

F
604.36
HER.



ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DEL LITORAL
INSTITUTO DE TECNOLOGIAS
PROGRAMA DE TECNOLOGIA EN ALIMENTOS
INFORME DE PRACTICAS
PROFESIONALES

PREVIO A LA OBTENCION DEL TITULO DE
TECNOLOGO EN ALIMENTOS

REALIZADO EN:

Corporación Jabonería Nacional S.A.
División Aceites y Grasas

AUTOR :

Verónica Hernández Alava

PROFESOR GUIA

M. Sc. Chanena Alvarado

PROFESOR SEGUNDA REVISION :

M. Sc. Claudia Icaza



AÑO LECTIVO
2000 - 2001
GUAYAQUIL - ECUADOR

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL
LITORAL**

INSTITUTO DE TECNOLOGÍAS

**PROGRAMA DE TECNOLOGÍA EN
ALIMENTOS**

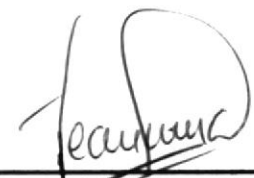
**Informe de Prácticas Profesionales
Previo a la obtención del Título de
Tecnóloga en Alimentos**

**Realizado en: Corporación Jabonería
Nacional S.A. *División Aceites y Grasas***

Autor: Verónica Hernández Álava



M.Sc. Chanena Alvarado
Profesora Guía



M.Sc. Claudia Icaza
Profesora Segunda Revisión

Año Lectivo
1999 - 2000

Guayaquil - Ecuador

Guayaquil, Mayo 12 del 2000.

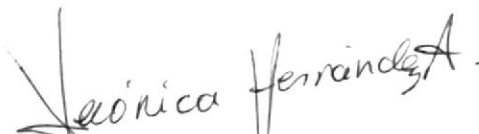
Ingeniera
Ángela Naupay
Coordinadora Programa de Tecnología de Alimentos
En su despacho.-

De mis consideraciones:

Por medio del presente comunico que yo, Verónica Denisse Hernández Álava, alumna de PROTAL con número de matrícula 04970299, he realizado las Prácticas Profesionales desde la fecha 2 de Diciembre de 1999 al 2 de Marzo del 2000, en la Corporación Jabonería Nacional S.A., División Aceites y Grasas, en el área del Laboratorio Central.

Solicito se proceda normalmente para la debida calificación del informe y se me asigne un profesor guía para las revisiones correspondientes del informe. Agradeciendo de antemano la atención prestada,

Atentamente,


Verónica Hernández A.
No. Matrícula 0497299





Corporación
Jabonería Nacional S.A.

Francisco de Marín, 102, Eloy Alfaro
Tel: 417025 Fax: 414507
Casilla: 09-01-0189
Guayaquil - Ecuador


Guayaquil, Marzo 10 de 2000

CERTIFICADO

Por el presente certifico que la Srta. VERONICA DENISSE HERNANDEZ ALAVA con C.I. # 090934258-6, realizó las Prácticas Profesionales desde el 2/Diciembre/1999 hasta el 2/Marzo/2000, desempeñándose como Asistente de Analista de Laboratorio de Control de Calidad; en la CORPORACION JABONERIA NACIONAL, División Aceites y Grasas.

Durante este tiempo el Srta. Veronica Hernandez se ha manejado con profesionalismo y sentido de responsabilidad en las tareas a ella encomendadas, observando además buena conducta en el cumplimiento de sus deberes.

Autorizo la utilización de este certificado según su conveniencia.


Dra. Mirella Urdiales Varas .
Jefe del Laboratorio de Control de Calidad

Indice

Resumen	I
Introducción	II
Descripción de las Labores Realizadas	III

Capítulo I **“Breve Descripción del Proceso de Envasado”**

<i>Introducción</i>	5
I.1 Elaboración de la Margarina	6
I.1.1 Diagrama de Flujo	6
I.1.2 Descripción del Proceso	7
I.1.2.1 Preparación de la Fase Acuosa	8
I.1.2.2 Preparación del Blend	9
I.1.2.3 Preparación de la Fase Oleosa	9
I.1.2.4 Formación de la Emulsión	9
I.1.2.5 Cristalización, Amasado y Envasado	10
I.2 Elaboración de la Manteca	11
I.2.1 Diagrama de Flujo	11
I.2.2 Descripción del Proceso	12
1.3 Preparación de Aceites	13
I.3.1 Diagrama de Flujo	13
I.3.2 Descripción del Proceso	14
I.3.2.1 Preparación de Aceite La Favorita	14
I.3.2.2 Preparación de Aceite La Favorita Light	14

Capítulo II **“Análisis Físico Químicos Realizados en el Laboratorio Central”**

II.1 Análisis a la Materia Prima	16
II.1.1 Recepción de Aceites Crudos Locales	17
II.1.2 Recepción de Aceites Crudos Importados	18
II.1.3 Recepción de Semillas	20
II.2 Análisis a Productos del Área de Envasado	21
II.2.1 Tanques de Almacenamiento y Blends	22
II.2.2 Producto Terminado	22

Capítulo III

“Técnicas de Análisis”

III.1	Determinación de Ácidos Grasos Libres	25
III.2	Determinación de Ceras	30
III.3	Contenido de Sólidos	32
III.4	Cloud Point	36
III.5	Determinación del Cold Test	39
III.6	Determinación del Color	41
III.7	Determinación de Humedad en Aceites	46
III.8	Determinación de Humedad en Margarinas	49
III.9	Determinación de Impurezas	52
III.10	Índice de Peróxido	54
III.11	Valor de pH	59
III.12	Análisis en Semillas	61
III.13	Índice de Refracción	64
III.14	Determinación del Contenido de Sal	67
III.15	Determinación del Slip Point	70
Conclusiones		73
Recomendaciones		74
Bibliografía		75

Anexos

RESUMEN

El presente informe detalla las labores realizadas durante el tiempo de prácticas profesionales realizadas en la Corporación Jabonería Nacional S.A. dentro del área de Laboratorio Central de la División Aceites y Grasas.

La mayoría de las funciones se refieren a los análisis realizados en el Laboratorio Central, y éstos se encuentran divididos en dos clases de análisis: los que se realizan para la recepción de aceites crudos y semillas, y los análisis del área de envasado, donde se preparan los diferentes productos alimenticios de la fábrica.

Los productos de la División Aceites y Grasas de la corporación se encuentran clasificados en tres categorías: aceites, mantecas y margarinas, y en el informe se podrá encontrar sus respectivos diagramas de flujo, sus procesos de elaboración, y de una manera más ampliada, incluyendo la frecuencia, los análisis realizados por el Laboratorio Central durante el procesamiento de éstos productos, desde la materia prima, que son los aceites y grasas refinadas, blanqueadas y desodorizadas enviados por el área de refinería, hasta los productos finales.

Se encontrará también que para realizar los análisis en estas dos áreas es necesario seguir un procedimiento debido a la implementación del sistema ISO 9002, los procedimientos para llevar a cabo los análisis a los diferentes tipos de muestras también se encuentran incluidos en el capítulo de Análisis Físico-Químicos Realizados por el Laboratorio Central.

Como parte importante se encuentra un capítulo dedicado a la descripción en detalle de cada una de las técnicas de análisis utilizadas por el Laboratorio Central, así como en los anexos se encontrarán los formatos de éstas mismas técnicas, así como algunos de reporte de resultados de análisis. Cabe recalcar que el Laboratorio Central de la División Aceites y Grasas de la Corporación Jabonería Nacional S.A. sólo realiza análisis físico-químicos.

INTRODUCCIÓN

Los aceites son parte necesaria de la dieta humana, y el hombre los ha consumido a partir de diferentes fuentes como auxiliar en la cocina, para mejorar sabor y para dar las características deseadas a sus alimentos preparados. Al igual que con otros alimentos, actualmente los aceites y grasas son transformados a diferentes presentaciones según el uso que se les desee dar, y los productos ofrecidos por la Jabonería Nacional, anteriormente, Fábrica de Aceites La Favorita, han sido líderes por muchos años en el mercado local.

La situación mundial actual, en el ámbito empresarial, es muy competitiva, lo que ha llevado a las compañías a ofrecer servicios y productos cada vez mejores y más asequibles al consumidor, para esto, debe adoptar normas y parámetros de control de calidad en todas las áreas de proceso y almacenamiento, con el fin de asegurar la calidad de los productos y la satisfacción del cliente.

La Corporación Jabonería Nacional S.A., División Aceites y Grasas, anteriormente llamada Fábrica de Aceites La Favorita, es la más importante productora de aceites y grasas comestibles del país. Cuenta con una larga trayectoria de manufactura, y un amplio espacio en el mercado con sus diferentes marcas: La Favorita, Bonella, Dorina, entre otras.

Un área importante de la fábrica de aceites y grasas es el Laboratorio Central, que realiza análisis físico-químicos para aprobar materia prima, y análisis del área de *Envasado*, donde se preparan a partir de las grasas y aceites refinados, los aceites, mantecas y margarinas. La transformación de los aceites crudos en aceites refinados, blanqueados y desodorizados está a cargo del área de *Refinería*, que cuenta con un laboratorio propio para realizar análisis físico-químicos durante su proceso.

Para sus controles, el Laboratorio Central utiliza diferentes métodos de análisis, como: UMA (Unilever Method of Análisis), AOCS (American Oil Chemists Society), y de algunos libros de análisis de aceites y grasas (Ver Anexos #3). El Laboratorio Central forma parte importante de la fábrica ya que se encarga de determinar el estado de materias primas, material en proceso de envasado y producto terminado. Todo con el fin de asegurar la calidad de los productos y satisfacer a nuestra razón de ser: el consumidor.

DETALLE DEL TRABAJO REALIZADO

Condiciones Contractuales

Al ser aceptada como practicante en el Laboratorio Central de la División Aceites y Grasas de la Corporación Jabonería Nacional fui entrevistada en primer lugar por la Jefa del mismo, quien tenía conocimiento que dentro del programa de estudios de la carrera de Tecnología de Alimentos están las prácticas profesionales, ya queha tenido buenas experiencias en la contratación de practicantes de PROTAL, se me comunicó que se me contrataría en calidad de practicante, pero con la opción de seguir trabajando en la compañía, según mi desempeño, al término de mis prácticas. Me aclararon que sería remunerada con un sueldo que sólo cubriría mis gastos de movilización y alimentación. Inmediatamente firmé un contrato con el Jefe de Personal para trabajar en la Corporación por 4 meses, a partir del 4 de octubre, de lunes a viernes, en horario de 8 de la mañana a 4 y media de la tarde, en caso de excederme de ese horario por necesidad de trabajo, las horas extras serían remuneradas.

Funciones como Asistente de Analista

- Realizar análisis de control de calidad a la materia prima, tanto aceites crudos como semillas (achiote) según el procedimiento para receptorlos, comparar los resultados con las especificaciones para cada material. Reportarlos a la persona pertinente (Jefe de Bodega), registrarlos en los formatos de análisis realizados, enviarlos y archivarlos. También llenar las Notas de Peso de la báscula de ingreso de materia prima, con los resultados de los análisis realizados.
- Realizar análisis de control de calidad a los productos del área de Envasado, ya sean productos en procesos o productos terminados, siguiendo el procedimiento para Analizar Muestras de Envasado, comparar los resultados con las especificaciones de los productos, reportar inmediatamente cualquier anomalía de los productos a la persona conveniente (Coordinador de envasado, Operador de línea, Jefe de Envasado), registrar los resultados en los formatos predeterminados (Ver Anexo #2), enviarlos a las áreas pertinentes y archivar las copias.

- Preparar reactivos para diferentes análisis realizados a diario, estandarizarlos, rotularlos y ponerlos a disposición de los analistas, tales como Hidróxido de sodio 0.1 N (determinación de acidez), tiosulfato de sodio 0.1 N, yoduro de potasio, mezcla acético-clorofórmica (determinación de peróxidos), Nitrato de plata 0.1 N (determinación de sal).
- Realizar otros análisis fuera de los rutinarios, solicitados por la gerencia, como muestras de materia prima que posiblemente la compañía podría comprar, producto en proceso y productos terminados de otros países; materiales con problemas en proceso; productos con reclamos de clientes, especialmente las mantecas y margarinas industriales que a su vez no tienen la actuación esperada en otros procesos (panificación, galletería, repostería), etc.
- Realizar análisis físico-químicos para determinar el estado de productos de la competencia para compararlos con los de la compañía, estos productos debían ser analizados en el momento de la compra, y guardados en pequeños envases para realizarles análisis de seguimiento mes a mes.

CAPÍTULO I

BREVE DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

Generalidades

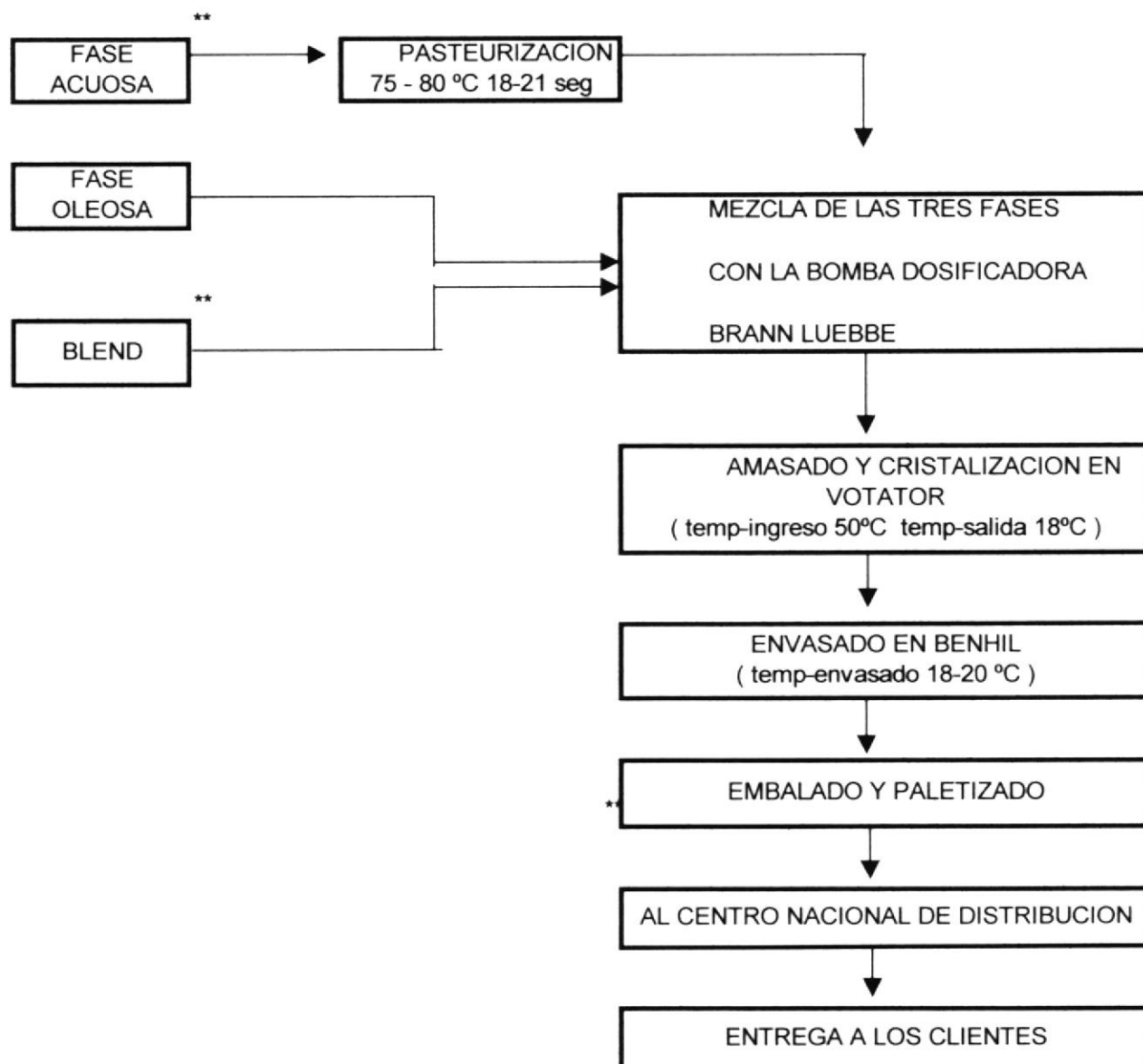
Los productos de la División Aceites y Grasas de la Corporación Jabonería Nacional se dividen en tres tipos: margarinas, mantecas y aceites, todos tienen también presentaciones especiales para industrias. Algunos tienen un proceso de preparación un poco complicada como la margarina, otros procesos de preparación consisten sólo en mezcla y envasado y en algunos casos sólo envasado, como el aceite La Favorita Maíz o Girasol, que están conformados 100% por aceite de maíz o 100% aceite de girasol. A esto se deberá que la descripción del proceso de aceites y mantecas sea muy breve.

El Laboratorio Central realiza análisis físico – químicos a los productos en proceso y productos terminados del área llamada *de envasado*, tales como aceites, mantecas y margarina. La materia prima de estos productos es los aceites y grasas refinadas, blanqueados y desodorizados por el área de Refinería, como se lo comentó anteriormente este proceso de refinado, blanqueado y desodorizado es controlado por la misma área, contando con un laboratorio propio encargado de los análisis físico – químicos.

A continuación se podrá encontrar los diagramas de flujo y descripción del proceso de cada producto, también se puede encontrar una breve introducción sobre el producto, su estructura, y sus ingredientes.

I.1 ELABORACIÓN DE LA MARGARINA

I.1.1 Diagrama de Flujo



** Análisis físico - químicos realizados por el laboratorio central

1.1.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

La margarina es un producto utilizado como sustituto de la mantequilla. Una margarina es un producto graso comestible, de consistencia plástica, constituido por agua, leche (o una mezcla de ambas), emulsionadas en grasa y/o aceites comestibles que no proceden de la leche. Para el procesamiento de la margarina se deben realizar tres preparaciones: la fase acuosa, el blend, que es la mezcla pura de los distintos aceites y grasas, y una fase oleosa, donde se mezclan los diferentes ingredientes y aditivos liposolubles.

En un comienzo, la preparación de la fase acuosa de la margarina incluía un proceso de maduración de la leche con un cultivo para lograr el grado de acidez necesario de la fase acuosa, ahora sin embargo, resulta más sencillo y económico añadir directamente el ácido láctico y leche en polvo a la fase acuosa. Esto ahorra tiempo y dinero, así como simplifica los procesos y es más fácil llevar un control en los parámetros de la fase acuosa de la margarina. En la fase acuosa se encuentra disueltas leche, sal, sorbato de potasio, ácido láctico y vitaminas hidrosolubles (complejo B). Una vez que se conforma la fase acuosa ésta es sometida a un pasteurizado con la finalidad de garantizar su grado alimenticio.

El blend, está conformado por aceites (soya, oleína) y grasas, (palma hidrogenada, aceite de pescado hidrogenado, palmiste), en porcentajes ya especificados por el Departamento de Desarrollo e Investigación. Los aceites y grasas que conformen un blend varían según la margarina a procesar, así como sus respectivas formulaciones.

La fase oleosa se encuentra conformada por algo de blend, emulsionantes, colorantes, lecitina, vitaminas liposolubles (A y D) y saborizantes propios de la margarina a elaborarse.

A continuación se describen los pasos para la preparación de una margarina:

I.1.2.1 Preparación de la fase acuosa:

- Se dosifica las cantidades predeterminadas de agua, sal, sorbato de potasio, leche en polvo, se somete a agitación. En este punto el operador (no el analista) realiza el análisis de concentración de sal y confronta el resultado con la siguiente tabla de especificación:

Concentración de Sal

PRODUCTO	MÍNIMO	MÁXIMO
BONELLA	13.5%	14
DORINA- FLORA	11	11.5

- Si en la confrontación de los resultados del análisis de concentración de sal existe una no-conformidad, se aplica una acción correctiva para alcanzar un porcentaje de sal que caiga dentro de las especificaciones. Por ejemplo,

Producto a procesar: Bonella

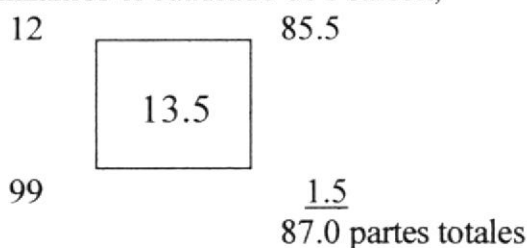
Resultado del análisis 12 % de sal

Cantidad de solución preparada: 800 Kg

Concentración de la sal: 99.0%

Concentración deseada: 13.5% de sal

Utilizamos el cuadrado de Pearson,



85.5 ----- 800 Kg

1.5 ----- x = 14.04 Kg de sal deben de ser añadidos

Inmediatamente después de realizada la corrección se vuelve a tomar una muestra y se realiza de nuevo el análisis. Se procede de igual manera si la concentración de sal está por encima de las especificaciones, pero utilizando la concentración del agua (0).

- Se realiza la pasteurización a una temperatura de 75 – 80°C. por 18 a 21 segundos Después se enfría hasta 5 a 7°C para entonces

dosificar el ácido láctico y el complemento alimenticio. En este punto se toma una muestra para determinar pH en el laboratorio central, el mismo que debe fluctuar entre 5 y 6. Si los parámetros no se cumplen se remite al Estándar Técnico de Proceso, éste indica que si el resultado está por encima del límite superior de control, se debe agregar de 100 a 200 g de ácido láctico, se agite por 10 minutos y se tome otra muestra para ser analizada. Si el resultado está por debajo del límite inferior, lo cual no ha ocurrido hasta ahora, más agua debe de ser añadida.

I.1.2.2 Preparación del blend (mezcla de aceites y/o grasas)

- Las fórmulas de preparación de los blend se basan en la regulación y modificación de fórmulas descritas por el Departamento de Desarrollo tanto para cada grasa (Palma, palmiste, estearina, oleina y palma hidrogenada) como para los productos terminados, para esto se hacen uso los resultados de los análisis (Ver capítulo 2) realizados a los tanques de almacenamiento por el laboratorio central.
- Se dosifica las cantidades en Kg de cada grasa y aceite desodorizado, se mezcla y se toma una muestra para enviar al laboratorio. Una vez que se dan los resultados se los confronta con las especificaciones y si estos:
 - ✓ Están dentro de las especificaciones se prosigue normalmente con el proceso.
 - ✓ Si están fuera de especificación, se procede a reformular y se manda esta nueva fórmula al laboratorio para que vuelva a ser analizada.

I.1.2.3 Preparación de fase oleosa

- Se dosifica una cantidad determinada de blend y se lo calienta hasta 80°C.
- Se dosifica el emulsionante a esta temperatura, se calienta hasta 90°C con agitación,
- Se dosifica la lecitina y seguidamente el colorante.
- Se dosifica el saborizante y las vitaminas.

I.1.2.4 Formación de la Emulsión

- La bomba Brann Luebbe es la que se encarga de tomar las cantidades exactas tanto de la fase acuosa, la fase oleosa, y del blend para unirlos y enviarlos a un tanque está provisto de

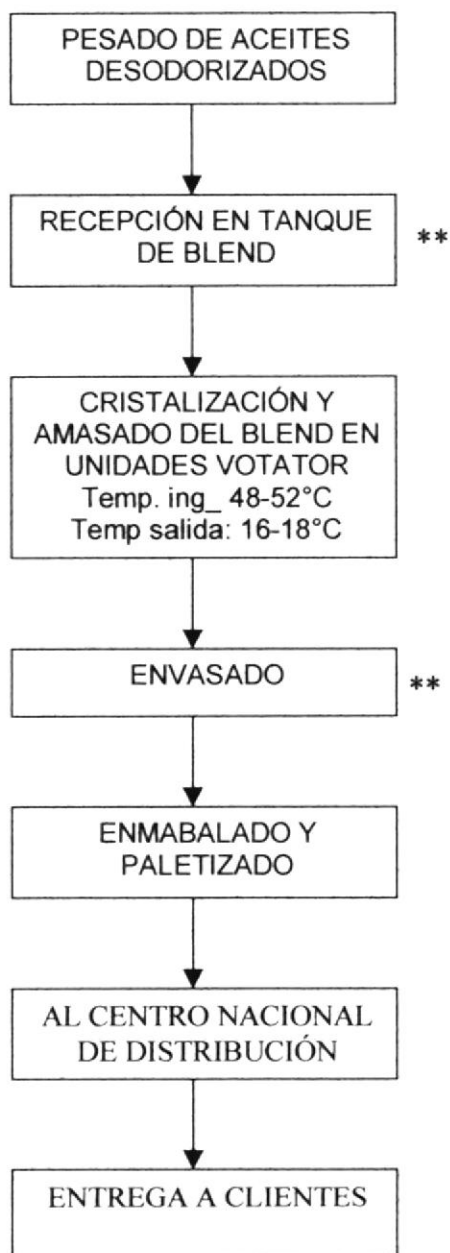
agitación constante. Este es un proceso continuo ya que cada parte que conforma la emulsión ha sido previamente preparada

I.1.2.5 Cristalización, Amasado y Envasado

- A partir de las tres partes preparadas, la fase acuosa, el blend, y la fase oleosa se prepara la margarina, para esto debe efectuarse las siguientes operaciones: dispersión de la fase acuosa en la oleosa, obtención de la emulsión, cristalización por enfriamiento y plastificación por amasado.
- Para la realización de este conjunto de operaciones se utiliza el procedimiento Votator que está conformado por unidades donde se aplica bajas temperaturas de entrada y salida de cada unidad, a la vez que hay agitación constante, de esta manera se logra la formación de la emulsión, la cristalización y la plastificación por amasado.
- A la salida del equipo Votator se procede a envasar el producto automáticamente con una máquina que tiene los pesos a llenar predeterminados.

I.2 ELABORACIÓN DE MANTECA

I.2.1 Diagrama de Flujo



** análisis fisico-químicos realizados en el laboratorio central

1.2.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

Las mantecas son mezclas de diferentes tipos de grasas y aceites refinados, blanqueados y deodorizados, a diferencia de las margarinas, éstas están compuestas sólo por grasas, no tienen una fase acuosa, y por esto su preparación es más sencilla que la de las margarinas, sin embargo para adquirir su consistencia deben pasar por un proceso de cristalización similar al de las margarinas.

Para la preparación de la manteca se deben seguir las siguientes operaciones:

- Preparación del blend
 - Cristalización por enfriamiento
 - Plastificación por amasado
- La preparación del blend es igual al de las margarinas, según los resultados de los análisis (Ver capítulo 2) de cada grasa y aceite (estearina, oleína, palma, pescado hidrogenado) se formula de acuerdo a las especificaciones provistas por el Departamento de Investigación y Desarrollo. De este blend se toma una muestra que es enviada al laboratorio para que se le realicen los análisis de: acidez, índice de peróxido, color, slip point, y contenido de sólidos.

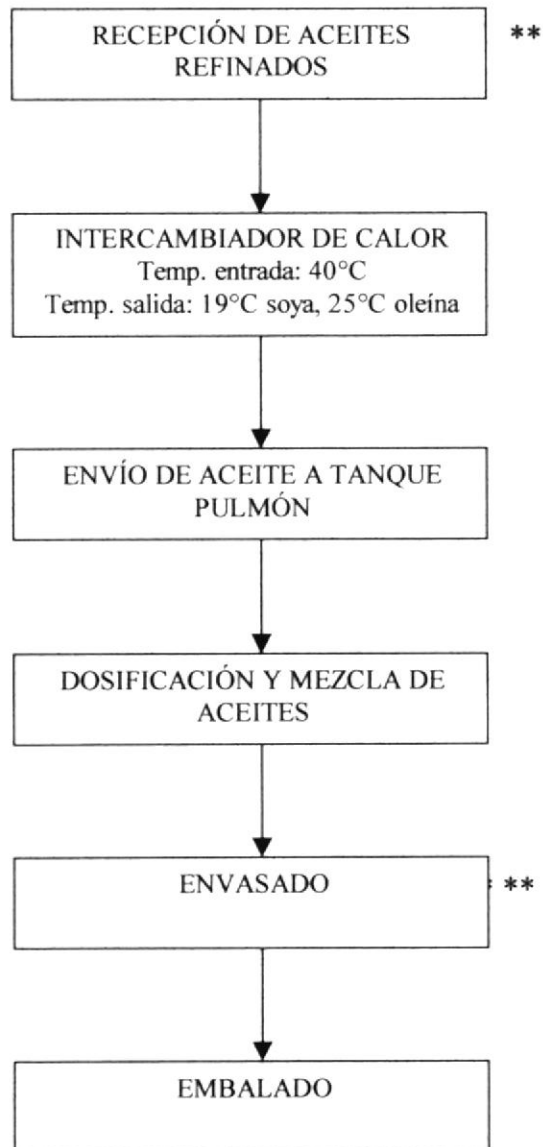
Una vez recibidos los análisis, si estos:

- ✓ Se encuentran dentro de especificaciones, se sigue normalmente con el proceso.
 - ✓ Se encuentran fuera de especificaciones, se procede a reformular el blend, se toma una nueva muestra y se analiza nuevamente.
- El blend es enviado al equipo de cristalización y amasado Votator, que por medio de la aplicación de diferentes temperaturas y agitación le dará la consistencia final al producto. Las condiciones del proceso, así como sus formulaciones son diferentes para cada producto y por eso son diferentes sus consistencias.

El producto terminado también es enviado a analizar, se toma una muestra por cada tanque de blend procesado.

I.3 PREPARACIÓN DE ACEITES

1.3.1 Diagrama de Flujo



** Análisis físico-químicos realizados en el laboratorio central

I.3.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

Dentro de los aceites que la Corporación ofrece al público se encuentran aceite vegetal La Favorita (mezcla de oleína y aceite de soya), La Favorita Light (100% aceite de soya), La Favorita Maíz (100% aceite de maíz), La Favorita Girasol (100% aceite de girasol), Aceite Criollo y Aceite Industrial (100 % oleína).

I.3.2.1 Preparación de Aceite La Favorita

- Se recibe la oleína y el aceite de soya del área de refinería en tres tanques de almacenamiento, dos destinados para la oleína y uno para el aceite de soya.
- Cada aceite pasa por un intercambiador de calor donde se baja la temperatura de la oleína a 25°C y del aceite de soya a 19°C, el medio refrigerante es agua helada.
- Los aceites pasan a dos tanques pulmones.
- Una bomba dosifica las cantidades de cada aceite según la formulación predeterminada a un tanque provisto de agitación.
- Se envía la mezcla de aceites a los tanques de las diferentes máquinas envasadoras de cada presentación: sachet (100 y 250 ml), ½ litro, 1 litro y 2 litros.
- Se empaacan las botellas en las cajas para la distribución.

I.3.2.2 Envasado de Aceite La Favorita Light, Maíz y Girasol

- Así también como la soya, el aceite de maíz y girasol se recibe del área de refinería en tanques de almacenamiento, cada uno destinado a un solo tipo de aceite, en el caso de la soya, éste aceite se recibe a diario ya que se lo utiliza no sólo para aceites sino también en la formulación de otros productos, pero en el caso del aceite de maíz y girasol, se lo recibe pocas veces al año, ya que las ventas no son tan altas.
- El aceite pasa por un intercambiador de calor donde se baja la temperatura 19°C, el medio refrigerante es agua helada.
- Una bomba envía directamente el aceite al tanque pulmón, de donde será enviado a las diferentes máquinas envasadoras de aceite.
- Se emban las botellas en cajas para su distribución.

En este proceso es importante llevar un control de los aceites de los tanques de almacenamiento ya que éstos son dosificados según las fórmulas a los tanques pulmones y de ahí envasados.

Aparte de los controles a los tanques de almacenamiento, también se le realiza análisis al producto terminado, una vez por turno por cada presentación. En caso de que los resultados no estén dentro de especificaciones, el analista de envasado se comunicará con el operador de aceites para comunicarlos y se proceda a reformular.

SECRETARÍA DE ECONOMÍA
ESTADOS UNIDOS MEXICANOS

CAPÍTULO II

ANÁLISIS FÍSICO – QUÍMICOS REALIZADOS EN EL LABORATORIO CENTRAL

II.1 ANÁLISIS A LA MATERIA PRIMA

Parte de los análisis llevados a cabo por el Laboratorio Central son los que se realizan a la materia prima, que son los diferentes aceites crudos y semillas (de achiote) utilizados dentro de la elaboración de los productos.

Dentro de los aceites crudos utilizados en la Corporación Jabonería Nacional S.A. se encuentran el de palma, soya, pescado, maíz, girasol y palmiste. Todos estos aceites y semillas deben cumplir con ciertos requisitos para que su compra sea aceptada, ya sean de origen nacional o importados, el visto bueno se lo da basándose en los resultados de los análisis del laboratorio.

Dentro de las funciones de analista de crudos se encuentra la recepción de muestras de materia prima que llega a diario, el análisis de las mismas, la comunicación de resultados, en caso de presentarse alguna anomalía en la materia prima debe comunicarla con la persona pertinente (bodeguero, jefe de refinería, jefe de laboratorio y/o gerente de planta) para que se tomen en conjunto las medidas más convenientes para la planta y el proveedor, se encarga también del reporte de resultados en los formatos correspondientes para ser enviados a las áreas pertinentes (bodega, refinería, etc.) y para su posterior archivo en caso de cualquier reclamo (ver anexos), así también se encarga de llenar las notas de peso correspondientes a los ingresos de materia prima y que deben ser enviadas al área de Compras de la corporación.

Para casi todas las operaciones en la planta se deben seguir procedimientos, en el caso del análisis de la materia prima se sigue el Procedimiento para: Receptar e Inspeccionar Aceites Crudos y Semillas. Este procedimiento se encuentra clasificado, codificado, controlado y a disposición del personal involucrado en el proceso de la compra de materia prima.

II.1.1 Recepción de Aceites Crudos de Compra Local

1. Cuando ingresa un tanquero con aceite crudo, se realiza un muestreo por parte de los ayudantes o auxiliares de bodega de materia prima y se envía al Laboratorio Central como **muestra inicial y una muestra rotulada Drenaje**, en botellas o tarrinas de polietileno, cantidad suficiente para análisis.
2. Esta muestra debe estar debidamente rotulada con una etiqueta adhesiva en la que debe constar:
 - ✓ Tipo de material
 - ✓ Nombre del proveedor
 - ✓ Número de guía o Placa del tanquero.
 - ✓ Fecha
3. El analista recibe la muestra y firma un registro que lleva la persona encargada de materia prima, para que de esta manera quede constancia de que la muestra ha sido recibida en condiciones aceptables (debe constar los mismos datos que en la etiqueta), para luego proceder a su respectivo análisis.
4. El analista de turno efectúa los siguientes análisis:

	PESCADO	PALMISTE	PALMA	
			DRENAJE	INICIAL
%ACIDEZ	X	X	--	X
%HUMEDAD	X	X	X	X
%IMPUREZAS	X	X	--	X

5. Se comunica inmediatamente los resultados y se anotan en el cuaderno de registro que lleva un ayudante al bodeguero de materia prima, para su aceptación y descarga del mismo.
6. Si los resultados obtenidos están dentro de las especificaciones establecidas, se le comunica su aceptación o rechazo al bodeguero de materia prima (o al encargado de la recepción), para que autorice el desembarque del camión.

En caso de que la muestra inicial **no cumpla con las especificaciones establecidas** se comunica al bodeguero de materia prima quién decidirá cómo proceder con la muestra.

7. Durante la descarga del tanquero que ingresa a la planta, se lleva al laboratorio una **muestra final** del aceite, para realizar los siguientes análisis:

	PESCADO	PALMISTE	PALMA
<i>%ACIDEZ</i>	X	X	X
<i>%HUMEDAD</i>	X	X	X
<i>%IMPUREZAS</i>	X	X	X
<i>COLOR*</i>	—	X	X
<i>I. REFRACCIÓN</i>	—	X	X

8. **Frecuencia de análisis:** Los aceites crudos de compra local son analizados cada vez que entre un tanquero con materia prima a la fábrica.

II.1.2 Recepción de Aceites Crudos Importados

1. Generalmente estos aceites llegan en buques o tanqueros y previamente envían su certificado de calidad. El muestreo, en el caso del buque se lo realiza en cada compartimiento del mismo, y en el caso del tanquero se procede de la misma manera que en la compra nacional de los aceites; la muestra se envía al laboratorio Central en botellas o tarrinas de polietileno en cantidad suficiente para análisis.
2. La muestra se rotula con una etiqueta adhesiva y lleva la siguiente información:

Buques:

- ✓ Tipo de aceite
- ✓ Nombre del buque o vapor.
- ✓ País de procedencia.
- ✓ Fecha
- ✓ Punto en donde fue tomada la muestra, sea ésta en estribor, babor, centro, número de tanque, etc.

Tanquero:

- ✓ Tipo de material
- ✓ Nombre del proveedor.
- ✓ Número de guía o placa del tanquero.
- ✓ Fecha.

3. Al aceite crudo importado que llega por Buque, el analista le realiza los siguientes análisis:

ANÁLISIS	SOYA	MAIZ	GIRASOL	PESCADO
% ACIDEZ	X	X	X	X
% HUMEDAD	X	X	X	X
% IMPUREZAS	X	X	X	X
COLOR (1")*	X	X	X	X
I. REFRACCIÓN	X	X	X	X
CERA (NTU)*	X	X	X	--
COLD TEST (0°C)*	X	X	X	--

*Parámetro de referencia

4. **Frecuencia de análisis:** Los aceites crudos importados son analizados por cada buque que llegue al puerto, y en caso que la materia prima llegue por tanquero, la frecuencia es por cada uno de ellos.

Especificaciones de los Aceites Crudos						
Parámetro	Maíz	Girasol	Palma	Soya	Pescado	Palmiste
Acidez (%)	0.0 -1.0	0.0 -1.0	0.0 - 5.0	0.0 - 0.8	0.0 - 3.5	0.0 - 5.0
Humedad (%)	0.0 - 0.8	0.0 - 0.8	0.0 - 1.0	0.0 - 0.8	0.0 - 1.0	0.0 - 1.0
Impurezas (%)	0.0 - 0.1	0.0 - 0.1	0.0 - 0.5	0.0 - 0.2	0.0 - 0.2	0.0 - 0.2
Color (Amarillo, Rojo, Celeste)	30.0 A 3.0 R 0.0 C	30.0 3.0 0.0	38.0 38.0 0.0	40.0 4.0 0.0	-----	50.0 5.0 0.0
I. Refracción	1.4720	1.4729	1.4570	1.4727	-----	1.4492
Cera (NTU)	Max 1	Max. 1	-----	-----	-----	-----
Cold Test (horas negativo)	12hoo	12h00	12h00	12h00	12h00	12h00

II.1.3 Recepción de Semillas

1. La muestra se lleva en fundas de polietileno en cantidad suficiente para análisis, rotulada con una etiqueta adhesiva en la cual constan los siguientes datos:
 - ✓ Tipo de Semilla
 - ✓ Nombre del proveedor
 - ✓ Fecha de muestreo
2. La muestra de semilla de Achiote se envía al Laboratorio Central rotulada como **muestra inicial**, y el analista realiza los siguientes análisis:
 - ✓ Humedad (%)
 - ✓ Impurezas (%)
 - ✓ Granos Dañados (%)
 - ✓ Concentración del Color *

**Parámetro de referencia*
3. Si los resultados obtenidos están dentro de las especificaciones establecidas, se le comunica al bodeguero de materia prima (o al encargado de la recepción), para que autorice el ingreso del camión a la planta.

<i>Parámetro</i>	Semilla de Achiote
Humedad (%)	Máximo 14
Impurezas (%)	Máximo 1.4
Granos Dañados(%)	Máximo 1.0
Color Extracto (A-R-C-)	Mínimo 70.0 A – 70.0 R – 0.0 C
Color Producto Terminado	Mínimo 33.0 A – 33.0 R – 0.0 C

II.2 ANÁLISIS DEL ÁREA DE ENVASADO

Otros análisis realizados en el Laboratorio Central son los llamados de “Envasado”, esta área así llamada es la que prepara los diferentes productos de la fábrica, como son los aceites, mantecas y margarinas. Por lo tanto los análisis corresponden a los que se realizan a los productos, durante y después de preparados.

El área de Refinería provee al área de Producción de aceites y grasas desodorizadas como materia prima para los diferentes productos; dichos aceites son depositados en los llamados Tanques de Almacenamiento, los cuales son hechos un muestreo cada 8 horas, para sus respectivos análisis físico – químicos, organolépticos y comprobar su conformidad con las especificaciones.

Una vez que estos tanques son aprobados, se procede a efectuar formulaciones y a envasar productos de acuerdo al plan de producción. En el proceso de envasado también se llevan muestras con frecuencia al laboratorio de control de Calidad dependiendo de cada marca de producto y presentación.

En caso que un tanque de almacenamiento, blend, producto terminado no esté dentro de las especificaciones determinadas, aparte de registrar la información, se comunica telefónicamente al operador de la línea el resultado del análisis, quien en conjunto con el coordinador de turno tomará la acción correctiva necesaria (reformular, devolver el material, reprocesar) sobre la materia prima, el producto en proceso o el producto terminado.

Al igual que para los análisis de materia prima, en el caso de las muestras del área de envasado también se encuentra escrito un procedimiento por el cual se deben de guiar tanto los analistas como las personas encargadas de hacer un muestreo y formular los productos, el procedimiento a seguir también se encuentra codificado, controlado, y clasificado

II.2.1 Para Analizar los Tanques de Almacenamiento y Blends

- a) El técnico – operador de turno es el responsable de enviar a una persona a hacer un muestreo de cada uno de los tanques de almacenamiento de aceites y grasas refinadas, blanqueadas y desodorizadas; blend (mezclas de aceites y grasas para margarinas y mantecas) y producto terminado, los cuales son debidamente rotuladas y enviadas al laboratorio Central para sus respectivos análisis, en cantidad suficiente.
- b) Las muestras son recibidas por el analista o auxiliar de turno.

Especificaciones de los Tanques de Aceites y Grasas Desodorizados							
	Acidez	I. Peroxido	Color	Cloud Point	Cold Test	Slip Point	Cera
Soya	0.03 %	0.5 meq	5.0 A-0.5R 0.0C	---	---	---	---
Oleína	0.03 %	0.5	30.0 A- 3.0R - 0.0C	5.0°C	4 hs negativo	---	---
Palma	0.03 %	0.5	30.0 A - 3.0R - 0.0C	---	---	39.0°C	---
Palmiste	0.03 %	0.5	25.0 A- 2.5R - 0.0C	---	---	28.0°C	---
Estearina	0.03 %	0.5	30.0A - 3.0R - 0.0	---	---	45.0°C	---
Maíz	0.03 %	0.5	25.0 A- 2.5R - 0.0C	---	---	---	1ntu
Girasol	0.03 %	0.5	25.0 A- 2.5R - 0.0C	---	---	---	1

*En el caso de los aceites a los que se analiza ceras, La Favorita Maíz, Girasol.

II.2.2 Para Analizar los Productos Terminados

Aceites.-

Presentación: botella, sachet, funda.

Cuando se envasa en fundas (20 o 1000 litros), se recibe la muestra en tarrinas con cantidad suficiente para análisis (aproximadamente 500 g).

Frecuencia de control: Una muestra en cada turno, por presentación o cuando se cambia de formulación. Se realizan los análisis según la Tabla 1

Especificaciones de Aceite							
Acidez (%)	Humedad (%)	Impurezas (%)	I. Peróx. (meq)	I. Refr. (°C)	C. Test (hs neg)	Color (A-R-C)	Cera* (NTU)
0.03	0.10	0.0	0.6	1.4686	12h00	30.0 3.0 0.0	1

*En el caso de los aceites a los que se analiza ceras, La Favorita Maíz, Girasol.

Margarinas.-

De mesa: Bonella, Dorina y Flora.

Industrial: Marva, Cremapan, Margarina Industrial, Panteca – Grasapan, Hojaldrina – Pastelpan.

Frecuencia de control: Dos muestras cada dos horas:

- Una para el análisis físico-químico en el laboratorio central: al inicio de cada turno se le realizan todos los análisis descritos en la Tabla #1, luego de dos horas si es la misma parada, sólo se analiza humedad y sal, si es distinta parada se analiza humedad, sal, acidez y pH.
- Otra para análisis microbiológico.

Especificaciones (Ver Anexo No. 1)

Manteca.-

La Favorita

Industriales: Tipo B – Mantepan Costa, Tipo C – Mantepan sierra.

Especiales: Tipo K, L.

Frecuencia de Control: Una muestra para análisis en el laboratorio por tanque de blend .procesado.

Especificaciones de la Manteca								
Acidez (%)	Humedad (%)	Slip Point	I. Peróx. (meq)	Contenido de Sólidos				
				N10	N20	N30	N35	N40
0.03	0.10	0.0	0.6	42.0 a 46.0	28.0 a 32.0	14.0 a19.0	6.0 a 10.0	1.5 a 4.5

TABLA
Parámetros de Control de los Productos Terminados

PARÁMETROS	ACEITE	MARGARINA	MANTECA	TANQUE ALMACEN. Y BLEND	FASE ACUOSA
Humedad (%)	X	X	X	-	-
Sal (%)	-	X	-	-	X
I. Perox (meq)	X	X	X	X	-
Acidez (%)	X	X	X	X	-
pH	-	X	-	-	X
*Slip Point	-	X	X	X	-
C. Sólidos(%)	-	X	X	X	-
Color (5 1/4")	X	-	X	X	-
C. Point	-	-	-	X (POf)	-
Impurezas	X	-	-	-	-
I. Refracción	X	-	-	X	-
C. Test	X	-	-	-	-
Cera (NTU)	X ¹	-	-	X ¹	-
Microbiol.	-	X	-	-	X

* Parámetro referencial

X¹

Cuando el aceite es de Maíz o Girasol

X¹Cuando el análisis es solicitado

Notas:

-Tanques de almacenamiento y blends: sólo se determina Índice de Refracción a los aceites de Soya, Oleína, maíz y Girasol y no se le determinan Slip Point ni Contenido de Sólidos.

- No se realiza el análisis de Peróxido a los productos terminados, si previamente se determinó ese parámetro al tanque de almacenamiento o blend y este dio como resultado negativo.

CAPÍTULO III TÉCNICAS DE ANÁLISIS

III.1 Determinación de Ácidos Grasos Libres (Acidez)

Aplicación

La cantidad de la solución de hidróxido de sodio consumido es una medida de la acidez de un aceite o grasa, la cual puede ser expresada como:

- Valor de acidez, el cual es definido como el peso en mg de hidróxido de potasio requerido para neutralizar la acidez de 1 g de aceite o grasa (método UMA 0005, 0006 y 0040) (Ver Notas)
- Contenido de ácidos grasos libres, el cual es calculado como porcentaje por peso o ácidos grasos de peso molecular específico, de acuerdo al tipo de aceite o grasa en investigación. Normalmente se toma el ácido oleico con un peso molecular de 282. En un número de casos se utiliza un peso molecular promedio, más apropiado al número del aceite o grasa. En cada informe, la base debe de ser declarada claramente.

Concepto

El porcentaje de ácidos grasos libres es la cantidad de hidróxido de sodio necesario para neutralizar el ácido en el aceite, calculado por el peso de ácidos grasos de peso molecular específico.

Fundamento

La grasa es disuelta en un solvente adecuado, luego es titulada con solución de Hidróxido de sodio .

Reactivos y Materiales

- SOLVENTE: Etanol (alcohol potable), se **neutraliza** antes de su uso con OH Na 0.1 N, usando como indicador fenolftaleína al 1% en alcohol, hasta un ligero color rosado.
- HIDROXIDO DE SODIO: solución acuosa 0.1 N , exactamente estandarizada.
- INDICADOR: Azul alcalino 6B, solución de 1% en etanol al 96%. (Ver notas)

Equipos

BALANZA DIGITAL ELECTRICA: con decimales 0,01.
FIOLA O BALON: con capacidad de 200-250 ml.
HORNILLA ELECTRICA: ó plancha eléctrica.

BURETA: de 25 - 50 ml. de capacidad ó buretas automáticas.

Procedimiento

1. Elección del peso del aceite y normalidad de la solución NaOH

El peso del aceite y normalidad del titulante son escogidos de acuerdo al esquema siguiente:

ACEITE	PESO DE MUESTRA(g)	PRESICION (mg)	Normalidad del álcali
ACEITES ACIDOS Y ACIDOS GRASOS	4	5	0.5
CRUDO	10	10	0.1
REFINADO	20	10	0.1
DEODORIZADO	40	5	0.1

2. Preparación de la muestra

Disolver la grasa o aceite en 50 ml. del solvente neutro, si es necesario, por calentamiento suave.

3. Análisis

Titular mientras se agita, utilizando como indicador azul alcalino 6B (Ver notas)

Cálculos y Expresión de los Resultados

%FFA= porcentaje de ácidos grasos libres (% acidez)

W = peso de la muestra (en g.)

V = volumen de OH Na 0,1N usados (en ml.).

N = Normalidad del OH Na

M = miliequivalente del peso molecular de los ácidos grasos.

$$\% \text{ FFA} = \frac{V \times N \times M}{W} \times 100$$

Ejemplo:

Muestra de aceite crudo de palma

W= 10.02 g

V= 11,89 ml

N= 0.1002

M= 0.256

$$\% \text{ FFA} = \frac{11.89 \times 0.1002 \times 0.256 \times 100}{10.02}$$

$$\% \text{ FFA} = 3.63$$

En este caso, la muestra, que es una materia prima, sería aprobada para ser recibida en la planta ya que el resultado está dentro de las especificaciones.

Normalmente se asume un peso molecular de 282. Para prácticas de refinería (ver notas), tome un peso molecular de:

ACEITE O GRASA	PESO MOLECULAR DE LOS ACIDOS GRASOS
SOYA	282
PALMA	256
PALMISTE	200
PESCADO	282

Expresión de los Resultados

En el informe de análisis el peso molecular debe ser claramente mencionado. El FFA obtenido debe ser expresado como sigue:

- Contenidos de FFA menores al 5%, al 0.01% más cercano.
- Contenidos de FFA entre 5 – 10%, al 0.05% más cercano
- Contenidos de FFA mayores de 10%, al 0.1% más cercano.

Notas y Casos Especiales

- De acuerdo a una convención internacional, la acidez de grasas comestibles a veces es expresada en ml de solución de hidróxido de sodio 0.1 mol/l por cada 100 g de grasa. En algunos laboratorios, especialmente de fábricas de jabón, la acidez es expresada en g de Na_2O necesarios para la neutralización de ácidos grasos libres en 100 g de aceite o grasa (1 ml de solución 0.1 mol/l de hidróxido de sodio contiene 0.0031 g Na_2O).
- En lugar de una mezcla de volúmenes iguales de etanol y éter dietílico, se pueden utilizar como solvente volúmenes iguales de etanol y tricloroetileno. El etanol no debe ser desnaturizado con piridina ya que ésta tiene una fuerte acción neutralizadora. Debe tenerse en cuenta que los solventes clorados, como el tricloroetileno, puede formar algo de ácido clorhídrico.
- Puede ser requerimiento doméstico o legal que se use como indicador una solución al 1% de fenolftaleína en etanol al 95%, en lugar al azul álcali 6B.
- El peso molecular principal de los ácidos grasos libres no siempre corresponde con aquel de los ácidos grasos totales debido a una división preferencial. Por lo tanto los valores mencionados sólo sirven como una guía.

M. B. TORRES
M. J. GARCÍA
M. J. GARCÍA

- Entre los varios métodos oficiales (internacionales como nacionales) generalmente existen diferencias entre el medio de titulación aplicado y también en la temperatura a la cual toma lugar la titulación. Esto aparece de la siguiente investigación:

	Medio de Titulación	Temperatura de titulación
IUPAC 2.201 (ver 16)	Etanol – eter (1:1)	Temp. Ambiente
AOCS Ca 5 ^a -40 (ver 16)	Etanol	60 – 65 °C
BS 684 (ver 16)	Etanol	Temp. Ebullición
DGF C-V 2 (ver 16)	Etanol – eter (1:1)	Temp ambiente
NEN 6333 (ver 16)	Etanol – eter (1:1) ó Etanol – benceno (1:1)	Temp.ambiente

Originalmente se utilizaba comúnmente el etanol como medio de titulación. El uso de etanol, sin embargo, tiene la desventaja de que los aceites y grasas sólo son ligeramente solubles en etanol, haciendo necesario el calentamiento y la agitación violenta durante la titulación. Más aún, los mono y diglicéridos, presentes en el aceite de palma, son saponificados a la alta temperatura de titulación y también hay una posibilidad de que una pequeña cantidad de los ácidos grasos más volátiles, como en el aceite de coco, se escapen.

Una ventaja del uso de etanol es que en los productos oscuros el cambio de color puede ser evaluado en la capa de etanol después de la separación de la capa de grasa.

La aplicación de solventes mezclados involucra un mejoramiento del método, así como tiene la gran ventaja de que, generalmente, la grasa es disuelta completamente, lo cual hace posible la titulación a temperatura ambiente.

Si se va a determinar el valor de acidez de productos oscuros, debe utilizarse un indicador fluorescente. En las transacciones comerciales debe aplicarse un método acordado mutuamente.

- El tiempo de calentamiento de la muestra no debe ser largo, ni esperar que la muestra hierva.

- Para obtener resultados más exactos, particularmente si la acidez es baja (es decir, por debajo del 0,1 %), el cambio de color debe observarse en la capa superior o alcohólica, después de dejar reposar la muestra el tiempo suficiente para dar lugar a la separación (30 seg.).

- En muestras de color oscuro, cuando se va a determinar la acidez libre, el mejor procedimiento a seguir es reducir el tamaño de muestra todo lo posible, para minimizar el efecto de interferencia del color y observar el cambio de color del indicador en la fase superior (del alcohol).
- Para cálculos comerciales se tomará como factor el peso molecular del ácido graso libre que predomina en el aceite, como se observa en el siguiente cuadro:

BIBLIOTECA
DE ESCUELA TÉCNICA
DE INGENIERÍA
DE SISTEMAS

III.2 DETERMINACION DE CERAS

Concepto

Las ceras son una mezcla o compuestos orgánicos de bajo punto de fusión, de alto peso molecular, sólido a bajas temperaturas y, generalmente, similar en composición a grasas y aceites, excepto en que no contienen glicéridos. No tóxicos.

Introducción

Las ceras en las semillas de aceite son difíciles de medir por su baja concentración en aceites (0,02-0,35%). Muchos métodos han sido practicados los mismos que dan una cantidad aproximada del contenido de ceras en el aceite, cada uno contiene sus ventajas y desventajas.

Existe el método Gravimétrico que involucra el uso de un proceso de extracción que requiere un equipo especial y largo tiempo de extracción.

Otro método practicado en el laboratorio involucra la Cromatografía de Gas Líquido (GLC) que analiza los alcoholes hidrolizados de los esteres de las ceras. Aunque nos da valores aproximados, no nos permite una rápida determinación del contenido de ceras.

Un método más rápido practicado por Brimberg y Wretensjo usa la turbidez del aceite enfriado como una medida del contenido de cera.

Aunque no puede ser aplicado a aceites crudos, Caupeil ha practicado bastante un método sofisticado que usa Láser, que detecta microcristales formados en el aceite frío. Este, también es un método rápido, pero que requiere equipamiento más especializado.

Los métodos presentados aquí es una modificación de Brimberg y Wretensjo, usando algunos solventes, principalmente de winterización para dar un método que es rápido y que es aplicado a aceites crudos y procesados.

Reactivos

SOLVENTE: Acetona, Q.P.

Equipos

TURBIDIMETRO: Marca HACH de rango 0.0 a 200 NTU

BAÑO DE AGUA: que mantenga a 0°C y otro baño de agua caliente.

TUBOS DE VIDRIO: de tapa rosca, especiales para el Turbidímetro.

MATRAZ O PROBETA: graduadas 25 ml.de capacidad. Y matraz de 50 ml.

VASO O BEAKER: capacidad de 150 ml.

GASA, PAPEL FILTRO, TERMOMETRO, HORNILLA ELECTRICA ó plancha eléctrica

Procedimiento

- 1.- La muestra de aceite es calentada en la hornilla eléctrica a 130°C, para evaporar la humedad.
- 2.- Filtrar en caliente a través de un papel filtro Whatman # 40, para remover material insoluble.
- 3.- Enfriarlo hasta temperatura ambiente.
- 4.- Medir 25 ml. de acetona Q.P. y transferir a una matraz de 50ml.
- 5.- Agregar cantidad suficiente de aceite, hasta el enrase del matraz de 50 ml.
- 6.- Mezclar el aceite con la acetona y transfieralos al tubo especial para el Turbidímetro, hasta la línea de enrase.
- 7.- Tapar y calentar el tubo por 5 minutos en un baño de agua caliente hasta que se aclare.
- 8.- Transferir el tubo a un baño a 0°C por 5 minutos.
- 9.- Retirar el tubo y limpiarlo con gasa limpia. Realizar la lectura, comenzando por 200 NTU y bajando hasta 2 NTU, si es que contiene menos de 2 NTU.
- 10.- La turbidez es medida en Nephelometric Turbidity Units (NTU).
- 11.- Se reporta directamente en NTU. Para aceites deodorizados debe ser más bajo de 1 NTU.

Ejemplo:

La lectura del turbidímetro de una muestra de aceite La Favorita Maíz fue:

0.82 NTU

Este producto sería aprobado ya que está dentro de las especificaciones para el parámetro de Contenido de Ceras.

Notas

1 NTU: 15 ppm

III.3 CONTENIDO DE SÓLIDOS

Definición

Se lo define como la relación de la respuesta obtenida de los núcleos de hidrógeno en la fase sólida y la respuesta proveniente de todos los núcleos de hidrógeno en la muestra. El producto de esta relación por ciento, es llamado porcentaje de sólidos NMR. No se realiza ninguna corrección para las variaciones de la densidad del protón (densidad del núcleo de hidrógeno en la muestra), en las fases sólida y líquida.

Introducción

Dentro del campo normal de temperatura ambiente, las grasas, tales como la manteca de cerdo y las margarinas comerciales, son de aspecto sólido. No obstante, de hecho, estos productos están formados por una masa de cristales muy pequeños de grasa sólida entrelazados con aceite líquido.

La relación de aceite líquido a grasa sólida depende de diversos factores relacionados con la composición y carácter de la grasa y el acondicionamiento de la muestra. Es también función de la temperatura.

El porcentaje de sólidos en un aceite parcialmente cristalizado o una mezcla de grasa, es medido luego de la solidificación de la mezcla bajo condiciones cuidadosamente prescritas.

El término "**MEDICIONES PARALELAS**" significa que se usa un tubo de muestra para cada temperatura de medición. Una ventaja de éste método es que todas las medidas son independientes la una de la otra. Aplicando el procedimiento paralelo se obtiene una reducción considerable de análisis, mientras que la exactitud y reproducibilidad de las mediciones son comparables con aquellas de mediciones seriadas.

Fundamento

El método del impulso de resonancia magnética nuclear, se basa en la medida de la relación del número de núcleos de hidrógeno en los sólidos al número total de núcleos de hidrógeno en la muestra (sólido + líquido).

Las señales de decaimiento rápidas y lentas, provenientes de los núcleos de hidrógeno en las fases sólidas y líquidas respectivamente, son convertidas en porcentaje de sólidos, el cual es mostrado en un voltímetro digital y reportado como porcentaje de sólidos NMR.

El procedimiento de medición empieza automáticamente tan pronto como el tubo de muestra es colocado en el portamuestra.

Equipos

1. INSTRUMENTO DE IMPULSO DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR: que cuente con un dispositivo de cálculo que proporcione directamente el porcentaje de sólidos.

2. BAÑOS DE TEMPERATURA CONSTANTE: es deseable un baño para cada temperatura de medición. Los baños de temperatura constante, deben ser fijados con controles termostáticos, capaces de mantener la temperatura del líquido a cualquier temperatura colocada entre 10°C y 60°C (+ 0,1°C) y equipados con un agitador y un termómetro con precisión de 0,05°C.

3. BAÑO DE 0°C : es esencial una unidad de enfriamiento mantenida a 0°C, llena de un líquido enfriador conveniente, por Ej: etilen glicol al 20% en agua. No debe ser usado un baño de hielo a 0°C.

4. BLOQUES METALICOS: con orificios para los tubos de muestra, de las siguientes dimensiones (mm):

diámetro interno	10,35 + 0,05
profundidad	70
distancia entre los orificios (centro a centro)	17
espesor del metal bajo los orificios	10
profundidad de inmersión en el baño de agua	60

5. SOPORTES METALICOS: para estabilización 60°C y 0°C; la dimensión de los soportes es (mm):

profundidad	45
-------------	----

6. TUBOS DE MUESTRA: la dimensión de la muestra debe ser la siguiente (mm):

diámetro externo	10,0 + 0,25
longitud	150
espesor de la pared	0,9 + 0,05

8. VASOS DE PRECIPITACION: con capacidad de 50ml.

9. TERMOMETRO: de 110°C, con esacala de 0.5°C.

10. PAPEL FILTRO - HORNILLA ELECTRICA.

PROCEDIMIENTO :

- a) Caliente la grasa cuando menos a 80°C en una baño de agua, filtrar, si la muestra no se presenta clara recalentarla a 80°C .
- b) Homogenizar completamente la muestra, llenar los tubos con la muestra (uno por cada temperatura de medición) hasta una profundidad de por lo menos 3 cm., pero no sobre el nivel de la parte alta del bloque. La parte externa de los tubos debe estar limpia y seca.
- c) Colocar los tubos de muestra conteniendo la grasa fundida en un soporte en el baño de agua a 60°C , mantenerlos por lo menos 5 minutos.
- d) Colocar los tubos, luego de temperados a 60°C , en un soporte en el baño de agua a 0°C . Mantenerlos en el baño por $60 + 2$ minutos.
- e) Sacar los tubos del baño de 0°C , secarlos rápidamente evitando el calentamiento.
- f) Colocar los tubos en los bloques de los diferentes baños de agua (los orificios deben estar limpios y secos) a la temperatura de medición deseada por unos 30 a 35 minutos. Usar un tubo de muestra para cada baño.
- g) Sacar los tubos y transferirlos tan rápida como sea posible al portador de muestra del equipo NMR, asegurándose que el tubo toque el fondo del porta muestra.
- h) Lea el contenido de sólidos en el medidor luego que la lámpara de control o el botón de medida (pc20) se apaga.
- i) Registrar el valor observando a $t^{\circ}\text{C}$ como N t.
- j) Remueva el tubo del equipo.
- k) Repita el procedimiento completo hasta que todas las muestras hayan sido medidas.

Expresión de los Resultados

El reporte del porcentaje de sólidos NMR, es como en el siguiente ejemplode un tanque de estearina:

N 10 =	74.2 %
N 20 =	43.2 %
N 30 =	20.1 %
N 35 =	10.1 %
N 40 =	4.9 %

Estos resultados no se comparan con ninguna especificación, los valores N de cada grasa desodorizada son utilizados en el área de Envasado para ingresarlos en un programa informático que realiza las formulaciones de margarinas y mantecas.

Observaciones

El requerimiento de medir el N_t luego de estabilización por 30-35 min. a la temperatura seleccionada determina el número de tubos de muestra que puedan ser manipulados en una corrida, este es alrededor de 20 tubos. Si se van a medir más tubos bien sea debido al número de muestras, el número de temperaturas o ambos, una segunda corrida de no más de 20 tubos debe iniciarse del baño de 60°C aproximadamente 10 min. después de la primera.

Los orificios de los bloques metálicos en los diferentes baños, deben secarse frecuentemente, ya que la humedad puede condensarse en los orificios.

No se deben frotar los tubos con muestra, cuando se encuentren en los diferentes baños, pues esto puede interferir con los resultados. Solo los tubos a 60°C y 0°C deben ser cuidadosa y rápidamente secados antes de ser colocados en los bloques metálicos a diferentes temperaturas.

Los valores de la fase sólida dependen del tiempo de enfriamiento en los tubos. De aquí que es esencial ceñirse estrictamente a las dimensiones prescritas de los tubos.

Las tapas para cerrar los tubos deben ser usadas, aunque normalmente no es necesario.

Los límites de dimensiones dadas para los orificios de los bloques metálicos deben señirse estrictamente, pues de otra manera es de esperarse diferencias de transferencias de calor entre el tubo de muestra y el bloque de metal.

Tener siempre estables las temperaturas de todos los baños, controlándolo con termómetros que vallan de 0.5°C de diferencia.

La cantidad de muestra en los tubos no debe exceder de los 3 cm., pero tampoco debe ser usado mucho menos.

BIBLIOTECA
DE ESCUELA
NACIONAL
DE
LABORATORIOS
DE
ANÁLISIS
DE
LABORATORIO
NACIONAL
DE
LABORATORIOS
DE
ANÁLISIS

III.4 CLOUD POINT

Concepto

Cuando a una muestra de grasa fundida, se la enfría y se agita constantemente, se llega a originar una turbidez, debido a la formación de cristales de grasa, y se continua hasta que la grasa alcanza una densidad determinada. La temperatura a la que alcanza ésta densidad es lo que se denomina **PUNTO DE TURBIDEZ**.

Introducción

La temperatura de turbidez de una composición dada de una grasa, es por lo general, constante dentro de ciertos límites y depende, en primer lugar, de la cantidad de grasa saturada que haya presente. Por lo tanto, el punto de turbidez es una indicación de la consistencia que puede esperarse después de la solidificación de la grasa. Sin embargo, cualquier correlación específica entre el punto de turbidez y la consistencia, se limita por lo general a una única formulación o a un tipo dado de hidrogenación.

El punto de turbidez es un criterio útil, puesto que es sensible, y el método se puede realizar fácil y rápidamente. Una aplicación importante de este procedimiento, es seguir el progreso de la hidrogenación en la producción tanto de grasas comestibles como no comestibles.

Cuando se ensayan muestras de temperaturas de turbidez desconocidas, el baño de enfriamiento debe iniciarse a temperatura suficientemente alta para evitar un sobrenfriamiento y debe bajarse lentamente, manteniendo un gradiente de 3 a 5°C entre el baño y la muestra. De esta forma se establece la temperatura del baño para una muestra dada. Se realiza entonces un segundo ensayo con el baño mantenido unos 3 a 5 ° C por debajo del punto de turbidez obtenido en la determinación anterior.

La agitación debe efectuarse manualmente y el punto final puede observarse visualmente. No obstante puede mejorarse la detección del punto final, mediante el empleo de algún artificio fotoeléctrico. La reproducción del método visual es de + 0,5°C aproximadamente, mientras que la reproducción del procedimiento fotoeléctrico es de + 0,2 a + 0,3°C.

Fundamento

Una muestra de grasa es enfriada con agitación constante hasta originar una turbidez y alcanzar una densidad determinada. La agitación se la realiza con un termómetro hasta cuando no se pueda observar el bulbo del mismo a

través de la grasa, se anota la temperatura a la que ya no hay observación del bulbo.

Equipos

- 1.- BAÑO a 0°C , baño con termostato
- 2.- TERMOMETRO: de -10 a 100°C con intervalo de 0,1°C.
- 3.- BEAKER o VASO DE PRECIPITACION: de 50 ml.
- 4.- HORNILLA ELECTRICA.

Procedimiento

- 1.- Mezclar la muestra de grasa.
- 2.- Llenar el vaso (45 ml. de muestra).
- 3.- Calentar la muestra a 130°C.
- 4.- Retirar, enfriar hasta 90°C.
- 5.- Iniciar el enfriamiento del vaso con su contenido en un baño de agua a 0°C.
- 6.- Agitar con el termómetro, justamente lo necesario para mantener una temperatura uniforme.
- 7.- Cuando la muestra alcance una temperatura de unos 10°C por encima del Cloud Point, comenzar una agitación más fuerte, constante y rápida, en movimientos circulares, para evitar el sobreenfriamiento y solidificación de los cristales de grasa en las paredes y parte inferior del vaso.
- 8.- Inspeccionar la muestra a intervalos regulares y rápidos. No retirar el termómetro del vaso.
- 9.- El punto de turbidez es la temperatura a la que no se ve la porción del termómetro sumergido en el aceite, cuando se observa horizontalmente a través del frasco y de la muestra.

Ejemplo: Cloud Point de una oleína = 3°C.

Aunque el Cloud Point no es un parámetro de control, sí lo es de referencia para conocer la calidad de una oleína, y posiblemente su comportamiento dentro de fórmulas de aceites. Una oleína con un Cloud Point del ejemplo sería de buena calidad.

Observaciones

La cantidad de muestra a analizar no debe ser menor de 45ml. y debe estar libre de humedad, por lo que se la calienta hasta 130°C.

Al inspeccionar la muestra de forma horizontal y en intervalos regulares, se lo hará de forma rápida, para evitar el calentamiento de la misma.

No retirar el termómetro desde el momento en que empiece la agitación fuerte y constante, puesto que podrían introducirse burbujas de aire que dificultarían el ensayo.

El frasco se mantiene en una posición tal que la superficie de la muestra en el frasco y la del agua en el baño, estén aproximadamente al mismo nivel.

Escuela de Ingeniería
de Escribas No. 11111

III.5 DETERMINACIÓN DEL COLD TEST (ENSAYO EN FRÍO)

Introducción

Se espera que los aceites líquidos se mantengan claros independientemente del periodo de almacenamiento a temperatura ambiente. Sin embargo, algunos aceites tienden a enturbiarse como resultado de la precipitación de material ceroso. Las bajas temperaturas de almacenamiento promueven dicha precipitación y se necesita un ensayo en frío para evaluar la estabilidad del aceite

Aplicación

El método puede aplicarse a todos los aceites secados y refinados con la excepción del aceite de groundnut. Puede utilizarse para seguir el proceso de winterización (de aceite de girasol) lo cual implica la reducción gradual del contenido de cera y esterolester en el aceite.

Concepto

El método caracteriza un aceite con respecto a su capacidad de permanecer clara durante el almacenamiento a 0°C.

Fundamento

Un aceite es enfriado a 0°C ó 10°C, por espacio de 5 1/2 a 12 horas, es chequeado visualmente, hasta presencia de una nubosidad, causada por la aparición de cristales de grasa.

Reactivos y Materiales

1. Agua helada a 0°C y 10°C. El agua helada es preparada mezclando cubos de hielo picados y agua, o si es posible, baños con termorregulador.
2. EQUIPOS
 - 2.1 TUBOS DE MUESTRA: de vidrio claro y provisto de tapas roscas que cierren herméticamente.
 - 2.2 BAÑO DE AGUA O ESTUFA: de 0 o 10 °C respectivamente la temperatura y la capacidad es suficiente para permitir la inmersión total del tubo.
 - 2.3 TERMOMETRO: de -10 a 100 °C.
 - 2.4 BEAKER O VASO: de 50 ml. de capacidad
 - 2.5 PAPEL FILTRO, HORNILLA ELECTRICA.

Procedimiento

1. Llenar los tubos con la muestra fría del aceite claro a una altura de 6 – 8 cm (ver notas).

2. Identifique los tubos con muestra de la siguiente manera: nombre, código, tanque o cualquier otro dato que lo identifique. También la fecha y la hora en que es colocado el tubo en la estufa o baño.
- 3 Sumergir el tubo completamente en el baño de 0°C, o colocarlo dentro de la estufa de 10°C.
- 4 Chequear regularmente que el aceite no presente la nubosidad o cristales. Esto se lo realiza cada cuarto a media hora.
5. Al mismo tiempo observar que la temperatura del baño o estufa sea la correcta por el período completo de 5 1/2 a 12 horas.
6. Después de 5 ½ horas retire el tubo del beaker y examine inmediatamente si ha ocurrido la turbidez del aceite debido a cristales de grasa. Esto se realiza sosteniendo el tubo al nivel del ojo en contra de un fondo brillante (ventana) y examinando la muestra de aceite en un plano horizontal, esto es, viendo a través de la capa de aproximadamente 27 mm de grosor. Debe tenerse cuidado de que no se evalúen como si fueran cristales a burbujas de aire finamente dispersados. Para pasar la prueba, la muestra debe estar completamente clara y brillante (ver notas)
7. Si al final del tiempo establecido no presenta ningún tipo de nube o enturbiamiento, se retiran los tubos, y se reportará como negativo, se a las 5 1/2 ó 12 horas.
8. En caso contrario, es decir si es positivo antes del tiempo establecido, se cuentan las horas y minutos, desde el momento que se puso la muestra hasta el momento en que presentó la nubosidad, reportándose como positivo, Ej: 03h30 (+).

Cálculos y Expresión de los Resultados

El resultado del cold test consiste en la inspección visual de la muestra.

Se reporta indicando la cantidad de horas que demoró en presentar una nubosidad, si se mantuvo claro todo el período, se indican las horas y se reporta negativo (-)

Ejemplo: Un tanque de oleína presentó enturbiamiento a las 4 horas con 30 minutos. Se reporta: Oleína del tanque X: 4h30 (+). Según las especificaciones, esta oleína está apta para ser utilizada en procesos posteriores.

Notas y Casos Especiales

- Si la muestra de aceite contiene partículas visibles, éste debe ser calentado hasta temperatura por encima del punto de fusión del aceite y la cera, aproximadamente 80°C. Subsecuentemente la muestra tibia debe filtrarse en papel filtro. Este pretratamiento debe anotarse en el informe analítico.

- Debe tenerse cuidado de que la muestra no contenga humedad ya que esto puede acusar turbidez. Si se observan gotas de agua, el agua debe removerse calentando la muestra hasta 130°C mientras se agita continuamente. Esto debe mencionarse en el informe de análisis.
- Si se desea, esta prueba puede continuarse por re-examinación de la muestra en intervalos diarios después de la examinación de 5 ½ horas. La muestra puede ser colocada en un refrigerador a temperatura entre 0 y 5°C. En caso del aceite de girasol, se puede considerar al aceite libre de cera si después de 5 días no hay aparición de nubosidad o turbidez.
- Algunas descripciones del Cold Test prescriben 24 horas a 0°C. Ambos períodos, 5 ½ y 24 horas no pueden excluir que el aceite se enturbie después de un periodo de tiempo mas largo. Sin embargo, Unilever Research Vlaardingen busca actualmente un método alternativo para el cold test.

III.6 DETERMINACIÓN DEL COLOR

Introducción

Hay dos métodos disponibles para la medición de color de grasas y aceites. El primer método, el cual se describe aquí, utiliza un colorímetro Lovibond manual o automático. En el método 2, descrito en el método UMA 0047, se describe una escala dicromática.

Aplicación

Este método es aplicable a todas las grasas y aceites normales, siempre y cuando las muestras no presenten turbidez.

Concepto

Este método determina el color por comparación de un sistema tricromático de filtros amarillo, rojo y azul. En la práctica, se usan principalmente filtros amarillos y rojos (ver notas).

Fundamento

La determinación se fundamenta en la comparación de la muestra al ser colocada contra una fuente de luz, y por medio de filtros de colores se logra una combinación cercana al color de la muestra.

Equipos

1. TINTOMETRO LOVIBOND: con las siguientes cubetas o celdas y los vidrios o filtros:

- 1.1 CELDAS: 1/4" un cuarto de pulgada
1 " una pulgada
2 " dos pulgadas
5 1/4" cinco un cuarto de pulg.

1.2 FILTROS y unidades:

AMARILLO:	0.1 - 0.9; 1 - 9; 10 - 70
ROJO:	0.1 - 0.9; 1 - 9; 10 - 70
CELESTE:	0.1 - 0.9; 1 - 9; 10 - 40
BLANCO:	0.1 - 0.9; 1 - 4

2. PAPEL FILTRO.

Procedimiento

1. Pretratamiento de la muestra

1.1 Caliente la muestra, si no es enteramente líquida a la temperatura de la determinación (temperatura ambiente, preferiblemente a 20 °C), hasta una

temperatura que no exceda 10°C por encima de la cual es enteramente líquida.

1.2 Si la muestra no es clara, filtre la muestra de aceite a través de un papel filtro para remover la turbidez debido a tierra o agua.

2. Elección de la celda

2.1 Elija la celda de acuerdo al siguiente esquema:

TIPO DE ACEITE	CELDAS	
	CRUDO	REF.- DEOD.
VEGETAL: castor	1 - 5 ¼ "	-
coco	-	5 ¼ "
algodón	-	5 ¼ "
maní	2 "	5 ¼ "
linaza	1 "	-
maiz	1 "	5 ¼ "
palmiste	5 ¼ "	5 ¼ "
palma	-	5 ¼ "
amapola	1 "	5 ¼ "
colza	1 "	5 ¼ "
sésamo	1 "	5 ¼ "
soya	1 "	5 ¼ "
girasol	1 "	5 ¼ "
PESCADO:	2 "	-
MISCELANEOS:		
aceites ácidos	1/4 "	-
ácidos grasos	1/4 "	5 ¼ "
grasas endurecida	1/4 "	5 ¼ "

3. Análisis en el método manual

3.1 Revise que las ventanas de la celda y los filtros estén limpios y no cubiertos de una película de aceite y de que no están rajados ni empañados

3.2 Para todos los aceites coloque vidrios incoloros en frente de la celda que contiene el aceite.

3.3 Iguale el color del aceite con el filtro amarillo y rojo seleccionados, en la primera aproximación. La relación es de 10 a 1 (amarillo y rojo respectivamente; excepto para el aceite de ballena y palma cruda). Solo se

abandona ésta relación si una determinación satisfactoria no es posible de ésta manera. Los filtros azules se usan al final.

3.4 El color se lo expresa en las unidades de los filtros, señalando el tamaño de la celdilla de medición empleada.

Cálculo Y Expresión de los Resultados

Informe los resultados en 1 decimal; declare el tamaño de la celda de medición.

Ejemplo: Color de Aceite La Favorita:

18.0 A – 1.8 R – 0.0 C (amarillo – rojo – celeste).

Según las especificaciones nombradas anteriormente, el color de este aceite está dentro de las especificaciones, se registra el resultado en los formatos.

Notas y Casos Especiales

- En la versión previa de este método se prescribía el uso del Tintómetro AF960. El Tintómetro automático Lovibond AF960 fue construido para Unilever para reemplazar el Tintómetro Lovibond manual (AF-900), para muchos propósitos de rutina. La producción y provisión del AF960 ha terminado ahora. Este equipo era limitado para medir valores de rojo y amarillo de materiales poco coloreados y el método no fue reconocido internacionalmente como un método estándar fuera de Unilever. Ahora un equipo nuevo, PFX990 está en el mercado y se han llevado a cabo comparaciones entre el aparato de medición de color Lovibond manual, Modelo F de tintómetro Ltd, y el antiguo AF960 automático y el nuevo PFX990, en Unimills, Zwijndrecht, NL. El PFX990 puede utilizarse con varias escalas diferentes y para estos experimentos se ha aplicado la escala Lovibond estándar (Amarillo, Rojo, Azul y neutral). Los resultados muestran que el PFX990, usando la escala Lovibond estándar, muestra un buen acuerdo con el Modelo F, el cual se recomienda en el método de referencia. Sin embargo, el AF960 (aunque ampliamente utilizado en Unilever) se desvía de los estándares, especialmente en los valores altos amarillo. Por lo tanto, el equipo PFX990 se recomienda como una buena compra e igual al aparato manual. El equipo AF960 no puede obtenerse ya y por lo tanto desaparecerá gradualmente y será reemplazado. Con respecto a las especificaciones esto resultará en colores amarillos ligeramente cambiados, pero estos son mejores de acuerdo a Estándares Internacionales.

- La Tintometer Ltd. Ha discontinuado los slides incoloros como vidrios separados, 1-7, ya que constantemente causaban problemas debido a que el polvo se acumulaba entre las superficies. Acoplando un slide a la mitad inferior de cada marco que contiene los colores rojo, amarillo y azul, el

vidrio incoloro es introducido automáticamente, cada vez se utilizan los vidrios incoloros.

- El aceite utilizado para igualar los colores no debe ser utilizado para ninguna otra determinación.
- Los filtros azules se usan rara vez. Son necesarios sólo cuando el aceite muestra un tinte verdoso, el cual a veces es el caso en aceite de linaza, soja, aceite endurecido de pescado y ácidos grasos de calidad pobre.
- Un estándar de aproximadamente rojo 3.9 y amarillo 20 (los valores exactos pueden variar y están especificados para cada estándar) se encuentra disponible del fabricante.

III.7 DETERMINACION DE HUMEDAD EN ACEITES

Introducción

Debe distinguirse con claridad las diferencias entre determinación de agua y determinación de humedad o de sustancia seca. Todos los productos que contienen sustancias aromáticas o gustativas, aldehídos, alifáticos, aromáticos, alcoholes u otras fácilmente volátiles, al calentarlos pueden perder peso debido a su volatilización. Se habla entonces de determinación de humedad o de la determinación del contenido total de materias volátiles.

Por tanto, la balanza determinadora de humedad LJ16-M no puede realizar una mera determinación selectiva de agua, sino únicamente la proporción total de materias volátiles contenidas en una muestra.

En muchos ejemplos el contenido de agua y el contenido de humedad son idénticos, por lo que para poder apreciar e interpretar claramente diferencias, es muy útil acudir a un análisis con un método alternativo (por Ej: valoración Karl Fischer para la determinación selectiva de agua).

Por consiguiente, el LJ16-M es idóneo para casi todos los productos, salvo para productos azucarados mixtos y productos muy poco homogéneos.

Fundamento

El agua contenida en la muestra es evaporada rápidamente por el calentamiento infrarrojo y el contenido de humedad se determina a partir de la diferencia entre el peso inicial registrado en la memoria de la balanza y el peso final que registra la balanza.

Materiales

Platillos de Aluminio desechables

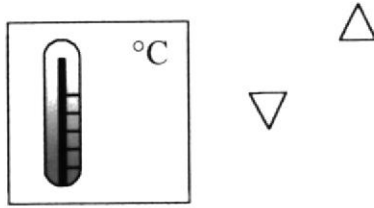
Equipo

Balanza de determinación de humedad Metler LJ16-M

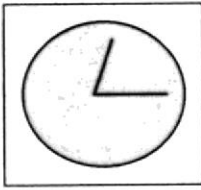
Procedimiento

- 1.- Encender la balanza (aplastar la tecla **ON/OFF**)
- 2.- Encender la lámpara infrarroja (aplastar el botón de color **NARANJA** localizado en la parte posterior izquierda).
- 3.- Observar que la temperatura, el tiempo y el porcentaje, sean los correctos:

- A) **Temperatura:** aplastar la tecla correspondiente y observar que esté en 140 °C inmediatamente aplastar la tecla **ENTER**. Para elevar la temperatura se lo realiza con la tecla; en caso contrario para bajar la temperatura con la tecla

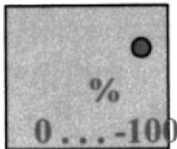


B) **Tiempo**



aplantar la tecla correspondiente y observar que esté en **AUTO**, o sea automático, luego dar **ENTER**.

- C) **PORCENTAJE :** aplantar la tecla correspondiente y observar que el **BOTON ROJO** permanezca encendido.



- 4.- Levantar la tapa, colocar el platillo en la balanza (que calce en la medida), encerrar con la tecla **RE/ZERO** hasta que salga en la pantalla **0,000 g**.
- 5.- Mezcla la muestra, pesar 10 g. de **ACEITE** .
- 6.- Tapar y aplantar la tecla **START**, hasta que el botón rojo deje de parpadear y en la pantalla salga **0,0 %**
- 7.- Esperar hasta que el botón rojo **START** comience de nuevo a parpadear; observar el resultado en la pantalla. Ejemplo: - 0.35%
- 8.- Se lee directamente el resultado en porcentaje.
- 9.- Levantar la tapa, retirar el platillo y apagar todo el equipo en sentido contrario como el encendido.

Ejemplo

El resultado de una determinación de humedad de un aceite crudo de palma fue de: **1.23%**, por lo tanto este resultado es comunicado inmediatamente al Jefe de Bodega de materia prima para que no reciba el aceite, o se realice una concesión por parte de la gerencia.

CORPORACIÓN JABONERÍA NACIONAL

Observación

Es necesario que la muestra cubra completamente la superficie del platillo en forma homogénea, para obtener un resultado correcto.

El platillo debe estar colocado entre las medidas correspondientes, de lo contrario la balanza no podrá determinar correctamente la humedad de la muestra.

También se debe tener en cuenta que al encerar la balanza con el platillo debe salir en la pantalla 0,000 g. de lo contrario no se podrá determinar la humedad en la muestra.

III.8 DETERMINACION DE HUMEDAD EN MARGARINAS

Introducción

Debe distinguirse con claridad las diferencias entre determinación de agua y determinación de humedad o de sustancia seca. Todos los productos que contienen sustancias aromáticas o gustativas, aldehidos, alifáticos, aromáticos, alcoholes u otras fácilmente volátiles, al calentarlos pueden perder peso debido a su volatilización. Se habla entonces de determinación de humedad o de la determinación del contenido total de materias volátiles.

Por tanto, el LJ16-M no puede realizar una mera determinación selectiva de agua, sino únicamente la proporción total de materias volátiles contenidas en una muestra.

En muchos ejemplos el contenido de agua y el contenido de humedad son idénticos, por lo que para poder apreciar e interpretar claramente diferencias, es muy útil acudir a un análisis con un método alternativo (por Ej: valoración Karl Fischer para la determinación selectiva de agua).

Por consiguiente, el LJ16-M es idóneo para casi todos los productos, salvo para productos azucarados mixtos y productos muy poco homogéneos.

Fundamento

El agua contenida en la muestra es evaporada rápidamente por el calentamiento infrarrojo y el contenido de humedad se determina a partir de la diferencia entre el peso inicial registrado en la memoria de la balanza y el peso final que registra la balanza.

Equipo

Balanza de determinación de humedad Metler LJ16-M

Sustancias y Materiales

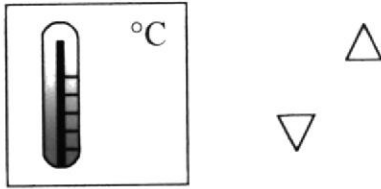
Platillos de aluminio desechables

Polvo secante

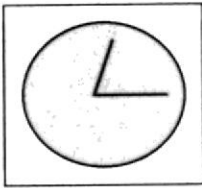
Procedimientp

- 1.- Encender la balanza (aplastar la tecla **ON/OFF**)
- 2.- Encender la lámpara infrarroja (aplastar el botón de color **NARANJA** localizado en la parte posterior izquierda).
- 3.- Observar que la temperatura, el tiempo y el porcentaje, sean los correctos:

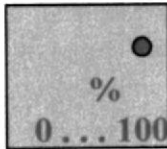
A) **Temperatura:** aplastar la tecla correspondiente y observar que esté en 155 °C inmediatamente aplastar la tecla **ENTER**. Para elevar la temperatura se lo realiza con la tecla ; en caso contrario para bajar la temperatura con la tecla



B) **Tiempo:** aplastar la tecla correspondiente y observar que esté en **AUTO**, o sea automático, luego dar **ENTER**.



C) **PORCENTAJE :** aplastar la tecla correspondiente y observar que el **BOTON ROJO** permanezca encendido.



- 4.- Levantar la tapa, colocar el platillo en la balanza (que calce en la medida), encerrar con la tecla **RE/ZERO** hasta que salga en la pantalla **0,000 g**.
- 5.- Pesar alrededor de 3 de **polvo secante** (blanco).
- 6.- Retirar el platillo de la balanza, y con la ayuda de una tapa, esparcir el polvo secante por todo el platillo en forma homogénea.
- 7.- Colocar el platillo dentro de la balanza, cerrar la tapa, aplastar la tecla **START**, hasta que el botón rojo deje de parpadear y en la pantalla salga **0,0 %**, que aumenta progresivamente.
- 8.- Se da por finalizada la determinación de humedad en el polvo secante, cuando el botón rojo **START** comience de nuevo a parpadear; observar el resultado en la pantalla. Levantar la tapa.

HASTA EL MOMENTO SOLO SE HA DETERMINADO LA HUMEDAD DEL POLVO SECANTE.

- 9.- Encerrar de nuevo la balanza (**RE/ZERO**) hasta que salga 0,000 g. en la pantalla.

- 10.- Pesar de 3 a 4 g. de margarina (mezclar bien la muestra antes de pesar).
- 11.- Tapar, aplastar la tecla **START** hasta que el botón rojo deje de parpadear, y se observa en la pantalla **0,0 %**.
- 12.- Esperar hasta que el botón rojo de **START** comience de nuevo a parpadear, observar en la pantalla el resultado.
- 13.- Se lee directamente el resultado en porcentaje. Reportar con un decimal, Ej: 15,76% = 15,8%.
- 14.- Levantar la tapa, retirar el platillo y apagar todo el equipo en sentido contrario como el encendido.

Ejemplo: El resultado de una margarina, mostrado en la pantalla, es de 15.54%, lo cual indica que el producto está dentro de la especificación y por lo tanto se procede a registrar el resultado y continuar con los demás análisis.

Observaciones:

- Es necesario que el polvo secante se encuentre extendido homogéneamente y cubra completamente la superficie del platillo, para obtener un resultado correcto.
- El platillo debe estar colocado entre las medidas correspondientes, de lo contrario la balanza no podrá determinar la humedad de la muestra.
- También se debe tener en cuenta que al encerrar la balanza con el platillo debe salir en la pantalla 0,000 g. de lo contrario no se podrá determinar la humedad en la muestra.
- Al pesar los 3 g. de margarina, colocarlo en el centro del platillo, para que se pueda distribuir homogéneamente por todo el platillo y no se deposite a un costado del mismo

III.9 DETERMINACION DE IMPUREZAS

Concepto

Impureza es la presencia de una sustancia ó cuerpo extraño en otra, pero en baja concentración.

Introducción

Se define como impureza a toda aquella sustancia ó cuerpo sólido que no es grasa o aceite, como por ejemplo: arena, tierra, palos, diversos residuos minerales, incluyendo jabones cálcicos, metales, etc.

Las impurezas, tal como se la define frecuentemente, tienen límites específicos, fijados en los contratos de compra y venta. Así como también tiene limitaciones del contenido de impurezas en los contratos referentes.

Existen varios métodos para la determinación de impurezas, entre los más usados está: el Método Gravimétrico y por Centrifugación. Siendo éste último el más utilizado por la rapidez en dar el resultado.

Fundamento

El aceite o grasa homogeneizado, es sometido a altas revoluciones por un tiempo determinado. Logrando la separación del aceite en dos fases: sólida (impurezas) y líquida (el aceite). Todo lo que se sedimenta en la parte inferior, es considerado como impurezas.

Equipos

CENTRIFUGA: con capacidad de hasta 400 ml y 8000 rpm.

TUBOS DE CENTRIFUGA: son tubos cónicos, de diferente capacidad (de 15 ml. para la determinación de impurezas en aceite).

Procedimiento

- 1.- Homogeneizar la muestra.
- 2.- Llenar dos tubos de centrífuga hasta 10 ml. con la muestra de aceite.
- 3.- Encender el equipo (la centrífuga).
- 4.- Abrir la tapa y colocar los tubos dentro del lugar indicado en oposición uno del otro.
- 5.- Cerrar la tapa y poner doble seguro.
- 6.- Poner las revoluciones por minuto (3000 rpm). Igualmente el punto de quiebre.
- 7.- Marcar el tiempo que se va a centrifugar (15 min.)
- 8.- Terminado el tiempo, abrir la tapa.

- 9.- Retirar los tubos.
- 10.- Observar la separación de las dos fases, leer el volumen de fase sólida (parte inferior) directamente.
- 11.- Realizar los cálculos respectivos en porcentaje. Por ejemplo: El volumen de impurezas, de una muestra de palma cruda, en el tubo llega hasta la línea indicadora 0.1, se realiza la operación por regla de tres:

$$\begin{array}{r} 0.1 \text{ -----} 15 \\ x \text{ -----} 100 \end{array}$$

$x = 0.67$ % de impurezas.

Según este resultado, al compararlo con las especificaciones, esta materia prima tiene un excedente de impurezas que podría afectar en el proceso, por lo que se comunica telefónicamente el resultado para no permitir el ingreso de este tanquero.

III.10 INDICE DE PEROXIDO

Concepto

Se denomina "Índice de Peróxido" a los miliequivalentes de oxígeno activo contenidos en un kilogramo de la materia ensayada (grasa), calculados a partir del yodo liberado del yoduro de potasio, operando en las condiciones que se indican en la metódica.

Introducción

Las grasas al igual que otras sustancias no saturadas, sufren una oxidación espontánea por el oxígeno atmosférico. El resultado de una prolongada oxidación de las grasas es el desarrollo de una rancidez, acompañada de una pérdida de palatabilidad y el comienzo de sabores y olores no deseables.

Aunque el deterioro de las grasas puede provenir de otras causas distintas a la oxidación, tal como la oxidación de enzimas o microorganismos, la OXIDACION es la causa más importante desde el punto de vista práctico. La luz y el calor, así como ciertas impurezas, tales como el agua y metales, aceleran ésta acción.

Existen pruebas de que la fase inicial en la oxidación de una grasa, es la adición de oxígeno al átomo de carbono alfa del doble enlace de una cadena de ácido graso, con la formación de HIDROPEROXIDOS.

Ha sido costumbre nombrar como peróxidos a los productos de la descomposición inicial de las grasas y así se les designa en la mayoría de publicaciones relativas a los análisis de éstas sustancias.

Debe entenderse sin embargo que aún cuando se haga referencia a los peróxidos, éste término comprende los productos de descomposición primaria de la oxidación de las grasas, cualquiera que sea su composición.

La reacción secundaria y los productos que resulten de la oxidación, incluyen compuestos tales como perácidos, aldehídos, cetonas, óxidos de etileno sustituidos, ácidos, alcoholes, diversas combinaciones de éstos y agua.

En las primeras fases de oxidación de una grasa, hay un pequeño o ningún cambio en la composición, sabor u olor, mientras que hay una lenta concentración de los peróxidos. Este período se denomina con frecuencia PERIODO DE INICIACION, cuya duración está relacionada con la resistencia de la grasa a la oxidación.

El segundo período sigue directamente al primero y representa un estado en el que tiene lugar rápidamente la oxidación, se desarrolla la rancidez y los olores y sabores asociados con ella, y el contenido de peróxido aumenta en proporción acelerada.

Fundamento

El índice de peróxido es determinado, sometiendo a una solución de yoduro de potasio en ácido acético glacial, a los efectos oxidantes de peróxidos a temperatura ambiente. El yodo liberado es titulado con Thiosulfato de sodio 0,001 N.

El índice de peróxido de una grasa es una medida de su contenido de oxígeno reactivo, expresado en términos de miliequivalentes de oxígeno por 1000 g. de grasa.

Reactivos

SOLVENTE: mezcle 2 volúmenes de Acido Acético glacial y un volumen de cloroformo.

YODURO DE POTASIO: solución saturada. Disuelva 4 partes de yoduro de potasio Q.P. en 3 partes de agua destilada. Guarde la solución en frascos oscuros. Cuando la titulación del blanco se haga mayor de 0,2 ml. de Thiosulfato de sodio 0,001 N., descartar la solución.

THIOSULFATO DE SODIO: solución acuosa 0,001 N ó 0,002 N Prepararla diariamente a partir de una solución 0,1N exactamente estandarizada.

INDICADOR DE ALMIDON: solución al 1 %.

Equipos

BALANZA DIGITAL ELECTRICA: con decimales 0,01.

FIOLA O MATRAZ: con capacidad de 200-250 ml. con tapón de vidrio

BURETA: de 25 - 50 ml. de capacidad ó buretas automáticas.

PROBETAS: de 25ml., 100ml. de capacidad

PIPETAS: de 1 ml., 5 ml.

Procedimiento

1. Pesar 8 g. de muestra, con una precisión de 5 mg. en un matraz esmerilado de 250 ml.
2. Agregar 25 ml. del solvente, la mezcla de ácido acético - clorofórmica (2:1).
3. Agitar, hasta que se disuelva la muestra, en caso contrario calentar ligeramente a 60°C en baño María, hasta disolución.

4. Agregar 1 ml. de solución de yoduro de potasio (4:3).
5. Agitar por 1 minuto constantemente.
6. Añadir 35 ml. de agua destilada, seguir agitando.
7. E inmediatamente agregarle alrededor de 1ml. de la solución indicadora de almidón.
8. Se observa:
 - si hay cambio de color (pardo negruzco) se titula inmediatamente con solución de tiosulfato de sodio 0,001 N. Y se realizan los cálculos respectivos.
 - Si permanece transparente, se reporta negativo.
9. Corra simultáneamente un blanco, el consumo de tiosulfato debe ser cero, ó insignificante.

Cálculos

$$\text{VALOR DE PEROXIDO (Meq O2/K grasa)} = \frac{1000 \times (V_1 - V_2) \times N}{W}$$

Donde:

W = Peso (en g.) de la muestra.

V₁ = Volumen (en ml.) de tiosulfato de sodio empleado en la prueba.

V₂ = Volumen (en ml.) de tiosulfato de sodio empleado en le blanco.

N = Normalidad de la solución de Tiosulfato de sodio.

Ejemplo: de una muestra de Aceite La Favorita

$$W = 8.12 \text{ g}$$

$$V_1 = 0.5 \text{ ml}$$

$$V_2 = 0$$

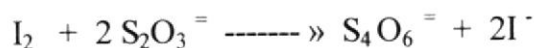
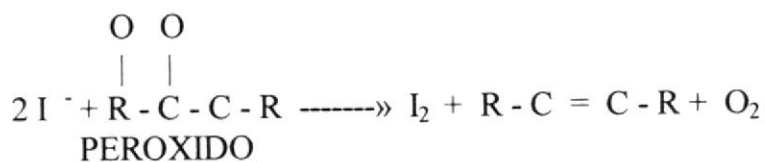
$$N = 0.001050$$

$$\text{I Peróxido} = \frac{1000 \times (0.5 - 0) \times 0.001050}{8.12} = 0.06 \text{ meq.}$$

Los resultados se redondean en un decimal: 0.1 meq

Aunque se prefiere que los productos terminados, y los aceites refinados, blanqueados y desodorizados tengan un peróxido de 0.0 meq, en un caso así, éste es muy bajo y entra en la especificaciones, por lo su valor sería registrado en los formatos y el material aprobado.

REACCION.-



Observaciones

En el presente método se pueden presentar los siguientes errores:

- La absorción de yodo en los enlaces no saturados de los materiales grasos.
- Liberación del yodo del yoduro de potasio por el Oxígeno presente en la solución que está siendo valorada (denominado ERROR DE OXIGENO).
- Variaciones en el peso de la muestra.
- Variaciones en las condiciones de reacción, tales como el tiempo y la temperatura.
- El tipo y el grado del disolvente empleado.
- Forma de yoduro de potasio empleado (solución saturada).
- La constitución y reactividad del peróxido que se va a valorar.

ERROR DE OXIGENO: El oxígeno en la solución de la muestra, disolvente y reaccionante, origina la liberación del yodo del yoduro de potasio, ésta reacción a veces conduce a resultados altos. La reacción se acelera por la luz y se aumenta por la presencia de peróxidos.

DISOLVENTES: Se emplea más corrientemente una mezcla de ácido acético glacial y cloroformo, que cualquier otro disolvente de grasas. Sin embargo los resultados pueden variar si se cambia la relación acética-cloroformica.

CONDICIONES DE REACCION: Entre las condiciones de reacción tenemos: el tiempo de reacción, la temperatura, son factores que alteran la reacción.

YODURO POTASICO: Es más conveniente una solución acuosa de yoduro de potasio, pero es fundamental que la solución esté saturada, con objeto de mantener un exceso de yoduro. Para asegurar ésta saturación debe haber cristales no disueltos de yoduro en el fondo de la solución.

VOLUMEN DE LA MUESTRA: El índice de peróxido varía con la cantidad de muestra, es decir, son desproporcionalmente bajos con cantidades crecientes de muestra.

III.11 VALOR DE pH

Fundamento

El valor de pH de una margarina es determinado en la fase acuosa suficientemente clara con un electrodo de vidrio. La fase acuosa es obtenida fundiendo la margarina a una temperatura que no exceda los 60°C y separando la capa de agua.

Equipo

Medidor de pH estándar: con electrodo de vidrio y calomelano.

Procedimiento

- 1.- Funda de 100-200 g. de margarina en un vaso de vidrio.
- 2.- Luego de enfriar, pipetee la cantidad requerida de suero de la capa acuosa y filtre a través de papel filtro.
- 3.- Mida el valor de pH a 18°C a la capa acuosa lo suficientemente clara.
- 4.- Asegúrese que la unidad de medición esté calibrado para determinar el pH y la temperatura, antes de su uso.
- 5.- Encender el equipo, presionar la tecla "ON/OFF".
- 6.- Sumergir el electrodo del pH y la sonda de temperatura en la solución de prueba, agitar y esperar un minuto para que se estabilice.
- 7.- La pantalla mostrará la lectura del pH compensada para la temperatura de la solución prueba. Ejemplo: 5.64
- 8.- Presione la tecla "RANGE" para seleccionar entre pH y la medición de temperatura.
- 9.- Si se desea compensación de temperatura manual, mueva la sonda de temperatura manual y anote la temperatura de la solución prueba usando un termómetro.
- 10.-Luego de cada medición apagar el equipo con la tecla "ON/OFF". Mantener el electrodo con un protector.

Observaciones

" Suficientemente claro " implica que todas las partículas que son removibles por centrifugación o filtrado, han sido de hecho removidas.

Si se usa leche en la preparación de las margarinas, la capa de suero puede no ser enteramente clara luego de centrifugar o filtrar.

Lavar el electrodo y el compensador de temperatura después de usarlo en cualquier solución, sea buffer o muestra.

No retirar del soporte, el electrodo ni el compensador de temperatura, en cualquiera de las mediciones que se realicen.

Apagar el equipo inmediatamente después de usarlo.

NOTA: En caso de que el Potenciometro se encuentre en reparación o dañado se prodecerá a determinar el pH con Tirillas de papel indicador de 0-14.

SECRETARÍA DE EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE CULTURA Y DEPORTE
SECRETARÍA DE ECONOMÍA
SECRETARÍA DE SALUD
SECRETARÍA DE TURISMO

III.12 ANALISIS EN SEMILLAS DE PREPARACION

Introducción

La **SEMILLA DE ACHOTE (BIXA ORELLANA)** de COMPRA LOCAL es utilizada como ingrediente en la preparación del achiote La Favorita, para recibirla y aprobar su compra se le debe determinar: Humedad, impurezas, granos dañados, color (extracción con aceite) en el concentrado y como producto final.

A) DETERMINACION DE HUMEDAD.-

Fundamento

La humedad es determinada en la balanza determinadora de humedad de la misma forma que el aceite, el agua contenida en la semilla de achiote previamente molida es evaporada por el calentamiento infrarrojo, y la pantalla de la balanza muestra el resultado a partir del peso inicial registrado en su memoria.

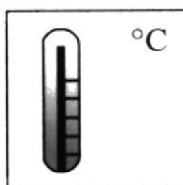
Materiales

Molino

Platillo de aluminio desechable

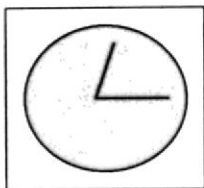
Procedimiento

1. Muela una pequeña cantidad de la muestra.
2. Inmediatamente encienda la balanza (aplastar la tecla **ON/OFF**)
3. Encender la lámpara infrarroja (aplastar el botón de color **NARANJA** localizado en la parte posterior izquierda).
4. Observar que la temperatura, el tiempo y el porcentaje, sean los correctos:
A) Temperatura: aplastar la tecla correspondiente y observar que esté en 140 °C inmediatamente aplastar la tecla **ENTER**. Para elevar la temperatura se lo realiza con la tecla; en caso contrario para bajar la temperatura con la tecla

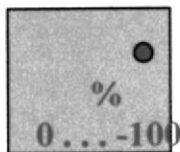


B) Tiempo

aplantar la tecla correspondiente y observar que esté en **AUTO**, o sea automático, luego dar **ENTER**.



C) PORCENTAJE : aplantar la tecla correspondiente y observar que el **BOTON ROJO** permanezca encendido.



- 4.- Levantar la tapa, colocar el platillo en la balanza (que calce en la medida), encerrar con la tecla **RE/ZERO** hasta que salga en la pantalla **0,000 g**.
- 5.- Mezcla la muestra, pesar 3 g. de **Achiote** previamente molido.
- 6.- Tapar y aplantar la tecla **START**, hasta que el botón rojo deje de parpadear y en la pantalla salga **0,0 %**
- 7.- Esperar hasta que el botón rojo **START** comience de nuevo a parpadear; observar el resultado en la pantalla. Ejemplo: - 0.35%
- 8.- Se lee directamente el resultado en porcentaje.
- 9.- Levantar la tapa, retirar el platillo y apagar todo el equipo en sentido contrario como el encendido.

Ejemplo: El resultado de una muestra de achiote fue de 16.42 % de humedad, esta semilla no podría ser comprada por la compañía ya que por el alto contenido de humedad podría desarrollar problemas de hongos durante su almacenamiento hasta que sea procesado, el resultado es comunicado al Jefe de Bodega para que no acepte el material.

B) DETERMINACION DE GRANOS DAÑADOS.-

Procedimiento

1. Pese 25 g de muestra de semilla de achiote.
2. Coloque las semillas previamente pesadas sobre un fondo blanco y por visualización separe los granos dañados, partidos, con mohos.
3. Pese los granos dañados resultantes
4. Determine el porcentaje de granos dañados por medio de regla de tres

Ejemplo:

Peso inicial: 25 g

Peso granos dañados: 0.82 g

$$\begin{array}{r} 25 \text{ g} \text{ ----- } 100 \\ 0.82 \text{ g} \text{ ----- } x = 3.28 \% \end{array}$$

si se tratara de la misma muestra a la que se determinó la alta humedad, podríamos ver que también se sale de la especificación de granos dañados, aunque un solo parámetro fuera de orden basta para rechazar una materia prima, con este serían dos los que están fuera de especificación.

G) DETERMINACION DE COLOR EN ACEITE CON ACHOTE.-

Fundamento

Se realiza una extracción del color de la semilla de achiote a nivel de laboratorio recreando las condiciones del proceso para determinar por escala dicromátrica el color del extracto y del producto terminado.

Procedimiento

- 1.- Se pesa 30g. de semilla de achote y se le agrega 60 ml. de aceite de oleína.
- 2.- Se calienta hasta 120°C, con agitación constante por unos 5 minutos para extracción total de la bixina.
- 3.- Se filtra y se observa el color en celda de 1". (**CONCENTRADO**)
- 4.- Del concentrado se toma 30 ml. y se lleva a 100ml con aceite de soya.
- 5.- Se observa el color en celda de 1" (**PRODUCTO TERMINADO**).

Especificaciones

Extracto: mínimo 70.0 amarillo, 70.0 rojo, 0.0 Celeste.

Producto Terminado: mínimo 33.0 amarillo, 33.0 rojo, 0.0 celeste.

III. 13 INDICE DE REFRACCION

Aplicación

La determinación del índice de refracción en grasa y aceites animales o vegetales se utiliza para su identificación así como para la establecimiento de su grado de pureza como una prueba complementaria.

Concepto

El índice de refracción se define como la relación de la velocidad de la luz de una longitud de onda definida (la línea medida D del sodio), en el aire y su velocidad en la grasa líquida o el aceite.

Introducción

El índice de refracción es una constante adimensional, que depende del carácter y del estado de una sustancia examinada. Puesto que es una constante de la grasa, es de utilidad tanto para la identificación como para el análisis cuantitativo.

El índice de refracción está en relación con la estructura y composición de los ácidos grasos, ambos aumentan conforme aumenta la longitud de las cadenas de hidrocarburos y el número de enlaces dobles de las cadenas.

Los índices de refracción de los glicérido simples, son considerablemente más altos que los de los correspondientes ácidos grasos.

Mientras que el índice de refracción esta relacionado con la estructura molecular y la insaturación, para un mismo tipo de aceite las variaciones debidas a ésta última son mayores que las variaciones por otras causas.

Por esta razón y porque el índice de refracción es fácil y rápidamente determinado, es un medio apropiado para seguir el proceso de la hidrogenación.

El índice de refracción de una sustancia depende de la longitud de onda a la que se haya medido. Normalmente, para las grasas y aceites, se emplea la luz de sodio, es decir, la línea D del sodio (5893Å).

El índice de refracción se lo expresa como n_D^t donde t es la temperatura en °C y D representa la línea de luz del sodio.

El índice de refracción varía con la longitud de onda de la luz empleada y con la temperatura a la que se realizan las mediciones. Por lo tanto para la uniformidad de los resultados, ambas deben normalizarse.

En general, el índice de refracción disminuye cuando aumenta la temperatura y cuando aumenta la longitud de onda del rayo luminoso; por lo general el n de refracción de la mayor parte de las sustancias se determinan a 25°C .

Pero existen excepciones, puesto que las sustancias a analizar deben estar en estado líquido en el momento de hacer la medición, entonces la temperatura varía ya que existen triglicéridos naturales que no son líquidos a 25°C . Esto ocurre en el caso de las grasas de animales y de aceites vegetales hidrogenados.

Es deseable un control exacto de la temperatura con un margen de $+ 0.2^{\circ}\text{C}$, puesto que los índices de refracción, tanto del disolvente como de las grasas y aceites animales y vegetales varían apreciablemente con la temperatura.

Fundamento

El índice de refracción de una grasa líquida o una muestra de aceite se mide por medio de un refractómetro adecuado a una temperatura usando una fuente de luz monocromática que emita una luz de longitud de onda bien definida (lámparas de vapor de sodio).

Equipos

REFRACTOMETRO: tipo ABBE capaz de medir índice de refracción con aproximación de $+ 0.0001$ y con un rango de $1,3000$ a $1,7000$.

FUENTE DE LUZ: lámpara de vapor de sodio.

BAÑO DE AGUA: termostáticamente controlado y equipado con una bomba de circulación, capaz de mantener la temperatura dentro de un rango de $+ 0,2^{\circ}\text{C}$ y conectado al refractómetro.

HORNILLA ELECTRICA

VASOS DE VIDRIO: con capacidad de 50 ml .

PAPEL FILTRO, AGITADOR, ALGODON, ALCOHOL.

Procedimiento

La preparación, calibración y medición depende del Refractómetro a usar:

Preparación de la Muestra

1. Homogeneizar bien la muestra.
2. Filtrar la muestra a través de papel filtro.

3. Calentar la muestra para eliminar cualquier resto de humedad que contenga. Enfriar a temperatura ambiente.
4. Leer el índice de refracción según el equipo que se va a utilizar:

A) REFRACTOMETRO AUTO ABBE REICHERT-JUNG

- 1.- La superficie del prisma y el orificio para la muestra deben estar completamente limpios después de que se lea cada muestra. Pequeños residuos pueden afectar la precisión de las lecturas.
- 2.- Seleccionar el modo con el cual se desea operar "ND".
- 3.- Presione la tecla "TEMP" para confirmar la temperatura, llevar y mantener a 25°C el baño.
- 4.- Poner la cantidad apropiada de la muestra (de 3 a 5 gotas), sin colocar el recipiente que se utiliza cerca del prisma, para evitar que se raye. La muestra debe cubrir el botón rojo.
- 5.- Cerrar la tapa y dejar por 2 min. la muestra.
- 6.- Presione la tecla "READ" y registre el valor.
- 7.- Apagar el equipo si no se va a realizar más lecturas de muestras.

B) REFRACTOMETRO AUTO ABBE MARK II

1. Estabilizar el equipo a 25 ° C de temperatura por lo menos 15 min.
2. Limpiar las superficies de los primas (móvil y fijo) con alcohol y con la ayuda de un algodón. Dejar secar.
3. Colocar unas gotas de muestra preparada en el prisma fijo y ajustar con el prisma móvil.
4. Dejar que la muestra se estabilice por un par de minutos, hasta que alcance la temperatura del mismo.
5. Ajustar la luz, de forma que se obtenga una lectura lo más clara posible.
6. Colocar la línea divisoria entre el campo oscuro y el campo claro exactamente en el punto de intersección de las líneas en cruz.
7. Leer el índice de refracción, aplastando el botón de "TEMP" para la temperatura (que se encuentra a 25°C) e inmediatamente aplastar el botón "READ" para la lectura de la muestra. Ejemplo 1.4570
8. Limpiar los prismas inmediatamente después de la lectura.

Ejemplo: la lectura de una muestra de soya cruda fue de 1.4727, este parámetro entra en las especificaciones, es registrado y confirma la identidad de la muestra, se procede a aprobar la muestra.

III.14 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE SAL

Introducción

Se describen dos métodos. Ambos métodos titulan con nitrato de plata, pero el método UMA 0123 utiliza cromato de potasio como indicador, de acuerdo a Mohr, en cambio el método UMA 0124 utiliza detección del punto final potenciométrico. El método UMA 0123 se conoce que da resultados irregulares en casos de muestras con un alto contenido proteico, en este caso, el método UMA 0124 debe utilizarse para todas las muestras.

Aplicación

Este método es apropiado para margarinas y untables grasos con un contenido de cloruro de sodio superior al 0.2%. Aplicado a muestras con 0.2% NaCl o menos, especialmente margarina para nutrición dietética, este método da valores muy altos. Es posible que este método de resultados irregulares debido a la presencia de proteínas en la muestra.

Concepto

El cloruro de sodio es el porcentaje en peso del cloruro de sodio determinado por titulación de nitrato de plata de acuerdo a Mohr.

Fundamento

El cloruro de sodio es extraído con agua caliente y determinado en la muestra neutralizada por titulación de nitrato de plata utilizando como indicador cromato de potasio.

Reactivos

1. Hidróxido de sodio, $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/l}$ solución acuosa.
2. Ácido sulfúrico, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.05 \text{ ml/l}$ solución acuosa.
3. Cromato de potasio, solución acuosa 10%
4. Nitrato de plata, $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/l}$ solución acuosa

Equipo

Matraz erlenmeyer, 300 ml

Bureta, los contenidos deben protegerse de la luz, ya sea con vidrio ámbar o envolviendo la bureta.

Balanza analítica, con exactitud de 0.5 mg.

Sistema de medición de pH con electrodo apropiado.

RECIBIDO
LABORATORIO
2008

Procedimiento

1. Preparación de la muestra

1.1 Muela partículas grandes y homogeneice la muestra.

2. Determinación

2.1 Pese con exactitud aproximadamente 3 g de la solución en el matraz erlenmeyer.

2.2 Añada 100 ml de agua destilada caliente, agite el matraz ocasionalmente y disuelva la muestra.

2.3 Neutralice los contenidos a pH de 6-7.

2.4 Añada 10 gotas de la solución de cromato de potasio.

2.5 Titule los iones de cloruro con la solución de nitrato de plata 0.1 mol/l hasta que se pueda observar un color rojo.

Cálculos

W	=	Peso (en g) de la muestra
V	=	volumen (en ml) de nitrato de plata
T	=	Molaridad del nitrato de plata
M (58.5 g/mol)	=	Masa molecular del cloruro de sodio

$$\text{NaCl \%} = \frac{V \times T \times M \times 100}{1000 \times W}$$

Ejemplo: se realiza la determinación de sal a una muestra de margarina.

$$W = 3.20 \text{ g}$$

$$V = 15.83 \text{ ml}$$

$$T = 0.0983$$

$$M = 5.85$$

$$\text{NaCl \%} = \frac{15.83 \times 5.85 \times 0.0983 \times 100}{1000 \times 3.20} = 0.28\%$$

según las especificaciones de la margarina (ver anexo 1), esta concentración de sal estaría muy elevada, por lo que se comunicaría el resultado al Jefe de Envasado y se procedería a poner en cuarentena ese lote, hasta que se tome la decisión más adecuada.

(ver nota 15.1 y 15.2)

Expresión de los resultados

Reporte la concentración de NaCl en 0.1%

Notas y Casos Especiales

- Debido a la naturaleza del cambio de color, usualmente se observa muy tarde. Se puede corregir esto restando 0.1 ml del volumen observado.
- Las muestras que tengan menos de 0.2% de NaCl deben ser titulados con nitrato de plata 0.05 ml/l, o utilizando el método UMA 0124.
- El agua destilada utilizada debe estar bien caliente para obtener una buena disolución de la margarina, además el agua destilada debe estar libre de cloruros.
- Al pesar (en balanza analítica) la margarina en el matraz o fiola, no dejar restos en las paredes, evitando de ésta manera la pérdida de muestra y el resultado resulte erróneo.
- La agitación de la solución de la margarina mientras se está enfriando, debe ser cada 5 minutos para una mejor extracción de los cloruros con el agua caliente
- En la observación del punto final, se debe tener en cuenta
 - a) Observar que aparezca un precipitado de color blanco, que corresponde a la formación de cloruro de plata.
 - b) Observar que el de color, de amarillo (color inicial del indicador cromato de potasio) a pardo - anaranjado del punto final no sea acentuado.

III.15 DETERMINACIÓN DEL SLIP POINT

Introducción

Hay muchos métodos para determinar el “punto de fusión”, “punto de solidificación” o “punto de deslizamiento” (slip point) de una grasa; estos métodos frecuentemente dan valores diferentes e incluso con un solo método, diferentes laboratorios pueden obtener diferentes resultados.

Los problemas son causados por el hecho de que las grasas no tienen un punto de fusión, sino un rango de fusión. Más aún, el rango de fusión de una grasa depende del pre-tratamiento de la muestra, por ej. En su estado de cristalización. La transición de temperaturas entre las modificaciones de los cristales y la tasa de transición varía para diferentes grasas y esto significa y esto significa que es imposible realizar un método estándar uniforme aplicable a todas las grasas. Cualquier método es obligado a ser un compromiso: los resultados obtenidos sólo tendrán un valor relativo, y la reproductibilidad será razonable sólo cuando el método sea minuciosamente estandarizado.

El slip point puede ser determinado por un método manual, que se describe aquí o por un método automático, descrito en el método UMA 0033. Sin embargo, los resultados de los dos métodos en general no son comparables, especialmente con aceites y grasas que muestra polimorfismo (como aceites y grasas que contengan ácido láurico).

Más aún, en muchos países se utilizan métodos manuales ligeramente diferentes, que en general no caracterizan la tasa de enfriamiento y calentamiento muy bien. Consecuentemente, el método manual con frecuencia lleva resultados no reproducibles, especialmente entre laboratorios, pero también dentro del mismo laboratorio.

El método automático tiene la ventaja de que es reproducible tanto dentro como entre laboratorios. Sin embargo, los resultados no se pueden comparar con el método manual ya que:

- Las tasas de enfriamiento (y calentamiento) entre los métodos son diferentes.
- El método manual utiliza presión hidrostática y el método automático utiliza presión neumática.
- El método manual utiliza capilares de vidrio, mientras que el método automático utiliza capilares metálicos (resultando en una diferencia en el coeficiente de fricción).

Debido a que el monitor de slip point utilizado en el método automático es un desarrollo Unilever, sólo está disponible para compañías Unilever. Su aplicación principal por lo tanto es para proceso-control, mientras que para transacciones comerciales con una parte no Unilver frecuentemente se utiliza el método manual prescrito.

Concepto

El punto de deslizamiento en una grasa o aceite, es la temperatura a la cual una muestra de grasa o aceite, previamente solidificada, se desliza dentro de un tubo capilar abierto.

Fundamento

Una pequeña columna de grasa fundida es cristalizada directamente en su forma inestable, dentro de un capilar de punto de fusión abierto en ambos extremos. El tubo capilar es luego fijado a un termómetro e introducido a un baño de agua, de tal modo, que toda la columna de grasa este bajo el nivel del agua. El baño es calentado en forma establecida y se anota la temperatura a la cual la grasa contiene la cantidad justa de componentes líquidos, para que la columna de grasa se desplace hacia arriba, bajo la fuerza de la presión hidrostática.

Sustancias y Materiales

Hielo

Cloruro de sodio

Equipos

Aparato eléctrico de calentamiento. La tasa de calentamiento debe ser tal, que cuando la grasa sea calentada de 5°C, la altura en la temperatura de 25 – 35°C toma lugar en 2.5 – 3 minutos.

Termómetro calibrado.- graduado en 0.5°C.

Recipiente de vidrio para agua.

Capilares de slip point. Abiertos a ambos lados, diámetro interno 0.9 – 1.1 mm, grosos de paredes 0.15 – 0.20 mm, longitud 5 cm.

Procedimiento

1. Llenado de los capilares de slip point

- Derrita la muestra de grasa completamente, mezcle bien de tal manera que quede homogéneo, y filtre. Sumerja los capilares de slip point en la grasa de tal manera que la columna sea de 1 cm de largo.

- Limpie los capilares rápidamente en el exterior inmediatamente después de llenarlos y entonces colóquelos contra un hielo por pocos segundos hasta que se de la solidificación.
- Adapte no mas de 4 capilares llenos al termómetro con un anillo de caucho, de tal manera que la columna de grasa esté a la altura del bulbo de mercurio del termómetro.
- Coloque el termómetro y los capilares dentro de una mezcla 2:1 de hielo y sal a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ y manténgalos ahí por 5 minutos.

2. Determinación del slip point

- Llene el recipiente de agua a una temperatura no mayor a 10°C para slip points de hasta $40\text{ }^{\circ}\text{C}$. (Con slips points mayores, se puede tomar agua a temperatura ambiente).
- Suspnda el termómetro con los capilares llenos exactamente en el centro del recipiente con agua, de tal forma que la punta inferior del capilar esté 3 cm por dbajo de la superficie de agua.
Encienda el calentamiento eléctrico y determine la temperatura hasta el 0.5°C mas cercano en el cual la grasa, después de formar un menisco, se desprenda completamente del extremo inferior del capilar y se eleve.

Ejemplo

Al igual que la determinación de sólidos, el slip point es un parámetro de referencia sobre el comportamiento de las grasas y un índice de su dureza.

Slip point de una estearina: $45.5\text{ }^{\circ}\text{C}$, esta grasa tiene un slip point alrededor del especificado para ella.

DE
Escriba
aquí

CONCLUSIONES

- ❖ La Corporación Jabonería Nacional, División Aceites y Grasas es una empresa que a través de los años, en su larga trayectoria en la manufactura de aceites y grasas, ha estado siempre preocupada de la calidad de sus productos, y ha ido incorporando poco a poco más controles del proceso, análisis físico-químicos, microbiológicos, de evaluación sensorial, considerando que se debe garantizar la satisfacción del consumidor y que es importante mantener un lugar en el mercado nacional que garantice sus operaciones, y en estos momentos, sobrellevar la recesión nacional.
- ❖ La presencia del Laboratorio Central no sólo se justifica por el estricto control de la calidad de los productos, sino también por la reducción de pérdidas económicas a la compañía que podrían resultar de reclamos, quejas de clientes, devoluciones, productos con problemas en el proceso, reprocesos excesivos, pérdida del mercado, etc. Esto se realiza ya que las fallas son detectadas a tiempo, se garantiza la calidad de los productos para los diferentes procesos y su comportamiento en los mismos.
- ❖ Las prácticas profesionales colocan en un ambiente muy parecido al de un empleo estable, y dan al estudiante la oportunidad de comenzar a relacionarse con las diferentes áreas alimenticias, ayudan al desenvolvimiento con personas de diferentes cargos. Aquí se puede dar cuenta de a qué área se tiene más afinidad para establecerse o especializarse dentro de la carrera, como producción, laboratorio, control de calidad, etc.
- ❖ Los diferentes sistemas de calidad (ISO, TPM) aplicados en las industrias con asesoría internacional, como el caso de la Corporación Jabonería Nacional, son con el fin de globalizar y mejorar la forma de fabricar y de trabajar, tratando de equilibrar lo que desde hace tiempo buscan todas las empresas: calidad y ganancias.

RECOMENDACIONES

- Es importante y de mucha utilidad al trabajar en el área de laboratorio conocer en primer lugar el procesamiento de los productos, de esta manera se puede asociar la razón de los análisis en los diferentes puntos de control, así como detectar mejor cualquier anomalía en los productos.
- Es recomendable para cualquier planta de procesamiento, de cualquier tamaño, contar con todo tipo de procedimientos escritos ya sean de limpieza, elaboración de productos hasta embalado. En el caso del laboratorio es importante contar con procedimientos que sirvan como guía para el analista para realizar todos los análisis necesarios al momento de recibir materia prima, analizar productos en proceso y productos terminados.
- Otra parte importante que no debe faltar en las plantas de procesamiento de alimentos son las especificaciones que normalicen la calidad de los productos y regulen el estado de la materia prima y productos en proceso.
- Tanto las especificaciones de los productos como los procedimientos deben encontrarse a disposición de los analistas en el laboratorio, para consultarlos inmediatamente en caso de dudar de resultados o qué análisis deben realizarse a cualquier muestra que llegue.
- Especialmente importante es tener a disposición todas las técnicas de análisis que se realicen en el laboratorio.
- Es importante conocer y seguir el reglamento de seguridad industrial, y en caso de no existir, enterarse de las normas a seguir en los usos de reactivos peligrosos y cumplir con todas las advertencias y recomendaciones de seguridad. Es importante que en cualquier laboratorio ya sea de una industria alimenticia grande o pequeña, se actualicen los métodos que se utilizan, y que éstos sean respaldados por organismos internacionales como ISO, en el caso de los fabricantes de aceites, la AOCS, o la compañía que maneja la fábrica, en este caso Unilever.
- Existen temas que a pesar de los buenos conocimientos, información técnica y científica son vistos brevemente durante los estudios universitarios, en la carrera de Tecnología de Alimentos sería de mucha utilidad profundizar temas como realizaciones de procedimientos, sistemas de calidad (ISO, TPM, etc) ya que en la actualidad son los temas mas aplicados en la industria manufacturadora de alimentos.

BIBLIOGRAFÍA

- MEHLENBACHER, V.C. Enciclopedia de la Química Industrial.. Primera edición. Tomo 6: Análisis de Grasas y Aceites. Ediciones Urmo. Bilbao, España, 1979. Pg 149
- Manual de Técnicas de Análisis de la AOCS
- Base de datos Lotus Notes
- Técnicas de Análisis Unilever Andina, Colombia. 1983.
- BERNARDINI, E. Tecnología de Aceites y Grasas. Primera Edición, Segunda Reimpresión. Editorial Alambra. Madrid, España. 1986.

ANEXOS

ANEXO # 1

ESPECIFICACIONES DE LA MARGARINA

<u>Análisis</u>	<u>Rangos</u>	<u>Microbiológico:</u>
Humedad:	15.0 a 16.0 %	Coliformes:10ufc/gr. máx
Sal:	0.15 %	Bacterias totales:300 ufc/gr. máx
Acidez:	0.15 máx.	Hongos:20 ufc/gr. máx. .
I. peróxido:	0.4 máx.	Levaduras: 40ufc/gr. máx.
N10:	53.0 - 60.0	
N20:	32.0 - 38.0	
N30:	13.0 - 16.0	
N35:	8.0 - 11.0	
N40:	2.0 - 5.0	
O.S.I Time a 110°C		
Grasa:	80%	
pH:	5.5 - 6.0	
Slip point:	40.0 - 41.0	

ANEXOS # 2
Reportes de Análisis

CORPORACION JABONERÍA NACIONAL División Aceites y Grasas Departamento de Laboratorio de Control de Calidad	ANÁLISIS DE TANQUES ALMACENAMIENTO				
Material y Número de Tanque	<i>Acidez</i>	<i>I. Peróxido</i>	<i>Color</i>	<i>S. Point</i>	<i>S Y O</i>
<i>POs (Estearina) tanque 40</i>	0.02	0.0	25.0-2.5-0.0	45.5	B
<i>FH37 (aceite de pescado hidrogenado) tq 51</i>	0.02	0.0	21.0-2.1-0.0	48	B
<i>PK (palmiste) tanque 42</i>	0.03	0.1	18.0-1.8-0.0	37	B
Observaciones:	<p style="margin-top: 20px;"><i>Jefe de Laboratorio Central</i></p>				
Analista:	<p><i>Jefe de Laboratorio Central</i></p>				

IFCC-23347

CORPORACION JABONERÍA NACIONAL División Aceites y Grasas Departamento de Laboratorio de Control de Calidad	ANÁLISIS DE TANQUES ALMACENAMIENTO				
Material y Número de Tanque	<i>Acidez</i>	<i>I. Peróxido</i>	<i>Color</i>	<i>S. Point</i>	<i>S Y O</i>
<i>POs (Estearina) tanque 40</i>	0.02	0.0	25.0-2.5-0.0	45.5	B
<i>FH37 (aceite de pescado hidrogenado) tq 51</i>	0.02	0.0	21.0-2.1-0.0	48	B
<i>PK (palmiste) tanque 42</i>	0.03	0.1	18.0-1.8-0.0	37	B
Observaciones:	<p style="margin-top: 20px;"><i>Jefe de Laboratorio Central</i></p>				
Analista:	<p><i>Jefe de Laboratorio Central</i></p>				

IFCC-23347

ANEXOS # 2

CORPORACION JABONERÍA NACIONAL División Aceites y Grasas Departamento de Laboratorio de Control de Calidad		RECEPCIÓN DE ACEITES CRUDOS		
Material Recibido:		Procedencia:		
ANÁLISIS DETERMINADOS		INICIAL	FINAL	PROMEDIO
ACIDEZ (%)				
HUMEDAD (%)				
IMPUREZAS (%)				
COLOR (Amarillo-Rojo-Celeste)				
I. REFRACCIÓN				
Observaciones: drenaje:		APROBADO		RECHAZADO
		Jefe de Laboratorio Central		
Analista:				

IFCC-01728

CORPORACION JABONERÍA NACIONAL División Aceites y Grasas Departamento de Laboratorio de Control de Calidad		RECEPCIÓN DE ACEITES CRUDOS		
Material Recibido:		Procedencia:		
ANÁLISIS DETERMINADOS		INICIAL	FINAL	PROMEDIO
ACIDEZ (%)				
HUMEDAD (%)				
IMPUREZAS (%)				
COLOR (Amarillo-Rojo-Celeste)				
I. REFRACCIÓN				
Observaciones: drenaje:		APROBADO		RECHAZADO
		Jefe de Laboratorio Central		
Analista:				

IFCC-01728

B I B L I O T E C A
 ESCUELA N.º 10000

ANEXOS # 3

**TECNICAS DE ANALISIS
DETERMINACION DE CERAS**

**METODO :
A.O.C.S. pág.284 vol.59 n°7
Método Turbidimétrico**

DETERMINACION DE CERAS

CONCEPTO.-

Las ceras son una mezcla o compuestos orgánicos de bajo punto de fusión, de alto peso molecular, sólido a bajas temperaturas y, generalmente, similar en composición a grasas y aceites, excepto en que no contienen glicéridos. No tóxicos.

INTRODUCCION.-

Las ceras en las semillas de aceite son difíciles de medir por su baja concentración en aceites (0,02-0,35%). Muchos métodos han sido practicados los mismos que dan una cantidad aproximada del contenido de ceras en el aceite, cada uno contiene sus ventajas y desventajas.

Existe el método Gravimétrico que involucra el uso de un proceso de extracción que requiere un equipo especial y largo tiempo de extracción.

Otro método practicado en el laboratorio involucra la Cromatografía de Gas Líquido (GLC) que analiza los alcoholes hidrolizados de los esteres de las ceras. Aunque nos da valores aproximados, no nos permite una rápida determinación del contenido de ceras.

Un método más rápido practicado por Brimberg y Wretensjo usa la turbidez del aceite enfriado como una medida del contenido de cera.

Aunque no puede ser aplicado a aceites crudos, Caupeil ha practicado bastante un método sofisticado que usa Láser, que detecta microcristales formados en el aceite frío. Este, también es un método rápido, pero que requiere equipamiento más especializado.

Los métodos presentados aquí es una modificación de Brimberg y Wretensjo, usando algunos solventes, principalmente de winterización para dar un método que es rápido y que es aplicado a aceites crudos y procesados.

REACTIVOS:

SOLVENTE: Acetona, Q.P.

BAÑO DE AGUA: que mantenga a 0°C y otro baño de agua caliente.

TUBOS DE VIDRIO: de tapa rosca, especiales para el Turbidímetro.

MATRAZ O PROBETA: graduadas 25 ml.de capacidad. Y matraz de 50 ml.

VASO O BEAKER: capacidad de 150 ml.

GASA, PAPEL FILTRO, TERMOMETRO, HORNILLA ELECTRICA ó plancha eléctrica

PROCEDIMIENTO.-

- 1.- *La muestra de aceite es calentada en la hornilla eléctrica a 130°C, para evaporar la humedad.*
- 2.- *Filtrar en caliente a través de un papel filtro Whatman # 40, para remover material insoluble.*
- 3.- *Enfriarlo hasta temperatura ambiente.*
- 4.- *Medir 25 ml. de acetona Q.P. y transferir a una matraz de 50ml.*
- 5.- *Agregar cantidad suficiente de aceite, hasta el enrase del matraz de 50 ml.*
- 6.- *Mezclar el aceite con la acetona y transfíralos al tubo especial para el Turbidímetro, hasta la línea de enrase.*
- 7.- *Tapar y calentar el tubo por 5 minutos en un baño de agua caliente hasta que se aclare.*
- 8.- *Transferir el tubo a un baño a 0°C por 5 minutos.*
- 9.- *Retirar el tubo y limpiarlo con gasa limpia. Realizar la lectura, comenzando por 200 NTU y bajando hasta 2 NTU, si es que contiene menos de 2 NTU.*
- 10.- *La turbidez es medida en Nephelometric Turbidity Units (NTU).*
- 11.- *Se reporta directamente en NTU. Para aceites deodorizados debe ser más bajo de 1 NTU.*

RESULTADOS Y DISCUSIONES.-

$$1 \text{ NTU} = 15 \text{ ppm}$$

Con el propósito de obtener una medida aproximada de las ceras del aceite por el proceso turbidimétrico, una completa o cercana cristalización de la cera es requerida. La winterización puede

llevarse a cabo más rápido y completamente si una mezcla de acetona y hexano es adicionado al aceite.

Porque las ceras son relativamente insolubles en acetona, la adición de acetona en el aceite es usado para extraer las ceras por cristalización. Brimberg y Wretensjo sugirieron que las medidas del turbidímetro en el aceite crudo serán difíciles debido a la presencia de fosfolípidos, los mismos que retardan la cristalización.

El uso de acetona descrito aquí hace posible la aplicación del método turbidimétrico a aceites crudos. Una mezcla de 50:50 de acetona y aceite es colocada en un baño de hielo y leído después de 5 min. La formación de nubes fue completa y uniforme para todas las muestras después de los 5 min. Tiempos más largos de enfriamiento produce error en la medida debido a acentamiento y coagulación.

Con muchas muestras la mezcla se vuelve turbia tan pronto como el aceite es adicionado a la acetona y si la muestra fuere enfriada a un baño de hielo y luego leídas, se obtendrían resultados pobre. Se ha descubierto que si las muestras fueran primero calentadas en un baño de agua caliente hasta que se aclaren y luego colocadas en un baño frío, las lecturas serían uniformes y reproducibles.

Los resultados de la turbidimetría y las medidas GLC de ceras son comparados y exámenes visuales de aceites puestos en refrigeración, los resultados de los valores turbidimétricos para contenido de cera, concuerdan muy bien con los valores determinados por el GLC. El promedio estandar de desviación para ambos GLC y valores turbidimétricos para ceras en análisis triplicados es de + 10%.

Aceites crudos y en varias etapas de procesamiento siempre muestran buena concordancia entre GLC y valores turbidimétricos. Casi en todos los casos, los valores GLC son un poco altos con relación a los valores turbidimétricos. Esto es probablemente debido a la incompleta cristalización de la cera.

Aunque no es dañino para la salud del ser humano, las ceras formarán un precipitado turbio durante la refrigeración del aceite, lo cual no es aceptado por los consumidores. Un aceite de buena calidad se mantendría 7 días libre de formación de turbidez durante la refrigeración a 1 °C.

Aunque ahí parece haber una buena concordancia entre los valores GLC y los valores de cera turbidimétricos, ninguno de ellos puede predecir la concentración de cera en la que una muestra de aceite se mantendría libre de formación de turbidez. Todos los aceites crudos se vuelven turbios en menos de un día y muchos tan pronto como son refrigerados en un cuarto templado.

Mientras el contenido de cera baje de 100 ppm, el tiempo de enturbiamiento sería mayor, pero una correlación no podría ser obtenida entre el contenido de cera y el tiempo de enturbiamiento, particularmente en contenido bajos de cera.

UNILEVER METHOD OF ANALYSIS

Número UMA:	0045	Versión Actual:	1
Código Antiguo :	A.IIIb.6, A.IVf.5	Expedición:	05/02/97
		Fecha Actual:	07/01/2000
Tipo de Producto:	Aceites – Grasas - Untables		
Título:	Cold Test		

Texto Uma:

INTRODUCCION

Se espera que los aceites líquidos se mantengan claros independientemente del periodo de almacenamiento a temperatura ambiente. Sin embargo, algunos aceites tienden a enturbiarse como resultado de la precipitación de material ceroso. Las bajas temperaturas de almacenamiento promueven dicha precipitación y se necesita un ensayo en frío para evaluar la estabilidad del aceite

1 APLICACIÓN

El método puede aplicarse a todos los aceites secados y refinados con la excepción del aceite de **groundnut**. Puede utilizarse para seguir el proceso de winterización (de aceite de girasol) lo cual implica la reducción gradual del contenido de cera y esterolester en el aceite.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

AOCS Cc 11-53 (93) "Grasas y Aceites Comerciales, Cold Test"

3 CONCEPTO

El método caracteriza un aceite con respecto a su capacidad de permanecer clara durante el almacenamiento a 0°C.

4 FUNDAMENTO

Un aceite es enfriado a 0°C ó 10°C, por espacio de 5 1/2 a 12 horas, es chequeado visualmente, hasta presencia de una nubosidad, causada por la aparición de cristales de grasa.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 Agua helada a 0°C. El agua helada es preparada mezclando cubos de hielo picados y agua.

6 EQUIPOS

6.1 TUBOS DE MUESTRA: de vidrio claro y provisto de tapas roscas que cierren herméticamente.

6.2 BAÑO DE AGUA O ESTUFA: de 0 o 10 °C respectivamente la temperatura y la capacidad es suficiente para permitir la inmersión total del tubo.

6.3 TERMOMETRO: de -10 a 100 °C.

6.4 BEAKER O VASO: de 50 ml. de capacidad

6.5 PAPEL FILTRO, HORNILLA ELECTRICA.

- 13.3 Si se desea, esta prueba puede continuarse por re-examinación de la muestra en intervalos diarios después de la examinación de 5 ½ horas. La muestra puede ser colocada en un refrigerador a temperatura entre 0 y 5°C. En caso del aceite de girasol, se puede considerar al aceite libre de cera si después de 5 días no hay aparición de nubosidad o turbidez.
- 13.4 Algunas descripciones del Cold Test prescriben 24 horas a 0°C. Ambos períodos, 5 ½ y 24 horas no pueden excluir que el aceite se enturbie después de un periodo de tiempo mas largo. Sin embargo, Unilever Research Vlaardingen busca actualmente un método alternativo para el cold test.

14 REFERENCIAS

ISO/DIS 4142 (1997) "Material de vidrio para laboratorio. Tubos de prueba y tubos de cultivo."

Norma
EcuatorianaMARGARINA
REQUISITOS

INEN 276

OBLIGATORIA

1. OBJETO

1.1 Esta norma tiene por objeto establecer los requisitos que debe reunir la margarina de mesa, destinada a consumo humano directo.

2. TERMINOLOGIA

2.1 *Margarina*. Es un producto graso comestible, de consistencia plástica, constituido por agua, leche o una mezcla de ambas, emulsionadas en grasas y/o aceites comestibles que no procedan de la leche.

3. DISPOSICIONES GENERALES

3.1 *Características generales*. La margarina de mesa deberá presentar consistencia firme y uniforme a la temperatura de 15°C. El sabor y olor deberán ser los típicos del producto fresco, sin indicios de rancidez, emulsionamiento, sabor amargo, o cualquier otro sabor u olor extraño u objetable. El color deberá ser amarillo uniforme.

3.2 *Requisitos de fabricación*. La margarina de mesa deberá obtenerse a partir de materia prima y sustancias en perfecto estado de conservación. Se permitirá el empleo de las materias primas siguientes: grasas y aceites aptos para consumo humano, o sus mezclas, que se hayan sometido o no a un proceso de modificación; agua bacteriológicamente potable, leche pasteurizada (entera o descremada), crema de leche pasteurizada, leche en polvo (entera, semidescremada o descremada) debidamente reconstituida y pasteurizada; cualquier combinación de los productos lácteos mencionados anteriormente, los cuales pueden ser o no sometidos a la acción de fermentos lácteos seleccionados.

3.3 Aditivos

3.3.1 Como estabilizadores de la emulsión podrán agregarse las sustancias siguientes:

- Lecitina, en dosis máxima de 0,50/o.
- Mono y/o diglicéridos de ácidos grasos, en dosis máxima de 0,50/o.
- Mono y/o diglicéridos de ácidos grasos esterificados con los siguientes ácidos: acético, acetiltartárico, cítrico, láctico, tartárico, y sus sales de sodio y calcio, en dosis máxima de 1,00/o.

3.3.2 Como sustancias conservadoras podrán incorporarse las siguientes:

- Ácido sórbico y/o sus sales de sodio, potasio y calcio, en dosis máxima de 0,10/o.
- Ácido benzoico y/o sus sales de sodio y potasio, en dosis máxima de 0,10/o.
- Mezclas de los ácidos y/o sales mencionados anteriormente, en dosis máxima de 0,10/o.

3.3.3 Como colorantes podrán agregarse, sin limitación, una o varias de las sustancias siguientes:

(Continúa)

- a) Beta-caroteno
- b) Achiote (*Bixa orellana*)
- c) Cúrcuma (*Cúrcuma longa* y *tinctoria*).

3.3.4 Como aromatizantes podrán agregarse cultivos lácteos seleccionados o sus derivados.

3.3.5 Como antioxidantes podrán agregarse una de las sustancias o mezclas siguientes:

- a) Galatos de propilo, octilo y dodecilo, butil hidroxitolueno (BHT) y butil hidroxitianisol (BHA), en dosis máxima de 0,01% aislados o combinados.
- b) Palmitato y estearato de ascorbilo, en dosis máxima de 0,02% aislados o combinados.
- c) Tocóferoles naturales o sintéticos, en dosis máxima de 0,03% aislados o combinados.

3.3.6 Como estabilizantes de los antioxidantes podrán agregarse una de las sustancias siguientes:

- a) Ácido cítrico, en dosis máxima de 0,01%.
- b) Ácido fosfórico, en dosis máxima de 0,005%.
- c) Ácido tartárico, en dosis máxima de 0,01%.
- d) Ácido ascórbico, en dosis máxima de 0,15%.
- e) Citrato de lecitina, en dosis máxima de 0,01%.
- f) Citrato de n-propilo, en dosis máxima de 0,01%.

4. REQUISITOS DEL PRODUCTO

4.1 La margarina de mesa, ensayada de acuerdo con las Normas Ecuatorianas correspondientes, deberá cumplir con las especificaciones establecidas en la tabla 1.

TABLA 1. Especificaciones de la margarina

REQUISITOS	Mín. %	Máx. %	METODO DE ENSAYO
Grasas	80	-	INEN 165
Humedad	--	16	INEN 164
Acidez (a)	--	0,3	INEN 38
Cloruro de sodio	--	3,5	INEN 163
a) como ácido oleico.			

2.

OK.

(Continúa)

* Los métodos de ensayo usados para la manteca son los mismos que para la margarina.

4.2 La margarina, ensayada de acuerdo con la Norma INEN 275, deberá contener vitamina A, en dosis mínima de 20 000 y máxima de 30 000 unidades internacionales por kg, y vitamina D, en dosis mínima de 2 000 y máxima de 4 000 unidades internacionales por kg, de acuerdo a la Norma INEN 232.

4.3 La margarina, ensayada de acuerdo con las Normas Ecuatorianas correspondientes, deberá cumplir con las especificaciones microbiológicas establecidas en la tabla 2.

TABLA 2. Especificaciones microbiológicas.

REQUISITOS	Máx. (U/g)	METODO DE ENSAYO
Gérmes comunes	50 000	INEN 170
Gérmes coliformes	10	INEN 171
Hongos y levaduras	20	INEN 172

5. MUESTREO

5.1 El muestreo deberá realizarse de acuerdo con la Norma INEN 5.

6. MARCADO Y ROTULADO

6.1 El material de envase deberá ser resistente a la acción del producto, de manera que no afecte o altere las características organolépticas y la composición del producto.

6.2 En el rótulo del envase deberá constar la siguiente información:

- a) Número de Registro Sanitario.
- b) Designación del producto: "Margarina de Mesa".
- c) Marca comercial registrada.
- d) Razón Social del fabricante.
- e) Fecha de elaboración.
- f) Aditivos añadidos, en porcentaje.
- g) Contenido de vitaminas.
- h) Masa neta expresada en gramos.
- i) Lugar de fabricación del producto: "Fabricado en el Ecuador".
- j) Indicación de la materia prima fundamental utilizada, según lo cual, podrá ser: "Margarina de origen vegetal", "Margarina de origen animal" o "Margarina de origen animal-vegetal".

6.2.1 No se emplearán leyendas alusivas a la mantequilla.

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

- INEN 5 *Grasas y aceites comestibles. Muestreo.*
 INEN 38 *Grasas y aceites. Determinación de la acidez.*
 INEN 163 *Mantequilla. Determinación del contenido de cloruro de sodio.*
 INEN 164 *Mantequilla. Determinación de la pérdida por calentamiento.*
 INEN 165 *Mantequilla. Determinación del contenido de grasa.*
 INEN 170 *Mantequilla. Gémenes comunes.*
 INEN 171 *Mantequilla. Contaje de bacterias coliformes.*
 INEN 172 *Mantequilla. Levaduras y hongos.*
 INEN 275 *Margarina. Determinación de vitamina A.*
 INEN 282 *Margarina. Determinación de vitamina D.*

Z.2 NORMAS PUBLICADAS SOBRE EL TEMA

- INEN 276 *Margarina. Requisitos.*

Z.3 BASES DE ESTUDIO

Norma Colombiana ICONTEC 241. *Grasas y aceites comestibles. Margarina de mesa.* Instituto Colombiano de Normas Técnicas. Bogotá, 1969.

Norma CAC/RS 32. *Norma Internacional recomendada para la margarina.* Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias. Comisión Codex Alimentarius. Roma, 1969.

Norma Sanitaria de Alimentos O/SANPAN-IAUUIZ. *Margarina.* OPS/OMS, Oficina Sanitaria Panamericana. Washington, 1969.

BAILLY, Albert. *Acetes y grasas industriales.* 2da. ed. Editorial Reverté, S.A., 1961. pp. 207 y 217.