiores a 105°C durante el secado para prevenir la desnaturalización de la caseína.
- Realícese el procedimiento por duplicado o triplicado para asegurar la reproducibilidad de los resultados.

Determinación de lactosa en leche

La determinación de lactosa en leche mediante el método de Fehling es una técnica clásica que se basa en las propiedades reductoras de la lactosa (Belitz et al., 2009; Juca Cedillo & Pérez Portilla, 2010). A continuación, se presenta una revisión del procedimiento, incluyendo los materiales y equipos necesarios y se verifica la exactitud del método (Juca Cedillo & Pérez Portilla, 2010; Matissek et al., 2018).

Materiales

- Balanza analítica (precisión de 0,0001 g)
- Matraces Erlenmeyer de 250 mL y 300 mL
- Matraces aforados de 500 mL
- Pipetas volumétricas de 5 mL y 10 mL
- Bureta de 50 mL
- Vasos de precipitados de 100 mL y 600 mL
- Sistema de filtración al vacío
- Papel de filtro plisado
- Vidrio de reloj
- Embudo
- Termómetro
- Cronómetro

Reactivos

- Solución de Fehling A: sulfato de cobre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) y agua destilada

- Solución de Fehling B: hidróxido de sodio (NaOH) y sal de Rochelle (tartrato de sodio y potasio)
- Solución estándar de lactosa: Lactosa anhidra pura y solución acuosa al 2 % de ácido benzoico
- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0,1 N
- Indicador azul de metileno

Procedimiento

- Disuélvanse 10 g de lactosa anhidra pura en 1 litro de solución acuosa al 2 % de ácido benzoico.
- Añádanse 5 mL de solución Fehling A y 5 mL de solución Fehling B a un matraz Erlenmeyer de 250 mL; llévase la mezcla a ebullición.
- Titúlese con la solución estándar de lactosa, utilizando azul de metileno como indicador, hasta observarse el cambio de color que indique el punto final.
- Mídase 5 mL de leche y transfírase a un matraz aforado de 500 mL.
- Añádanse 80 mL de agua destilada y mézclese bien.
- Agréguese 2 mL de solución de NaOH 0,1 N.
- Complétese el volumen a 100 mL con agua destilada y agítese vigorosamente.
- Fíltrese la solución para eliminarse las proteínas presentes. Repítase la filtración si el filtrado no resulta claro.
- Colóquese el filtrado en una bureta y añádanse 5 mL de solución Fehling A y 5 mL de solución Fehling B a un matraz Erlenmeyer limpio.
- Incorpórense 15 mL del filtrado de la muestra al matraz con los reactivos de Fehling.
- Llévese la mezcla a ebullición moderada durante 2 minutos.
- Añádanse 4 gotas de azul de metileno como indicador.
- Continúese añadiendo el filtrado desde la bureta hasta decolorarse el indicador, lo que señala el punto final de la titulación.

Cálculo del porcentaje de lactosa

$$Lactosa (\%) = \frac{(A \times B)}{(C \times D \times E)} \times 100$$

Donde:

A = Volumen en mililitros de la solución de Fehling utilizada.

B = Equivalente en gramos de lactosa por mililitro de la solución de Fehling.

C = Volumen de leche correspondiente a 1 mL de filtrado (0,05 mL).

D = Volumen en mililitros del filtrado utilizado en la titulación.

E = Densidad de la leche, medida con un densímetro.

Determinación de la calidad higiénica de la leche mediante la prueba de reductasa

La prueba de reductasa es una técnica empleada para evaluar la calidad higiénica de la leche, basándose en la actividad metabólica de las bacterias presentes. Estas bacterias producen enzimas reductoras que disminuyen el potencial de óxido-reducción de la leche (Universidad de Murcia, 2023). Al añadir un indicador redox, como el azul de metileno, y observar el tiempo que tarda en decolorarse, se puede estimar la carga bacteriana: a mayor

velocidad de decoloración, mayor es la contaminación microbiana (Belitz et al., 2009; Walstra et al., 2006). Esta metodología proporciona una evaluación rápida y sencilla de la calidad higiénica de la leche, siendo útil en entornos donde se requiere un control rápido de la calidad microbiológica (Matissek et al., 2018).

Materiales

- Tubos de ensayo con tapas herméticas.
- Pipetas volumétricas de 1 mL y 10 mL.
- Baño maría con control de temperatura a 37 °C.
- Gradilla para tubos de ensayo.
- Cronómetro.
- Termómetro.

Reactivos

- Solución de azul de metileno al 0,03 %; disuélvase 0,03 g de azul de metileno en 100 mL de agua destilada.

Procedimiento

- Homogenícese la muestra de leche mediante agitación suave, añádanse 10 mL de la muestra de leche a un tubo de ensayo estéril.
- Agréguese 1 mL de solución de azul de metileno al 0,03 %; tápese el tubo y mézclase mediante inversiones suaves repetidas.
- Colóquese el tubo en gradilla dentro de un baño maría a 37 °C y cúbrase el baño maría para protegerse las muestras de la luz directa, evitándose así la decoloración acelerada del indicador.
- Iniciése el cronómetro al momento de colocarse los tubos en el baño maría.
- Obsérvese el color de la muestra cada 15 minutos durante un período máximo de 7 horas.
- Regístrese tanto el tiempo inicial de pérdida del color azul como el momento de decoloración completa.

Interpretación de resultados

El tiempo de decoloración del azul de metileno está inversamente relacionado con la carga bacteriana de la leche. A continuación, se presenta una tabla de referencia:

Tiempo de decoloración	Calidad de la leche	Número aproximado de bacterias (por mL)
Más de 5 h	«Buena»	Menos de 100 000
2 a 5 h	«Regular»	100 000 a 1 000 000
Menos de 2 h	«Mala»	Más de 1 000 000

Algunos microorganismos, como *Streptococcus liquefaciens* y ciertas bacterias coliformes, poseen una alta capacidad reductora, lo cual puede acelerar la decoloración. La presencia de células somáticas, especialmente leucocitos, también puede influir en la velocidad de decoloración.

Consideraciones adicionales

- La prueba de reductasa es una medida indirecta de la calidad microbiológica de la leche y debe complementarse con otros análisis para una evaluación completa.
- La solución de azul de metileno debe prepararse fresca y almacenarse en un frasco ámbar para protegerla de la luz.
- Asegúrese de que todos los materiales y equipos estén limpios y esterilizados para evitar contaminaciones que puedan alterar los resultados.

Análisis de calidad de la pasteurización en leche mediante la determinación de fosfatasa alcalina por el método colorimétrico clásico

Este método se basa en la capacidad de la ALP para hidrolizar un sustrato específico, generando un cambio de color que puede ser medido visualmente o con un espectrofotómetro sencillo (Belitz et al., 2009). La determinación de fosfatasa alcalina (ALP) en leche mediante el método colorimétrico con para-nitrofenilfosfato (pNPP) se basa en la termolabilidad de esta enzima, que actúa como biomarcador de pasteurización al inactivarse al alcanzar los parámetros térmicos adecuados (72 °C/15 s); el principio bioquímico radica en la hidrólisis enzimática del pNPP (incolore) a pH alcalino (10,0), generando para-nitrofenol (pNP, amarillo) cuya intensidad de color –evaluable visualmente o a 405 nm– es proporcional a la actividad residual de ALP, permitiendo detectar desde un 0,1 % de contaminación con leche cruda y verificando así la eficacia del tratamiento térmico y la seguridad microbiológica del producto, conforme a normativas internacionales como la ISO 11816-1 (Matissek et al., 2018; Walstra et al., 2006)

Materiales

- Tubos de ensayo
- Pipetas (1 mL y 5 mL)
- Baño maría con control de temperatura
- Espectrofotómetro (opcional)

- Gradilla para tubos
- Cronómetro

Reactivos

- Para-nitrofenilfosfato (pNPP)
- Búfer carbonato-bicarbonato de sodio 0,1 M (pH 10,0)
- Solución de NaOH 0,02 N
- Leche cruda (control positivo)
- Agua destilada o leche hervida (control negativo)

Procedimiento

- Prepárese el sustrato disolviéndose pNPP en buffer carbonato hasta alcanzarse 5 mM de concentración final.
- Tómese 1 mL de muestra de leche pasteurizada y colóquese en tubo de ensayo.
- Añádase 1 mL de solución de pNPP al tubo con la muestra.
- Incúbase la mezcla a 37 °C en baño maría durante 15 minutos, manteniéndose protegida de la luz.
- Deténgase la reacción agregándose 5 mL de NaOH 0,02 N.
- Obsérvese la aparición de coloración amarilla (evaluación cualitativa) o mídase la absorbancia a 405 nm (cuantificación espectrofotométrica).
- Inclúyanse controles positivos (leche cruda) y negativos (agua destilada) en cada serie de ensayos.

Nota: Para resultados cuantitativos, establézcase una curva de calibración con concentraciones conocidas de pNPP.

Determinación de sal (NaCl) en las cenizas de una muestra de harina de pescado

La determinación precisa del contenido de cloruro de sodio (NaCl) en la harina de pescado es esencial para evaluar su calidad y asegurar su cumplimiento con los estándares alimentarios (Codex Alimentarius Commission, 1985; Corral Silvestre, 2014). A continuación, se describe un método analítico que combina técnicas de termogravimetría y volumetría para cuantificar el contenido de NaCl en muestras de harina de pescado (Herranz de Andrés, 2013; Belitz et al., 2009). El procedimiento se basa en la calcinación de la muestra para obtener las cenizas totales, seguida de la disolución de las cenizas solubles en agua destilada caliente (Matissek et al., 2014; Nielsen, 2017). Posteriormente, se determina el contenido de NaCl mediante una titulación argentométrica, utilizando nitrato de plata (AgNO_3) como titulante y cromato de potasio (K_2CrO_4) como indicador (Harris, 2015). Este enfoque se fundamenta en la formación de un precipitado de cloruro de plata (AgCl) cuando los iones cloruro reaccionan con los iones plata, y la aparición de una coloración rojiza indica el punto final de la titulación (Vogel, 1987). La implementación adecuada de este procedimiento permitirá obtener una cuantificación precisa del contenido de sal en la harina de pescado, contribuyendo así al control de

calidad y cumplimiento de normativas en la industria alimentaria (FAO/WHO, 1985; Domili et al., 2020).

Materiales

- Crisol de porcelana
- Balanza analítica
- Mufla
- Espátula
- Matraces Erlenmeyer de 250 mL
- Placa calefactora
- Papel filtro
- Bureta
- Varilla de vidrio
- Embudo de vidrio

Procedimiento

- Tómese 5 g de muestra de harina de pescado utilizando balanza analítica.
- Colóquese la muestra en crisol de porcelana previamente tarado.
- Introdúzcase el crisol en mufla y calcínese a 550-600 °C durante cuatro horas para asegurarse la combustión completa de materia orgánica.
- Retírese el crisol de la mufla y déjese enfriar a temperatura ambiente.
- Transfíranse las cenizas a matraz Erlenmeyer de 250 ml.
- Añádase 50 ml de agua destilada caliente para disolverse las sales solubles.
- Fíltrese la solución mediante papel filtro para separarse las cenizas insolubles.
- Recójase el filtrado en matraz limpio, lavándose el residuo con porciones de agua destilada caliente para garantizarse la recuperación completa.
- Agréguese 3 gotas de fenolftaleína al filtrado; si se observa coloración rosada, titúlese con H_2SO_4 0,1 N hasta desaparecer la coloración.
- Añádase 10 gotas de solución de K_2CrO_4 como indicador.
- Titúlese con AgNO_3 0,1 N hasta aparición de coloración rojizo-parda (punto final).

Cálculos

$$\text{NaCl (\%)} = \frac{(\text{mL de AgNO}_3 \times N \times \text{meqNaCl})}{\text{Masa de la muestra}} \times 100$$

Donde:

ml de AgNO_3 = Volumen de la solución de nitrato de plata utilizado en la titulación.

N = Normalidad de la solución de AgNO_3 .

58,44 = Masa equivalente del NaCl (g/mol).

Consideraciones adicionales

- Es fundamental realizar la calcinación en un ambiente controlado para evitar contaminaciones que puedan alterar los resultados.
- La precisión en la titulación es fundamental; por lo tanto, se recomienda realizar al menos dos determinaciones por muestra y promediar los resultados obtenidos.

-Este método es ampliamente reconocido y utilizado en laboratorios de análisis de alimentos debido a su exactitud y reproducibilidad.

Cierre del capítulo

Los métodos analíticos presentados en este capítulo demuestran la importancia de evaluar rigurosamente los alimentos de origen animal para garantizar su calidad, seguridad y vida útil. Desde la medición de bases volátiles totales como indicador de deterioro en pescados hasta la determinación de fosfatasa alcalina para verificar la pasteurización de la leche, cada técnica ofrece información valiosa para la toma de decisiones en la industria alimentaria. La aplicación de estos procedimientos, estandarizados por organizaciones como AOAC International y el Codex Alimentarius, asegura resultados confiables y reproducibles. Además, métodos como la prueba de reductasa en leche o la titulación yodométrica para sulfitos destacan por su practicidad en el control rutinario de calidad. La inocuidad y la trazabilidad son prioritarias y en este capítulo se refuerza que el análisis científico de alimentos de origen animal no solo optimiza procesos productivos, sino que también protege la salud del consumidor. La combinación de técnicas clásicas y modernas, ejecutadas con rigor metodológico, es la base para una industria alimentaria sostenible y confiable.

Referencias bibliográficas

AOAC International. (2016). *Official Methods of Analysis of AOAC International* (20ma ed.). AOAC International.

- AOAC International. (2016). Official Methods of Analysis of AOAC International (20ma ed., Method 990.28). AOAC International.
- Bao, H., Wang, Y., Huang, Y., Zhang, Y., & Dai, H. (2025). The Beneficial Role of Polysaccharide Hydrocolloids in Meat Products: A Review. *Gels*, 11(1), 55. <https://doi.org/10.3390/gels11010055>
- Belitz, H.-D., Grosch, W., & Schieberle, P. (2009). Food Chemistry (4ta ed.). Springer.
- Bligh, E., & Dyer, W. (1959). A rapid method of total lipid extraction and purification. *Canadian Journal of Biochemistry and Physiology*, 37(8), 911-917. <https://doi.org/10.1139/o59-099>
- Codex Alimentarius Commission. (1985). Standard for Food Grade Salt. FAO/WHO.
- Codex Alimentarius Commission. (2019). General Standard for Food Additives (GSFA). FAO/WHO.
- Corral Silvestre, S. (2014). Efecto de la reducción del contenido de NaCl y/o grasa en la calidad de embutidos curado-madurados y estudio de nuevas estrategias para la potenciación del aroma [Tesis doctoral] Universitat Politècnica de València. <https://doi.org/10.4995/Thesis/10251/48477>
- Domili, I., Labatjo, R., Ntau, L., Anasiru, M. Arbie, F. (2020). Quality test of long-jawed mackerel (*Rastrelliger* sp.) fish flour. *Food Research*, 4(3), 926-931. [https://doi.org/10.26656/fr.2017.4\(3\).418](https://doi.org/10.26656/fr.2017.4(3).418)
- Dutson, T. (1983). The measurement of pH in muscle and its importance to meat quality (Proceedings of the Reciprocal Meat Conference, Vol. 36) [PDF]. American Meat Science Association. <https://www.meatscience.org/docs/default-source/publications-resources/rmc/1983/the-measurement-of-ph-in-muscle-and-its-importance-to-meat-quality.pdf>
- FAO/WHO. (1985). Codex Alimentarius: Food Additives and Contaminants.
- Fennema, O. (1996). Food Chemistry (3ra ed.). Marcel Dekker.
- Fox, P. F., Guinee, T. P., Cogan, T. M., & McSweeney, P. L. (2017). Fundamentals of cheese science (Vol. 1, p. 271). Boston, MA, USA:: Springer.
- Gaucheron, F. (2005). The minerals of milk: A review. *Dairy Science & Technology*, 85(6), 471-498. <https://doi.org/10.1051/rnd:2005030>
- Gram, L., & Dalgaard, P. (2002). Fish spoilage bacteria - problems and solutions. *Current Opinion in Biotechnology*, 13(3), 262-266.
- Harris, D. (2015). Quantitative Chemical Analysis (9na ed.). W. H. Freeman.
- Herranz de Andrés, S. (2013). Nuevas herramientas analíticas para la determinación de contaminantes en el medio ambiente y en alimentos. Tesis doctoral. Universidad Complutense de Madrid. <https://hdl.handle.net/20.500.14352/38034>
- Hetzner, E., & Barth, C. A. (Eds.). (1992). Handbuch Milch [Handbook of milk]. Behr.
- Honikel, K. (1998). Reference methods for the assessment of physical characteristics of meat. *Meat Science*, 49(4), 447-457. [https://doi.org/10.1016/S0309-1740\(98\)00034-5](https://doi.org/10.1016/S0309-1740(98)00034-5)
- Honikel, K. (2004). The use and control of nitrate and nitrite for the processing of meat products. *Meat Science*, 78(1-2), 68-76. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2007.05.030>

- Hoover, R. (2001). Composition, molecular structure, and physicochemical properties of tuber and root starches: a review. *Carbohydrate Polymers*, 45(3), 253-267. [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(00\)00260-5](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(00)00260-5)
- Horwitz, W. (2000). *Official Methods of Analysis of AOAC International* (17th ed.). AOAC International.
- Huss, H. (1998). *Quality and Quality Changes in Fresh Fish*. FAO Fisheries Technical Paper No. 348.
- Juca Cedillo, R. D., & Pérez Portilla, A. P. (2010). Determination of lactose in milk by Fehling method and enzymatic method: comparison and validation. Tesis de grado, Universidad de Cuenca. <https://restdspace.ucuenca.edu.ec/server/api/core/bitstreams/1a29034a-829b-408d-9a75-a86b14f05ba5/content>
- Koestler, G., & Loertscher, W. (1929). Dr. N. Gerber's Acidbutyrometrie als wissenschaftliche Untersuchungsmethode für Milch. *Zeitschrift für Untersuchung der Lebensmittel*, 57, 48-59. <https://doi.org/10.1007/BF01772392>
- Kunz, C., & Lönnerdal, B. (1990). Human-milk proteins: analysis of casein and casein subunits by anion-exchange chromatography, gel electrophoresis, and specific staining methods. *American Journal of Clinical Nutrition*, 51(1), 37-46. <https://doi.org/10.1093/ajcn/51.1.37>
- Leroy, F., & De Vuyst, L. (2004). Lactic acid bacteria as functional starter cultures for the food fermentation industry. *Trends in Food Science & Technology*, 15(2), 67-78. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2003.09.004>
- Marshall, R. T. (1992). *Standard Methods for the Examination of Dairy Products* (16ta ed.). American Public Health Association.
- Matissek, R., Steiner, G., & Fischer, M. (2014). *Lebensmittelanalytik: Grundzüge, Methoden, Anwendungen* (5ta ed.). Springer Spektrum
- Mettler Toledo. (2025). pH Measurement of Meat. <https://www.mt.com/in/en/home/library/applications/lab-analytical-instruments/measurement-ph-of-meat.html>
- Nielsen, S. (2017). *Food Analysis* (5ta ed.). Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-45776-5>
- Nollet, L. (2007). *Handbook of Meat, Poultry and Seafood Quality* (2. Auflage). Wiley-Blackwell.
- Olafsdottir, G., Martinsdottir, E., Oehlenschläger, J., Dalgaard, P., Jensen, B., & Nilsen, H. (1997). Methods to evaluate fish freshness in research and industry. *Trends in Food Science & Technology*, 8(8), 258-265.
- Pearson, D. (1981). *The Chemical Analysis of Foods* (7th ed.). Churchill Livingstone.
- Skoog, D., Holler, F., & Crouch, S. (2017). *Principles of Instrumental Analysis* (7th ed.). Cengage Learning.
- Taylor, S. L. (2002). Sulfites in foods: Uses, analytical methods, residues, fate, exposure assessment, metabolism, toxicity, and hypersensitivity. *Advances in Food Research*, 44, 1-54.
- Toldrá, F. (2005). The role of muscle enzymes in dry-cured meat products with different drying conditions. *Trends in Food Science & Technology*, 17(4), 544-553. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2005.08.007>
- Toldrá, F. (2006). *Meat Biotechnology*. CRC Press.
- Toldrá, F. (2010). *Handbook of Meat Processing*. Wiley-Blackwell.

- Universidad de Murcia. (2023). Determinación de la calidad higiénica de la leche.
<https://www.um.es/web/innovacion/plataformas/ocw/listado-de-cursos/higiene-inspeccion-y-control-alimentario/practicas/calidad-higienica>
- Varnam, A. & Sutherland, J. (2001). *Milk and Dairy Products: Technology, Chemistry and Microbiology*. Springer.
- Vogel, A. I. (1987). *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis* (5th ed.). Longman.
- Vogel, A. I. (1989). *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis* (5th ed.). Longman Scientific & Technical.
- Walstra, P., Wouters, J. T. M., & Geurts, T. J. (2006). *Dairy Science and Technology*. CRC Press.
- Wang, S., & Copeland, L. (2013). Effect of acid hydrolysis on the structure and physicochemical properties of starches from different botanical sources. *Food Hydrocolloids*, 30(1), 254-263.
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2012.06.002>

Capítulo IV:

Otras técnicas de análisis

Motivación del capítulo

El análisis químico y bioquímico de materias primas y productos terminados requiere de técnicas específicas que permitan evaluar su composición, calidad y propiedades funcionales. En este capítulo, se presentan metodologías fundamentales para la determinación de parámetros clave como la actividad enzimática, el contenido de minerales, la energía calorífica y la presencia de compuestos nutricionales o antinutricionales. Cada técnica descrita se basa en principios científicos sólidos, respaldados por referencias bibliográficas especializadas, y sigue protocolos estandarizados que garantizan precisión y reproducibilidad. Desde la medición de la actividad ureásica –indicadora de la calidad en alimentos y suelos– hasta la cuantificación de colesterol –relevante en el ámbito nutricional–, estos métodos proporcionan herramientas esenciales para el control de calidad, la investigación y el desarrollo de productos. El capítulo incluye detalles sobre materiales, reactivos, procedimientos y cálculos, facilitando su aplicación en laboratorios analíticos. Además, se enfatiza la interpretación de resultados, vinculando los datos obtenidos con implicaciones prácticas en procesos industriales y evaluaciones de seguridad alimentaria.

Determinación de la actividad ureásica

La técnica para determinar actividad ureásica se basa en la capacidad de la enzima ureasa para hidrolizar urea en medio acuoso ($(\text{NH}_2\text{CO})_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{NH}_3 + \text{CO}_2$), donde el amoníaco liberado incrementa el pH del medio buffer fosfatado (0.05 M, pH inicial 7) (Mobley & Hausinger, 1989; Krajewska, 2009). El cambio de pH, medido exactamente a los 5 minutos tras incubación a 30 °C, es proporcional a la actividad enzimática, permitiendo cuantificarla comparativamente entre muestra y blanco (sin urea) (Bergmeyer, 1974; Dixon & Webb, 1979). Mientras, el tolueno añadido inhibe interferencias microbianas, siendo este método sensible para evaluar calidad en alimentos o suelos por su especificidad para detectar actividad ureásica residual (Kandeler & Gerber, 1988; Schinner et al., 2012).

Materiales

- Balanza analítica
- Espátula
- Tubos de ensayo
- Pipetas de 10 mL
- Baño maría
- pHmetro
- Cronómetro

Reactivos

- Solución buferada de fosfato 0,05 M: disuélvanse 3,403 g de fosfato monobásico (KH_2PO_4) en 100 ml de agua destilada. Disuélvanse 4,355 g de fosfato dibásico (K_2HPO_4) en 100 mL de agua destilada; combínense las 2 soluciones y afórese a 1000 ml con agua destilada y ajustar el pH a 7.
- Solución de urea: disuélvanse 15 g de urea en la solución antes preparada (úse solo 500 ml), añádanse 5 mL de tolueno para prevenir el crecimiento de mohos y ajústese el pH a 7.

Procedimiento

- Tómense 0,2 g de muestra en un tubo de ensayo.
- Añádanse 10 mL de solución buferada de urea.
- Tápese el tubo, mézclese suavemente e introdúzcase en baño maría a 30 °C.
- Prepárese el blanco pesándose 0,2 g de muestra en otro tubo y añadiéndose 10 mL de solución buffer fosfatada.
- Tápese, mézclese e introdúzcase igualmente en baño maría a 30 °C.
- Agítense ambos tubos a intervalos de 5 minutos durante la incubación.
- Retírense las muestras del baño maría antes de completar 30 minutos.
- Sepárese cuidadosamente el líquido sobrenadante.
- Léase el pH exactamente a los 5 minutos de haberse retirado del baño maría.

Nota: Mantener una diferencia de 5 minutos entre la muestra y el blanco

Interpretación de los resultados

El incremento en el pH tras el tratamiento térmico es un indicador clave de la intensidad del procesamiento aplicado: cuando no se aplica ningún tratamiento térmico se observa un incremento significativo de pH (1,80-2,10), mientras que un tratamiento térmico insuficiente («poco») produce un aumento moderado (0,20-1,79); un tratamiento adecuado («justo») resulta en un incremento mínimo (0,08-0,19), y un tratamiento excesivo prácticamente no altera el pH (menos de 0,05), demostrando que la intensidad del calor aplicado afecta inversamente la magnitud del cambio de pH, lo que permite utilizar esta relación como parámetro de control de calidad en procesos industriales.

Determinación de la energía calorífica

La determinación de energía calorífica mediante bomba calorimétrica se basa en el principio de conservación de energía, donde la combustión completa de una muestra (500 mg) en atmósfera de oxígeno a alta presión libera calor que es absorbido por una masa conocida de agua en el sistema (Atkins & de Paula, 2010). El incremento de temperatura ($\Delta t = t_2 - t_1$) medido con precisión mediante termómetro, junto con el equivalente calórico del agua (133.4 kcal/°C), permite calcular la energía liberada (Q) mediante la fórmula $Q = (\Delta t \times \text{Eq. calH}_2\text{O} \times 10)/\text{pm}$ (McQuarrie & Simon, 1999). Este método, estandarizado por la termodinámica clásica, asegura condiciones adiabáticas mediante agitación constante y control del flujo de oxígeno, donde la combustión completa se verifica cuando la temperatura alcanza su máximo (t_2) (Callen, 1985; Kittel & Kroemer, 1980). La previa desecación de crisoles elimina

interferencias por humedad, garantizando que el calor medido corresponda exclusivamente a la oxidación de la muestra (Harris, 2015). La técnica es fundamental para caracterizar el poder calorífico de combustibles y materiales orgánicos, relacionando directamente la energía liberada con su composición química (Speight, 2014).

Materiales

- Bomba calorimétrica
- Termómetro
- Balanza analítica
- Crisoles de aluminio
- Desecador
- Oxígeno

Procedimiento

- Deséquense los crisoles en estufa a 105 °C durante 30 minutos. Enfríense en desecador hasta alcanzar temperatura ambiente.
- Tómense 500 mg de muestra en los crisoles previamente preparados.
- Llénese con agua destilada hasta la marca indicada en la bomba calorimétrica.
- Agítese la mezcla y léase la temperatura inicial (t_1).
- Colóquese el crisol con la muestra en el equipo de medición.
- Ábrase el suministro de oxígeno y regúlese el flujo adecuadamente.
- Conéctese el encendedor a 220 V.
- Préndase la resistencia e iníciase la combustión de la muestra.
- Apáguese el encendedor una vez que haya iniciado la combustión.
- Continúese agitando el agua para mantenerse la uniformidad térmica.
- Espérese hasta consumirse completamente la muestra y ciérrese el suministro de oxígeno.
- Agítese periódicamente el agua para asegurarse la homogeneidad de temperatura.
- Espérese hasta alcanzarse la temperatura máxima (t_2) y regístrese este valor.

Cálculos

$$Q = \frac{\Delta t \times Eq. calH_2O \times 10}{m}$$

Donde,

Q = Energía calórica

Δt = Incremento de temperatura ($t_2 - t_1$)

Eq.calH₂O = Equivalente calórico del agua (133,4 kcal/°C)

m = masa de la muestra (g)

Determinación de calcio en materias primas y productos terminados

El método se basa en convertir el calcio presente en la muestra a una forma soluble mediante digestión ácida, seguido de su precipitación selectiva como oxalato de calcio en condiciones controladas de pH (Harris, 2015). El precipitado se disuelve posteriormente en medio ácido, liberando ácido

oxálico que se valora con permanganato de potasio en una reacción redox (Harris, 2015). La cuantificación se realiza mediante cálculos estequiométricos considerando la relación entre el permanganato consumido y el calcio presente (Harris, 2015). El control del pH durante la precipitación y los lavados adecuados del precipitado son críticos para garantizar la selectividad del método y minimizar interferencias (Harris, 2015). Esta técnica es ampliamente aplicable para determinar calcio en diversas matrices alimentarias e insumos, ofreciendo resultados confiables y reproducibles cuando se ejecuta con las debidas precauciones experimentales (Nielsen, 2017; AOAC International, 2019).

Materiales

- Balanza analítica
- Cápsula de porcelana
- Espátula
- Mufla
- Cocineta eléctrica
- Balón de aforo de 250 mL
- Probeta de 50 mL
- Pipeta de 25 mL
- Vaso de 600 mL
- Agitador magnético
- Embudo de filtración
- Papel filtro
- Bureta de 50 mL

Reactivos

- Ácido clorhídrico (1+3); disuélvase 10 mL de HCl con 30 mL de agua
- Indicador rojo de metilo
- Hidróxido de amonio (1+1) v/v
- Oxalato de amonio al 4,2 %: disuélvase 4,2 g en 100 mL de agua
- Hidróxido de amonio (1+50) v/v
- Ácido sulfúrico concentrado
- Permanganato de potasio 0,05 N estandarizado

Procedimiento

- Tómense 2,5 g de muestra en cápsula para cenizas.
- Llévese a incineración en mufla o utilícese el residuo de cenizas disponible; enfríese el material resultante.
- Añádanse 40 mL de HCl (1+3); hiérvase la mezcla.
- Enfríese el contenido. Transfírase cuantitativamente a balón de 250 mL, afórese y homogenícese.
- Tómese una alícuota (100 mL para cereales/derivados; 25 mL para harinas de pescado/alimentos minerales). Dilúyase con agua hasta 100 mL.
- Agréguense 2 gotas de rojo de metilo. Añádanse gotas de NH_4OH (1+1) hasta observarse viraje a tono naranja-amarillo-café.
- Neutralícese con HCl (1+3) hasta obtenerse coloración rosada. Dilúyase con 50 mL de agua. Hiérvase la solución.

- Incorpórese 10 mL de oxalato de amonio al 4,2 % bajo agitación constante.
- Ajústese el pH con ácido si se pierde la coloración rosada.
- Déjese precipitar durante 3 horas. Fíltrese el precipitado. Lávese con NH_4OH (1+50).
- Colóquese el papel filtro con precipitado en vaso de 600 mL conteniendo 125 mL de agua y 5 mL de H_2SO_4 concentrado. Calientese a 70 °C.
- Titúlese con KMnO_4 0,05 N estandarizado hasta punto final.

Cálculos

$$\text{Ca}(\%) = \frac{(2000 \times V \times N)}{M \times (100 - Hm)}$$

Donde,

V = Volumen de permanganato de potasio usado en la titulación.

N = Normalidad del permanganato de potasio.

M = Masa de la muestra en g.

Hm = Humedad de la muestra.

Determinación de cloruros

El método de Mohr para determinar cloruros se basa en la precipitación selectiva de iones Cl^- con AgNO_3 en medio neutro (pH 6,5-9), donde el punto final se identifica por la formación de Ag_2CrO_4 rojo (K_2CrO_4 como indicador), ya que el AgCl ($K_{ps} = 1.8 \times 10^{-10}$) precipita primero por su menor solubilidad versus el Ag_2CrO_4 ($K_{ps} = 1.1 \times 10^{-12}$) (Harris, 2015; Atkins & de Paula, 2010). El cálculo considera la estequiometría 1:1 $\text{Ag}^+:\text{Cl}^-$ y la estandarización previa del AgNO_3 con NaCl patrón, siendo clave el pH controlado para evitar interferencias y el lavado con agua caliente para eliminar solutos interferentes (Harris, 2015). Esta técnica ofrece una exactitud de $\pm 0,5 \%$ en matrices alimentarias (AOAC International, 2019; Nielsen, 2017).

Materiales

- Balanza analítica
- Espátula
- Papel filtro
- Embudo de filtración
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Cocineta eléctrica
- Pipeta de 2 mL
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético
- Luna de reloj

Reactivos

- Cromato de potasio (CrO_4K_2) al 2,5 %; disuélvase 2,5 g en 100 mL de agua.

-Nitrato de plata 0,1 N estandarizado; disuélvase 17 g de AgNO_3 en 1000 mL de agua y guárdese en frascos oscuros para protegerla de la luz (solución estándar)

-Solución de cloruro de sodio 0,1 N; séquese previamente una cantidad de cloruro de sodio en estufa a 120 °C por 15 minutos. Enfríese en el desecador y tómese 0,5846 g. Afórese a 100 mL con agua destilada. De esta solución, se toma una alícuota adecuada (10 mL), póngase unas gotas de indicador de cromato de potasio y titúlese con el nitrato de plata preparado.

Procedimiento

-Tómese 1 g de muestra.

-Colóquese la muestra en un papel filtro, y éste en un embudo de filtración.

-Realícese lavados sucesivos con agua destilada caliente hasta agotar las sustancias solubles (en una luna de reloj, déjese caer unas gotas del filtrado y añádanse unas gotas de nitrato de plata; si se vuelve lechoso, sígase lavando; caso contrario, continúese lavando).

-Enfríese el filtrado.

-Añádase 1 mL de cromato de potasio hasta obtener un color amarillo.

-Titúlese con AgNO_3 , 0,1 N estandarizado, hasta obtener un color rojo ladrillo.

Cálculos

$$\text{NaCl (\%)} = \frac{(V_{\text{AgNO}_3} 0,1 \text{ N} \times F \times \text{meqNaCl})}{m \times 100}$$

Donde,

V = Volumen de nitrato de plata, 0,1 N.

F = Factor de normalidad del AgNO_3 .

meq del NaCl = 0,005845.

m = Masa de la muestra (g).

Determinación de lisina disponible

La determinación de lisina disponible mediante el método colorimétrico se basa en la reacción específica del grupo ϵ -amino de la lisina con anhídrido propiónico (muestra B) para bloquear estos grupos, mientras que la muestra A (sin tratar) permite cuantificar la lisina total; ambas muestras reaccionan con el reactivo Udy (ácido 1,2-naftoquinona-4-sulfónico) que forma un complejo coloreado con los grupos amino libres, cuya absorbancia a 480 nm es proporcional a la concentración de lisina disponible (diferencia entre muestras A y B), utilizando acetato de sodio como buffer para mantener el pH óptimo (5,0) y el isopropanol como homogenizante (Harris, 2015). Los cálculos corrigen interferencias mediante factores empíricos derivados de curvas de calibración con estándares de referencia, permitiendo evaluar la calidad proteica en alimentos al medir específicamente la fracción de lisina no bloqueada y nutricionalmente accesible (Harris, 2015; Nielsen, 2017).

Materiales

-Balanza analítica

-Matraz Erlenmeyer de 250 mL

-Pipetas de 5 mL

- Agitador mecánico
- Bureta de 50 mL
- Balón de aforo de 50 mL
- Espectrofotómetro ultravioleta visible

Reactivos

- Reactivo colorante concentrado y de referencia
- Anhídrido propiónico
- Isopropanol
- Acetato de sodio trihidratado al 5%

Procedimiento

- Tómese una cantidad adecuada de muestra en matraces Erlenmeyer de 250 mL, identificándose como A y B (según criterio del último punto). Añádanse a cada uno 1 mL de isopropanol.
- Agítese lentamente hasta humedecerse completamente todas las partículas.
- Al matraz Erlenmeyer B, incorpórese 0,3 mL de anhídrido propiónico. Agítese y mézclese homogéneamente.
- Añádanse 4 mL de acetato de sodio al 5 % a ambos matraces Erlenmeyer. Tápanse y agítense vigorosamente.
- Colóquense en el agitador durante 15 minutos. Añádanse 40 mL de reactivo Udy a cada matraz Erlenmeyer.
- Agréguese 4,3 mL de acetato de sodio al 5 % a las muestras A y B. Agítense durante 60 minutos. Añádase 0.5 g de ayudante de filtración si se requiriere.
- Dilúyase 1,5 mL del filtrado en balón aforado de 50 mL con agua destilada hasta la marca.
- Léase la absorbancia a 480 nm, utilizándose como estándar el reactivo Udy de referencia (0,6 g/L).

Cálculos

Calcúlese la masa de la muestra de A de la ecuación de proteína:

$$W = \frac{A \times ws}{\%P \times (C - 0,630)}$$

Donde,

A = 88,5

ws = 0,120

% P = porcentaje de proteína

C = 1,32

La masa de la muestra B debe ser alrededor de 1,5 veces la masa de A

$$Lisina (\%) = 14,63 \left[\frac{(0,151 - 0,129 \times CA)}{W_A} - \frac{(0,151 - 0,129 \times CA)}{W_B} \right]$$

Donde,

CA = Concentración de A

W_A = Masa de A

CB = Concentración de B

W_B = masa de B

Determinación de ácido cianhídrico

La determinación de ácido cianhídrico (HCN) se basa en la destilación alcalina de la muestra para liberar el cianuro como gas HCN, el cual es atrapado en una solución acidificada de AgNO_3 0,02 N formando el complejo soluble $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ (Eaton et al., 2005). El exceso de AgNO_3 se titula luego con KSCN 0,02 N usando sulfato férrico amónico como indicador, donde el punto final (coloración roja por formación de $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$) permite calcular el contenido de HCN mediante la relación estequiométrica $1 \text{ mL AgNO}_3 \text{ 0,02 N} \equiv 0,54 \text{ mg CNH}$ (Harris, 2015; Skoog et al., 2014). Este método es sensible para detectar cianuros libres y complejos lábiles en matrices alimentarias y ambientales (Kolthoff & Sandell, 1963).

Materiales

- Balanza analítica
- Tamiz de malla #20
- Balón Kjeldahl
- Probeta de 100 mL
- Equipo de destilación completo
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético

Reactivos

- Nitrato de plata 0,02 N: Prepárese por dilución de una solución stock de AgNO_3 0,1 N (17 g/L), utilizando una dilución 1:5 con agua destilada libre de cloruros.
- Ácido nítrico concentrado (HNO_3)
- Sulfocianuro de potasio 0,02 N; disuélvanse exactamente 0.1942 g de KSCN (97,18 g/mol) en agua destilada y afórese a 100 mL.
- Indicador de sulfato férrico amónico; disuélvanse 35 g de $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ en 80 mL de agua destilada caliente. Añádanse 10 mL de HNO_3 concentrado hasta obtenerse una coloración amarilla estable. Afórese a 100 mL con agua destilada y fíltrese si es necesario.

Procedimiento

- Tómese entre 10-20 g de muestra homogeneizada (previamente pasada por malla #20).
- Colóquese la muestra en un balón Kjeldahl.
- Añádanse 100 mL de agua destilada y macérese durante 2 horas a temperatura ambiente.
- Incorpórense otros 100 mL de agua destilada.
- Instálese el equipo de destilación y destílese la mezcla.
- Recójase el destilado sobre 20 mL de AgNO_3 0,02 N previamente acidificado con 1 mL de HNO_3 concentrado.
- Asegúrese de que la punta del condensador permanezca sumergida en el líquido receptor durante toda la destilación.

- Destílense aproximadamente 150 mL de muestra. Fíltrese el destilado mediante papel filtro.
- Lávese el embudo con pequeñas porciones de agua destilada para recuperación cuantitativa.
- Titúlese el exceso de AgNO_3 0,02 N con KSCN 0,02 N, utilizando sulfato férrico amónico como indicador hasta aparición de coloración rojo-sangre persistente.

Cálculos

1 mL AgNO_3 0,02 N = 0,54 mg HCN

Determinación de amoníaco libre y combinado

El objetivo de esta determinación es medir la cantidad de nitrógeno básico volátil o amoníaco y sus sales de amonio por adición de óxido de magnesio (MgO) usando la destilación (AOAC International, 2016). La determinación de amoníaco libre y combinado se basa en la destilación alcalina con óxido de magnesio (MgO), que al elevar el pH (> 11) convierte las sales de amonio (NH_4^+) en amoníaco gaseoso (NH_3) según la reacción: $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- \rightarrow \text{NH}_3\uparrow + \text{H}_2\text{O}$ (Harris, 2015; Vogel, 1989), el NH_3 liberado es arrastrado por vapor y capturado en una solución valorada de H_2SO_4 0.1N, donde neutraliza el ácido ($2\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), y el exceso de H_2SO_4 se titula con NaOH 0.1N usando rojo de metilo como indicador (viraje rojo→amarillo en pH 4,2-6,3) (Skoog et al., 2017). El cálculo ($\text{mg NH}_3/100 \text{ g} = [(V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times N_{\text{H}_2\text{SO}_4}) - (V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}})] \times 17 \times 100/\text{peso muestra}$) considera el peso equivalente del NH_3 (17 g/mol) y expresa el resultado en mg por 100 g de muestra (Miller & Miller, 2010). Este método, aplicable a matrices alimentarias y ambientales, detecta tanto el NH_3 libre como el procedente de la descomposición térmica de compuestos nitrogenados, con sensibilidad de $\sim 0.1 \text{ mg NH}_3/100\text{g}$ (Matissek et al., 2018).

Materiales

- Balanza analítica
- Espátula
- Balón Kjeldahl
- Probeta de 100 mL
- Equipo de destilación completo
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético

Reactivos

- Óxido de magnesio libre de carbono (calcinado a 600°C por 2 horas)
- Indicador rojo de metilo al 1 %
- H_2SO_4 o HCl , 0,1 N estandarizados
- NaOH 0,1 N

Procedimiento

- Tómese 10 g de muestra homogeneizada.
- Colóquese en un balón Kjeldahl.
- Agréguese 100 mL de agua libre de CO₂.
- Añádase 1 g de óxido de magnesio.
- Recíbese el destilado en un matraz Erlenmeyer de 250 mL que contenga 10 mL de SO₄H₂ 0,1 N más 2-3 gotas de rojo de metilo.
- Conéctese al equipo de destilación.
- Destílese por 15 minutos luego de la ebullición de la muestra.
- Titúlese el exceso de amoníaco con NaOH 0,1 N hasta coloración amarilla.

Cálculos

$$NH_3 \text{ libre y combinado} = \frac{(V \times N_{H_2SO_4} - 0,017 \times 100)}{\text{Masa muestra (g)} \times 1000}$$

Nota

- El valor de 0,017 es el miliequivalente del NH₃.
- El resultado se expresa en mg de amoníaco por 100 g de muestra

Determinación de colesterol

El colesterol es un esteroide presente en tejidos animales y productos derivados, siendo un componente esencial de las membranas celulares y precursor de hormonas esteroideas y ácidos biliares (Nelson & Cox, 2017; Lehninger et al., 2018). Su cuantificación en alimentos es relevante para evaluar su calidad nutricional y seguridad, ya que un consumo excesivo se asocia con riesgos cardiovasculares (Steffel & Lüscher, 2014). La técnica se basa en la saponificación mediante hidrólisis alcalina (con KOH) de las grasas para liberar el colesterol de ésteres y otros lípidos, seguida de la extracción con disolventes orgánicos, donde el colesterol libre se separa con éter dietílico aprovechando su mayor solubilidad en fase orgánica (AOAC International, 2019; Christie, 2003). Luego se procede a la purificación mediante lavados sucesivos con soluciones alcalinas y ácidas para eliminar interferentes como ácidos grasos y pigmentos (Skoog et al., 2017). Posteriormente, el colesterol reacciona con bromo (Br₂) en medio ácido acético, generando derivados bromados que se oxidan con hipoclorito (NaOCl). Finalmente, se realiza una titulación yodométrica, donde el exceso de yodo liberado (de la reacción entre hipoclorito y yoduro) se valora con tiosulfato sódico (Na₂S₂O₃), usando almidón como indicador del punto final (viraje de azul a incoloro) (Harris, 2015; Vogel, 1989). Las reacciones químicas clave incluyen la saponificación de ésteres de colesterol, la formación de derivados bromados y la valoración redox con tiosulfato. Este método permite determinar con precisión el contenido de colesterol en alimentos para consumo humano y animal, asegurando el control de calidad en la industria alimentaria (AOAC International, 2019).

Materiales

- Balanza analítica
- Probeta de 100 mL
- Embudos de decantación de 500 mL
- Pipetas de 1, 5, 10, 25 y 50 mL
- Embudos de filtración
- Baño maría
- Bureta de 50 mL
- Agitador magnético
- Varillas para reflujo

Reactivos

- Hidróxido de potasio al 60 %: afórese 60 g de KOH con 100 mL con agua destilada
- Etanol
- Éter dietílico
- Hidróxido de potasio al 10 %: afórese 10 g de KOH con 100 mL de agua destilada
- Hidróxido de potasio, 2 M
- Ácido clorhídrico, 2 M
- Ácido clorhídrico, 6 M
- Bromo
- Ácido acético al 80 % (v/v)
- Cloruro de sodio
- Fosfato sódico
- Hipoclorito de sodio, 1 N
- Formiato sódico al 50 %
- Yoduro de potasio al 20 %
- Molibdato amónico al 5 %
- Tiosulfato sódico al 0,02 M
- Almidón al 1 %

Procedimiento

- Tómense 1-2 g de muestra en un matraz Erlenmeyer de 500 mL y añádanse 10 mL de KOH al 60 %.
- Colóquese en baño de agua caliente durante 3 horas; enfríese la mezcla después de este período a temperatura ambiente.
- Agréguese etanol y agítese; extráigase la solución tres veces con alícuotas de 50 ml de éter dietílico.
- Lávase la mezcla en un embudo de separación.
- Añádanse 100 mL de KOH al 10 %, agítese y sepárense las fases.
- Añádanse 50 mL de éter dietílico a la capa acuosa (inferior).
- Agítese, sepárense y combínense las capas de éter.
- Agítense las capas de éter combinadas con 25 mL de KOH, 2 M, 25 mL de HCl, 2 M y 2 veces con agua destilada.
- Deséquese la capa de éter con sulfato sódico (se coloca sulfato de sodio sobre un papel filtro en un embudo y pásese el éter).

- Lávese el sulfato sódico varias veces con éter dietílico; evapórese el éter a continuación.
- Añádase 2 mL de éter, asegurando que toda la fracción insaponificable quede en solución.
- Añádase 0,2 mL de bromo y déjese reposar en baño de hielo por 10 minutos.
- Añádase rápidamente 15 mL de ácido acético al 80 % y déjese otros 10 minutos en baño de hielo; fíltrese a través de papel filtro, lavando con ácido acético enfriado.
- Lávese tres veces con agua helada; lávese el filtro con 10 mL de metanol, 4 alícuotas de 5 mL de éter dietílico y 2 alícuotas de 5 mL de etanol.
- Añádase 1 mL de KOH al 10 % a la mezcla alcohol-éter y evapórese a sequedad.
- Añádase al residuo 50 mL de agua y neutralícese con HCL, 6 M.
- Añádase 10 g de cloruro de sodio, 3 g de fosfato sódico y 20 mL de hipoclorito de sodio, 1 N.
- Hiérvase, retírese del calor y añádase lentamente 5 mL de formiato sódico al 50 %.
- Enfríese rápidamente y añádase 100 mL de agua destilada, 5 mL de KI al 20 %, 2 gotas de molibdato amónico al 5 % y 25 mL de HCl, 6 M.
- Titúlese con tiosulfato de sodio, 0,02 M, usando solución de almidón al 1 % como indicador.

Cálculos

$$mg \text{ de colesterol} = 0,55 + (0,688 \times t)$$

Donde:

t = título

Cierre del capítulo

Las técnicas analíticas presentadas en este capítulo abarcan una amplia gama de aplicaciones, desde la evaluación de enzimas hasta la cuantificación de nutrientes y compuestos bioactivos. Su correcta ejecución no solo permite garantizar la calidad de los productos, sino también optimizar procesos industriales y cumplir con normativas regulatorias. La determinación de actividad ureásica, energía calorífica, calcio, cloruros, lisina disponible, ácido cianhídrico, amoníaco y colesterol demuestra la versatilidad de los métodos químicos y bioquímicos en el análisis de matrices complejas. Cada procedimiento, respaldado por fundamentos teóricos y referencias actualizadas, ofrece confiabilidad y exactitud, siempre que se sigan los protocolos con rigurosidad. Este capítulo proporciona herramientas metodológicas esenciales para profesionales e investigadores en química, bioquímica y tecnología de alimentos, contribuyendo al aseguramiento de la calidad y la innovación en la industria. La integración de estas técnicas en laboratorios de control y desarrollo permitirá obtener datos precisos que sustentan decisiones técnicas y científicas.

Referencias bibliográficas

- AOAC International. (2016). Official Methods of Analysis of AOAC International (20th ed.). AOAC International. ISBN 0935584544.
- AOAC International. (2019). Official Methods of Analysis (21st ed.). AOAC International.
- AOAC International. (2019). Official Methods of Analysis of AOAC International (Method 994.10: Cholesterol in Foods by Gas Chromatography). AOAC International.
- Atkins, P., & de Paula, J. (2010). Physical Chemistry (9th ed.). Oxford University Press.
- Bergmeyer, H. (1974). Methods of Enzymatic Analysis (Vol. 2). Academic Press.
- Callen, H. (1985). Thermodynamics and an Introduction to Thermostatistics (2da ed.). Wiley.
- Christie, W. (2003). Lipid Analysis: Isolation, Separation, Identification and Lipidomic Analysis (3rd ed.). The Oily Press.
- Dixon, M., & Webb, E. (1979). Enzymes (3rd ed.). Longman.
- Eaton, A., Clesceri, L., Rice, E., & Greenberg, A. (2005). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (21st ed.). American Public Health Association.
- Harris, D. C. (2015). Quantitative Chemical Analysis (9th ed.).
- Kandeler, E., & Gerber, H. (1988). Short-term assay of soil urease activity using colorimetric determination of ammonium. *Biology and Fertility of Soils*, 6(1), 68-72. <https://doi.org/10.1007/BF00257924>
- Kittel, C., & Kroemer, H. (1980). Thermodynamik. Oldenbourg Verlag.
- Kolthoff, I. M., & Sandell, E. (1963). Textbook of Quantitative Inorganic Analysis (3rd ed.). Macmillan.
- Krajewska, B. (2009). Ureases I. Functional, catalytic and kinetic properties: a review. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 59(1-3), 9-21. <https://doi.org/10.1016/j.molcatb.2009.01.003>
- Lehninger, A., Nelson, D., & Cox, M. (2018). Lehninger Biochemie (6th ed.). Spektrum Akademischer Verlag.
- Matissek, R., Steiner, G., & Fischer, M. (2014). Lebensmittelanalytik: Grundzüge, Methoden, Anwendungen (5th ed.). Springer Spektrum
- McQuarrie, D., & Simon, J. (1999). Physical Chemistry: A Molecular Approach. University Science Books.
- Miller, J. & Miller, J. (2010). Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry (6th ed.). Pearson Education.
- Mobley, H., & Hausinger, R. (1989). Microbial ureases: significance, regulation, and molecular characterization. *Microbiological Reviews*, 53(1), 85-108.
- Nelson, D., & Cox, M. (2017). Lehninger Principles of Biochemistry (7th ed.). W. H. Freeman and Company.
- Nielsen, S. S. (2017). Food Analysis (5th ed.). Springer.
- Schinner, F., Öhlinger, R., Kandeler, E., & Margesin, R. (2012). Methods in Soil Biology (2nd ed.). Springer.
- Skoog, D., Holler, F., & Crouch, S. (2017). Principles of Instrumental Analysis (7th ed.). Cengage Learning.
- Skoog, D., West, D., Holler, F., & Crouch, S. (2014). Analytische Chemie (deutsche Ausgabe). Springer.

- Speight, J. G. (2014). *The Chemistry and Technology of Coal* (3ra ed.). CRC Press.
- Steffel, J., & Lüscher, T. (2014). *Herz-Kreislauf* (2da ed.). Springer.
<https://doi.org/10.1007/978-3-642-55112-3>
- Vogel, A. I. (1989). *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis* (5th ed.). Longman Scientific & Technical.

ANEXOS**TABLA DE MASAS ATÓMICAS DE LOS ELEMENTOS QUÍMICOS**

Nombre	Símbolo	Número atómico	Masa atómica
Actinio	Ac	89	(227)
Aluminio	Al	13	269,81
Americio	Am	95	(234)
Antimonio	Sb	51	121,75
Argón	Ar	18	39,95
Arsénico	As	33	749,22
Astato	At	85	(210)
Azufre	S	16	32,04
Bario	Ba	56	137,34
Berilio	Be	4	90,12
Berkelio	Bk	97	(247)
Bismuto	Bi	83	208,98
Boro	B	5	10,81
Bromo	Br	35	79,91
Cadmio	Cd	48	112,40
Calcio	Ca	20	40,08
Californio	Cf	98	(249)
Carbono	C	6	1,2
Cerio	Ce	58	140,12
Cesio	Cs	55	152,91
Cloro	Cl	17	35,45
Cobalto	Co	27	589,33
Cobre	Cu	29	63,54
Cromo	Cr	24	51,99
Curio	Cm	96	(247)
Disprosio	Dy	66	162,50
Einsteinio	Es	99	(254)
Erbio	Er	68	167,26
Escandio	Sc	21	44,96
Europio	Eu	63	151,96
Estroncio	Sr	38	87,62
Estaño	Sn	50	118,69
Fermio	Fm	100	(253)
Fósforo	P	15	309,74
Flúor	F	9	189,98
Francio	Fr	87	(253)
Gadolinio	Gd	64	157,25
Germanio	Ge	32	72,59
Galio	Ga	31	69,72
Hafnio	Hf	72	187,49
Helio	He	2	40,03
Holmio	Ho	67	164,93
Hidrógeno	H	1	100,78

Hierro	Fe	26	55,85
Indio	In	49	114,82
Yodo	I	53	1,27
Iridio	Ir	77	192,22
Iterbio	Yb	70	173,04
Itrio	Y	39	88,91
Kriptón	Kr	36	83,80
Lantano	La	57	138,91
Litio	Li	3	6,94
Lutecio	Lu	71	174,97
Magnesio	Mg	12	24,31
Manganeso	Mn	25	549,38
Mendelevio	Md	101	(256)
Mercurio	Hg	80	200,59
Molibdeno	Mo	42	95,94
Neodimio	Nd	60	144,28
Neón	Ne	10	20,18
Neptunio	Np	93	(257)
Níquel	Ni	28	58,71
Niobio	Nb	41	92,91
Nitrógeno	N	7	1,4
Nobelio	No	102	-
Oro	Au	79	196,97
Osmio	Os	76	190,02
Oxígeno	O	8	160
Paladio	Pd	46	106,04
Plata	Ag	47	107,87
Platino	Pt	78	195,09
Plomo	Pb	82	207,19
Plutonio	Pu	94	(242)
Polonio	Po	84	(210)
Potasio	K	19	39,10
Protactinio	Pa	91	149,91
Praseodimio	Pr	59	140,91
Promecio	Pm	61	(147)
Radio	Ra	88	(226)
Radón	Rn	86	(222)
Renio	Re	75	186,02
Rodio	Rh	45	102,91
Rubidio	Rb	37	85,47
Rutenio	Ru	44	101,07
Samario	Sm	62	150,35
Selenio	Se	34	78,96
Silicio	Si	14	28,09
Sodio	Na	11	229,89
Talio	Tl	81	204,87
Tántalo	Ta	73	180,95
Tecnecio	Tc	43	(99)

Teluro	Te	52	127,60
Terbio	Tb	65	158,92
Titanio	Ti	22	47,90
Torio	Th	90	232,04
Tulio	Tm	69	169,92
Uranio	U	92	238,03
Vanadio	V	23	50,94
Wolframio	W	74	183,85
Xenón	Xe	54	131,30
Zinc	Zn	30	65,37
Zirconio	Zr	40	91,22

Los números entre paréntesis representan el isótopo radiactivo con el período de semidesintegración conocido. Todos los pesos atómicos están basados en la masa atómica del C_{12} .

Preparación de soluciones normales

Solución de hidróxido de sodio (NaOH), 0,1 N

Peso molecular = 40 g

Equivalente gramo = $40/1 = 40$ g

La masa correspondiente de NaOH se disuelve en agua y se afora a volumen, a decir:

40 g para preparar 1000 mL de una solución 1 N

4 g para preparar 1000 ml de una solución 0,1 N

Solución de ácido oxálico 0,1 N (patrón primario para normalizar el NaOH)

Peso molecular = 126 g

Equivalente gramo = $126/2 = 63$ g

La masa correspondiente de ácido oxálico ($COOH-COOH \cdot 2H_2O$) se disuelve en agua y se afora a volumen, a decir:

63 g para preparar 1000 ml de una solución 1 N

6,3 g para preparar 1000 ml de una solución 0,1 N

0,63 g para preparar 100 ml de una solución 0,1 N

En un vaso se toma 10 mL de ácido oxálico 0,1 N, se agrega 10 mL de agua destilada más 2 gotas de fenolftaleína. Desde la bureta se deja caer NaOH 0,1 N con agitación constante hasta color rosa persistente.

$$K_{NaOH} = V \times N \times K \left(\frac{\text{ácido oxálico}}{V \times N(NaOH)} \right)$$

Solución de ácido clorhídrico 0,1 N (HCl)

Peso molecular = 36,5 g

Equivalente gramo = $36,5/1 = 36,5$

Riqueza = 37 %

d = 1,19

$V = Pm/R \cdot d$

$$V = 36,5 / 0,37 \times 1,19 = 83 \text{ mL}$$

83 ml de HCl para preparar 1000 mL de una solución 1 N

8,3 ml de HCl para preparar 1000 mL de una solución 0,1

Solución de carbonato de sodio (Na_2CO_3) 0,1 N, patrón primario para normalizar la solución de HCl o H_2SO_4 0,1 N

Peso molecular = 106 g

Equivalente gramo = $106/2 = 53 \text{ g}$

Es importante secar previamente el Na_2CO_3 en una estufa a 105°C por 30 minutos, enfriar en desecador y pesar. Se coloca en un vaso 10 mL de Na_2CO_3 , 0,1 N, más 10 mL de agua y unas gotas de naranja de metilo. Desde la bureta se deja caer la solución de HCl o H_2SO_4 , 0,1 N, con agitación constante hasta el cambio de color de anaranjado a rojo, a decir:

53 g de para preparar 1000 mL de una solución 1 N

5,3 g de Na_2CO_3 para preparar 1000 mL de una solución 0,1 N

0,53 g de Na_2CO_3 para preparar 100 mL de una solución 0,1 N

Solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 0,1 N

Peso molecular = 98 g

Equivalente gramo = $98/2 = 49 \text{ g}$

Riqueza = 96 %

Densidad = 1,84

49 g para preparar 1000 mL de una solución 1 N

4,9 g para preparar 1000 mL de una solución 0,1 N

$$V = [\text{Eq-g} \times 100] / R \times d = [4,9 \times 100] / 96 \times 1,84 = 2,8 \text{ mL}$$

Solución de nitrato de plata, 0,1 N (para cloruros)

Peso molecular = 169,87 g

Equivalente gramo = $169,87/1 = 169,87 \text{ g}$

169,87 g para preparar 1000 mL de una solución 1 N

16,987 g para preparar 1000 mL de una solución 0,1 N

Este peso de nitrato de plata se disuelve y se afora a la marca con agua destilada y se guarda en un frasco ámbar.

Solución de cloruro de sodio 0,1 N (patrón primario)

Peso molecular = 58,45 g

Equivalente gramo = $58,45/1 = 58,45 \text{ g}$

58,45 g para preparar 1000 mL de una solución 1 N

5,845 g para preparar 1000 mL de una solución 0,1 N

0,5845 g para preparar 100 mL de una solución 0,1 N

Antes de tomar la masa el NaCl, este debe secarse previamente en estufa a 120°C por 30 minutos, enfriar y pesar. Se disuelve y se afora con agua a la marca. Con esta solución, se normaliza el nitrato de plata, se toma una alícuota de 25 mL de NaCl, 0,1 N, se añade unas 8-10 gotas de indicador cromato de potasio y se titula con el nitrato de plata hasta una coloración rojo ladrillo.

$$K \text{ AgNO}_3 = V_{\text{NK HCl}} a / V_{\text{N AgNO}_3}$$

Solución de KMnO_4 , 0,1 N (permanganato de potasio)

Peso molecular = 158 g

Equivalente gramo = $158/5 = 31,6$ g

31,6 g para preparar 1000 mL de una solución 1 N

3,16 g para preparar 1000 mL de una solución 0,1 N

Esta masa se disuelve y se afora a la marca con agua destilada. Para normalizar se usa el ácido oxálico como patrón primario, se toma una alícuota de 10 mL; se añade 3 ml de ácido sulfúrico concentrado y se titula con el KMnO_4 preparado hasta color rosa persistente.

$K \text{ KMnO}_4 = \text{VNK ácido oxálico} / \text{VN KMnO}_4$

Solución de tiosulfato de sodio, 0,1 N ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

Peso molecular = 248 g

Equivalente gramo = $248 \text{ g}/1 = 248$ g

248 g para preparar 1000 mL de una solución 1 N

24,8 g para preparar 1000 mL de una solución 0,1 N

Esta masa se disuelve y se afora con agua y se guarda en un frasco ámbar.

Solución de dicromato de potasio 0,1 N ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)

Peso molecular = 294 g

Equivalente gramo = $294/6 = 49$ g

49 g para preparar 1000 mL de una solución 1 N

4,9 g para preparar 1000 mL de una solución 0,1 N

Para normalizar el tiosulfato, se toma una alícuota de 10 ml de dicromato de potasio 0,1 N; se añade 2 g de yoduro de potasio y se coloca unos 10 minutos en la oscuridad, se agrega solución de almidón como indicador y se titula con el tiosulfato de sodio hasta que desaparezca el color del indicador.

$K \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \text{VNK K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 / \text{VN Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Solución de sulfocianuro de potasio (KSCN), 0,1 N

Peso molecular = 97 g

Equivalente gramo = $97/1 = 97$ g

97 g para preparar 1000 mL de una solución 1 N

9,7 g para preparar 1000 mL de una solución 0,1 N

0,97 g para preparar 100 mL de una solución 0,1 N

Esta masa se disuelve en agua y se afora a la marca. Para normalizarlo se utiliza alumbre férrico como indicador $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$ y se titula con el nitrato de plata 0,1 N normalizado.

Solución de yodo 0,1 N

Peso molecular = 127 g

Equivalente gramo = $127 \text{ g}/1 = 127$ g

127 g para preparar 1000 mL de una solución 1 N

12,7 g para preparar 1000 mL de una solución 0,1 N

1,27 g para preparar 100 mL de una solución 0,1 N

A este peso de yodo se agrega 2 g de yoduro de potasio (KI) y se disuelve y afora a la marca con agua. Para normalizarlo utilizamos solución de almidón

como indicador y titulamos con el tiosulfato de sodio normalizado y guardar en un frasco ámbar.

Preparación de indicadores

Rojo de metilo: Tómese 0,1 g de rojo de metilo en 60 mL de alcohol etílico y afórese a 100 mL con agua destilada.

Fenolftaleína: Tómese 1 g de fenolftaleína en 60 mL de alcohol etílico y afórese a 100 mL con agua destilada.

Azul de metileno: Tómese 0,1 g de azul de metileno en 100 mL de alcohol etílico.

Sulfato férrico amónico [$\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]: Tómese 35 g de sulfato férrico amónico, disolverlo en agua, agréguese 10 mL de ácido nítrico concentrado y afórese a la marca con agua destilada; a este indicador se lo conoce como «alumbre férrico».

Naranja de metilo: Tómese 0,1 g de naranja de metilo en 60 mL de alcohol etílico y afórese a 100 mL con agua destilada.

Solución indicadora de rojo de metilo-verde de bromocresol: Mézclese 1 volumen de solución alcohólica de rojo de metilo al 0,2 % con 5 volúmenes de solución alcohólica de verde de bromocresol al 0,2 %.

Cromato de potasio: Tómese 1 g de K_2CrO_4 (cromato de potasio), disuélvase en agua y afórese a la marca.

TABLA DE COMPOSICIÓN MEDIA DE LAS MATERIAS PRIMAS Y PRODUCTOS TERMINADOS

ALIMENTO	%M s	%P b	%G b	%F b	%C z	%eln	kcal/100 g	%C a	%P
Albaricoques	15	0,9	0,6	0,7	0,7	12,8	34	0,02	0,02
Alfalfa antes de la floración	19,8	4,1	0,7	4,6	2,1	8,3	434	0,48	0,07
Alfalfa verde media general	25,3	4,5	0,9	7,2	2,3	10,4	531	0,35	0,07
Apio	8	1,5	0,2	0,6	1	4,7	19	0,06	0,05
Arrocillo	90	12	13	3	1,2	60,8	2860	0,04	1,4
Arroz crudo	89	7	0,6	0,3	0,5	80,6	330	0,01	0,1
Atún enlatado	30,4	28,3	-	-	-	-	-	-	-
Avena	91,3	12,3	4,7	15,4	4,5	54,4	2620	0,1	0,35
Azúcar blanco	100	-	-	-	-	94,9	370	0	0
Azúcar crudo	99	0,2	0	0	2	97,3	360	0,07	0,02
Caballa fresca	28,6	20,1	-	-	-	-	-	-	-

Cacahuete (maní)	96	25	50	2,5	2,5	16	590	0,06	0,35
Camarón	21,6	19,2	-	-	-	-	-	-	-
Carne de bovino (media general)	39	18	20	0,9	18,1	-	220	0,06	0,22
Carne de cerdo (media general)	47	15,2	31	0,8	-	-	310	0,07	0,26
Carne cordero	42	15,6	25	0,8	0,6	-	300	0,08	0,22
Carne de pollo crudo	27	21	4	1	1	19	120	0,09	0,38
Carne ternera (media general)	32	19	12	1	-	-	190	0,07	0,31
Cebada	92	12,3	3,5	14,7	5,3	56,2	2840	0,05	0,32
Cebollas	10	1	0,1	0,6	0,6	7,7	31	0,03	0,035
Cema	89,9	15,5	4,2	8,9	6,2	55,1	1300	0,14	1,1
Cerezas	24	0,9	0,1	0,4	0,6	22	50	0,02	0,02
Cerezas	10	0,7	0,2	1,5	9,5	7,1	27	0,02	0,025
Champiñones	10	3	0,2	0,8	0,9	5,1	16	0,01	0,13
Choclo	29	3,5	1	0,7	0,7	23,1	100	0	0,11
Ciruelas	16	0,5	0,2	1,5	9,5	7,1	27	0,02	0,025
Clara (58% del total)	12	11	0,2	-	0,8	-	40	0,04	0,02
Col	9	2,5	0,3	0,8	0,7	4,7	26	0,06	0,05
Cola bebida	10	0	0	0	10	10	38	0	0,02
Coliflor	10	3	0,2	1	0,9	4,9	25	0,02	0,07
Espaguetis	90	12	1,5	0,3	0,7	75,5	340	0,02	0,14
Espárragos	8	2,5	0,1	0,7	0,6	4,1	22	0,02	0,06
Espinacas	8	2,5	0,3	0,6	1,5	3,1	15	0,11	0,06
Galletas ordinarias	95	6	19	0,1	1,5	68,4	440	0,08	0,09
Germen de trigo	88	25	9	2,5	4,5	47	350	0,06	1,2
Guisantes frescos	20	6	0,3	2	0,9	10,8	65	0,02	0,1

Pan de pasas	66,8	8,25	3,45	0,35	1,76	52,9 9	270	0,01	0,06
Pan integral	61,5	9,96	2,95	1,41	1,9	44,7 8	245	0,03	0,1
Patatas	21	2	0,1	0,5	0,9	17,5	75	0	0,05
Pavo crudo	36	20	15	1	0,9	19	215	0,01	0,25
Pepino	4	0,6	0,1	0,6	0,5	2,2	9	0,02	0,03
Peras	16	1,5	0,1	2,5	9,2	11	38	0,02	0,02
Pimienta	97	9	6	1	0,4	70,6	350	0,13	0,13
Plátanos	27	1	0,1	0,5	0,8	24,6	85	0	0,03
Polvillo de arroz de primera (cono)	90,9	12,5	13,5	12	13,5	39,4	1630	0,8	1,36
Polvillo de arroz de segunda (corriente)	90	7,4	4	18,5	16,4	43,7	1200	0,12	1,5
Remolacha	12	1,5	0,1	0,7	1	8,6	33	0,02	0,03 5
Salami	60	23	37	1	1,1	48	439	0	0,22
Salchicha de Bolonia	38	14,8	16	3,3	3,4	-	220	0,02	0,12
Sandía	9	0,6	0,1	0,5	8,5	8,6	37	0,01	0,02
Sardinas enlatadas	48	22	22	4	0	30	290	0,26	0,45
Soya integral tostada	90	37,9	18	5	4,6	24,5	3510	0,25	0,54
Tapioca	87	0,5	0,1	0,1	0,2	86,1	320	0,01	0,02 5
Tomates	6	1	0,1	0,5	0,5	3,9	16	0,01	0,02
Torta de soya	90,6	46,1	1	5,9	5,8	31,8	2240	0,3	0,66
Trigo	90,4	13,9	4,7	9	4,6	58,2	3250	0,44	0,39
Uvas	20	0,6	0,1	0,5	16	17,4	65	0,02	0,03
Vino blanco de mesa	15	0,1	0	0	0,2	14,7	75	0,01	0,01
Vino tinto de mesa	11	0,2	0	0	0,2	10,6	60	0	0,01 5
Yema (31 % del total)	52	17,5	32,5	-	2	-	333	0,14	0,5
Yogurt	12	4	2	0,7	5,3	5,3	50	0,13	0,1
Zanahorias	11	1	0,1	0,8	0,8	8,3	27	0,04	0,03

Sandra Córdova Márquez

Universidad Técnica de Machala
<https://orcid.org/0009-0004-3751-3325>
secordova@utmachala.edu.ec

Ingeniera en Alimentos por la Universidad Técnica de Machala (UTMACH, Ecuador). Magíster en Alimentos por la Universidad Técnica Particular de Loja (UTPL, Ecuador). Su trayectoria investigativa abarca a la química alimentaria e innovación tecnológica en procesos alimentarios. Cuenta con experiencia profesional en comercialización y mercadeo de productos alimenticios, control de calidad en industria camaronera y docencia universitaria e investigación aplicada (UTMACH). Es autora y coautora de publicaciones científicas indizadas. Sus líneas actuales de investigación incluyen la aplicación de tecnologías emergentes en alimentos, desarrollo de productos alimenticios innovadores y entomofagia y fuentes proteicas alternativas

Wilson Carrión Espinosa

Universidad Técnica de Machala
<https://orcid.org/0000-0002-2069-5634>
wcarrion@utmachala.edu.ec

Ingeniero en Alimentos por la Universidad Técnica de Machala (UTMACH, Ecuador), con especialización en análisis de alimentos. Magíster en Gestión de la Calidad y Seguridad Alimentaria por la Universidad del Azuay (Ecuador). Experiencia profesional como docente universitario en áreas de análisis de alimentos, seguridad alimentaria, proyectos alimentarios. Docente titular de la Facultad de Ciencias Químicas y de la Salud. Sus líneas de investigación están relacionadas con técnicas avanzadas de análisis de alimentos. Autor y coautor de varias publicaciones científicas indizadas.

Fabián Cuenca Mayorga

Universidad Técnica de Machala
<https://orcid.org/0000-0002-4760-1458>
fcuenca@utmachala.edu.ec

Ingeniero en Industrias Agropecuarias por la Universidad Técnica Particular de Loja (UTPL), Ecuador, Magíster en Protección Ambiental y Producción Agroalimentaria por la Universidad de Hohenheim (Alemania). Su trabajo académico se enfoca en el desarrollo de sistemas agroalimentarios sostenibles, optimización de la producción alimentaria, caracterización de materiales alimentarios e innovación en procesos de conservación e inocuidad alimentaria. Actualmente ejerce como profesor en la Facultad de Ciencias Químicas de la UTMACH, donde integra investigación aplicada con formación profesional.



ISBN: 978-9942-53-109-4

