

T
664.752
AND

ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DEL LITORAL



INSTITUTO DE TECNOLOGIAS

PROGRAMA DE TECNOLOGIA EN ALIMENTOS

INFORME DE PRACTICAS PROFESIONALES

Previo a la Obtención del Título de
TECNOLOGO EN ALIMENTOS

REALIZADO EN:
SURINDU S. A.

A U T O R
Gianna Elizabeth Andrade Gámez



Año Lectivo

2003 - 2004

Guayaquil - Ecuador

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL
LITORAL

INSTITUTO DE TECNOLOGÍA

PROGRAMA DE TECNOLOGÍA DE
ALIMENTOS

INFORME DE PRACTICAS PROFESIONALES

PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE TECNÓLOGO EN ALIMENTOS

REALIZADO EN:

SURINDU S.A.

AUTOR:

GIANNA ELIZABETH ANDRADE GÁMEZ



MBA. MARIELA REYES
PROFESOR GUÍA



DRA. GLORIA BAJAÑA
PROFESOR SEGUNDA REVISIÓN

AÑO LECTIVO
2003-2004
GUAYAQUIL - ECUADOR

Nestlé Ecuador s. a.

Industrial Surindu s.a.

RUC:0991366849001

Fabrica Sur

Av. Domingo Comín y Ernesto Albán

Apartado 09-01-4621



Teléfono: 2 443-730

Fax: 2 441-940

Guayaquil, 23 de Octubre de 2003

CERTIFICADO

Certificamos que la Srta. Gianna Andrade realizó sus prácticas desde el 6 de Enero hasta el 11 de Abril del 2003 en Industrial Surindu s.a., en el Departamento de Aseguramiento de la Calidad, con un reporte directo a Silvia Argüello, Jefe del área.

Atentamente,


Mariella Letamendi
Jefe de RR.HH.



INSTITUTO DE TECNOLOGÍAS

PROGRAMA DE TECNOLOGÍA EN ALIMENTOS



EVALUACION DEL PRACTICANTE

NOMBRE DEL PRACTICANTE: Gianna Andrade.

DENOMINACION DEL CARGO: Ayudante de Laboratorio analisis fisico-Químico.

FECHA: 23 de Abril del 2003

A.- Asigne una calificación entre 1 al 10 en cada uno de los siguientes aspectos. Si alguno no es aplicable, por favor no lo califique.

1.- Interés en el trabajo	-----	9	-----
2.- Conocimientos	-----	9	-----
3.- Organización	-----	8	-----
4.- Habilidad para aprender	-----	9	-----
5.- Creatividad	-----	8	-----
6.- Puntualidad	-----	9	-----
7.- Cumplimiento de las normas de seguridad	-----	9	-----
8.- Cantidad de trabajo (rendimiento)	-----	9	-----
9.- Relaciones con el personal	-----	10	-----
10.- Habilidad para comunicarse	-----	9	-----
11.- Responsabilidad	-----	9	-----
12.- Trabaja bajo presión	-----	9	-----

B.- MARQUE CON UNA CRUZ

1.- Durante el desarrollo de la práctica el estudiante acogió favorablemente críticas y sugerencias.

Siempre A menudo Rara Vez ----- Nunca -----

2.- De los 30 días hábiles inasistió al trabajo?

0 - 10% ----- Más del 10% -----

3.- La jornada de trabajo semanal fue de:

5 días ----- 6 días -----

4.- El promedio de horas trabajadas por día fue:

Menos de 6 horas ----- 6 - 8 horas -----

C.- COMENTARIOS ADICIONALES:

Mucho desempeño y responsabilidad en las tareas a ella asignada.

D.- LLENADA POR: Tecnlg. Mickey Quevara.

CARGO: Pronta, Valquiria Prinos FIRMA Y SELLO: Mickey Quevara J. Gianna Andrade

NOMBRE DE LA EMPRESA: NESTLE ECUADOR FCA. SUR TELF. 2 445 780

W. J. SILVA FIGUEROA S.
M.S.P.D.P.S.G. No. 454
C.O.F.G. No. 1.351

Guayaquil, 20 de Octubre de 2003

Ing.
Luis Díaz
Coordinador (e) del Programa de Tecnología de Alimentos
Escuela Superior Politécnica del Litoral

Ciudad.-

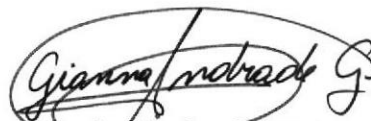
De mis consideraciones

La presente tiene la finalidad de hacer conocer a usted el informe correspondiente a la Prácticas Profesionales que conforme al reglamento debo presentar y sustentar.

Lo aquí expuesto es el resultado de tres meses de labores desde 6 de Enero del 2003 al 11 de Abril del 2003 en la fábrica "SURINDU" a fin de adquirir nuevos conocimientos e impartir lo adquirido.

Esperando que este informe cumpla los requisitos expuestos para elaboración y agradeciendo de antemano cualquier sugerencia acerca del mismo.

Atentamente



Gianna Andrade Gámez
199900176

ÍNDICE

	Pag.
Resumen	1
Introducción	2
Detalle de Trabajo Realizado	3
Aspectos Generales de la Empresa	4
Breve Historia	4
Localización	4
Mercado al que se destina el producto	5
Tamaño de Producción	5
Organigrama	6
Diagrama de Flujo del Proceso de Elaboración de Galleta Waffer	7
Descripción del Proceso de Producción	8
Recepción de materia prima	8
Características de los ingredientes de la pasta	8
Preparación de pasta	9
Almacenamiento	10
Horneo	10
Enfriamiento	10
Molienda de azúcar	11
Características de los ingredientes de la crema	11
Preparación de crema	12
Dosificación de crema	12
Enfriamiento	13
Corte	13
Empacado	14
Almacenamiento	14
Determinaciones realizadas en el laboratorio de análisis físico químico de materias primas	15
Determinación de Humedad	15
Determinación de Cenizas	17
Determinación de Gluten Húmedo	19
Determinación de Ácidos Grasos	21
Determinación de Índice de Peróxidos	23
Determinación de Acidez	26
Conclusiones	29
Recomendaciones	30
Bibliografía	31
Anexos	32



RESUMEN

En el presente informe describo las actividades asignadas en la empresa SURINDU S.A. en la cual realice las Prácticas Profesionales en el Laboratorio de Aseguramiento de Calidad en el área de Análisis de Materias Primas por el periodo de tres meses.

Las técnicas de los análisis de las distintas materias primas que se realizan al ingresar a su respectiva bodega (harina de trigo, azúcar, grasa y aceites, aditivos, leche).

En el proceso de elaboración de las galletas Waffer, encontraremos desde la recepción de la materia prima hasta el almacenamiento, descritas cada una de las etapas del proceso de producción con sus respectivos ingredientes y características. Así como aspectos generales de la empresa como su localización, tamaño de producción, organigrama, historia.

INTRODUCCIÓN

SURINDU S.A es una empresa de alimentos líder en la categoría de galletas, destacados por su calidad, servicios e innovaciones, para capitalizar en sus marcas la satisfacción permanente del consumidor fundamentando en recursos humanos, técnicos y financieros orientados por los principios básicos de Nestlé.

SURINDU utiliza el Sistema de Calidad Nestlé (NQS) es una guía de calidad de la empresa. Se aplica en toda la empresa, los productos y los procesos comerciales, contiene información de la Política de Calidad, Principios Claves, Organización, Responsabilidad y los 33 elementos del Sistema de Calidad.

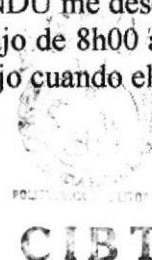
El Departamento de Aseguramiento de Calidad está formado por un grupo de profesionales organizados y capacitados que se encargan de comprobar y vigilar que las materias primas y material de embalaje estén dentro de las especificaciones y normas para la fabricación de un producto alimenticio y a su vez que los productos fabricados estén de acuerdo a las normas de calidad siguiendo los procedimientos de fabricación.



DETALLE DE TRABAJO REALIZADO

Durante el periodo que realicé las Prácticas Profesionales en SURINDU me desempeñé como ayudante del Analista de Materias Primas. El horario de trabajo de 8h00 a 16h30 de lunes a viernes; sin embargo se cumplían más de 8 horas de trabajo cuando el trabajo así lo ameritaba.

Mis labores consistían:



- Toma de muestras diariamente de materia prima en la bodega, siendo esta rotulada con: fecha de ingreso a bodega, lote, fecha de elaboración, fecha de expiración. Estas eran llevadas al laboratorio para realizar los análisis correspondientes. Al mismo tiempo se realiza una inspección de la limpieza de la bodega, orden de las materias prima, así como la colocación de los números de trazabilidad.
- Toma de muestras en la cámara fría de esencias, levaduras, ethilvainillina, colorantes. Se inspecciona la limpieza, orden y temperatura.
- Realizar los análisis físico químicos en el laboratorio que corresponden a cada una de las materias primas y reportarlos en la hoja de Control Liberación de Materia Primas (Anexo No 2). Los análisis de laboratorio como: humedad, cenizas, acidez, peróxidos se las realiza por duplicado.
- Toma de muestras de harina de trigo, polvo de cacao, lecitina de soya, leche en polvo, coco rayado, azúcar para los análisis microbiológicos que son realizados en la Fabrica Guayaquil.
- Realizar los análisis de agua con "kits" en el área de calderas, estos se realizan un día a la semana. Los resultados son registrados y se revisa la hoja de los análisis semanales que realiza el personal del caldero.
- Se realizan los análisis sensoriales de las materias primas que llegan a la bodega todos los días a las 16h00 y son reportados en la hoja de Reporte de Evaluación Sensorial Materias Primas (Anexo No 3). Las muestras son preparadas (Anexo No 4) y la degustación se lleva a cabo por los miembros del departamento de Aseguramiento de Calidad, que son los que determinan que estén dentro o fuera de las especificaciones.

ASPECTOS GENERALES DE LA EMPRESA

BREVE HISTORIA DE LA EMPRESA

Los productos Nestlé ya se comercializaban en Ecuador a mediados de este siglo. En 1955 Nestlé decide invertir directamente en la comercialización mediante la apertura de una oficina de importaciones en Guayaquil. En 1970 y ante la fuerte demanda generada, Nestlé decide entrar a producir localmente sus productos, compra la mayor parte de las acciones y asume la administración de Industria Ecuatoriana de Elaborados de Cacao (INDECA); situada en la ciudad de Guayaquil y productora de semielaborados de cacao para exportación y algunos productos de chocolate para el mercado local.

Nestlé en Ecuador posee cuatro plantas de producción situadas en las ciudades de Cayambe y Guayaquil, en las cuales son elaborados una extensa gama de productos entre los que se encuentran leches en polvo, leches líquidas, homogenizadas y derivados lácteos, semielaborados de cacao, bebidas instantáneas, chocolates, culinarios, galletería, jugos y avena.

La Fábrica Sur comienza su construcción desde 1966, ensamblando diferentes líneas e incorporando maquinaria y equipos (Hecrona), para finales de 1969. En 1974 fueron transferidas e instaladas 2 Vicars (máquinas mezcladoras). Para comienzos de 1985 se terminó la instalación de líneas automáticas de producción para Waffer y Galletería, así con su respectiva actualización de líneas. Finalmente en 1996 se concreta la adquisición de la Fábrica Sur por Nestlé, teniendo una efectiva automatización en cada línea e implementación del sistema de estrucción.

LOCALIZACIÓN DE LA EMPRESA

La fábrica "Surindu" se encuentra ubicado al sur de la ciudad de Guayaquil, en la parroquia Ximena en la avenida Domingo Comín entre Ernesto Alban y José Vicente Trujillo, frente a la ciudadela Los Almendros, a orillas del Río Guayas.

El solar tiene un área cubierta de 37.087 metros cuadrados aproximadamente, dentro de las cuales se encuentran 18.426 metros cuadrados de áreas rellenas y pavimentadas de hormigón, el Cerramiento perimetral se encuentra recubierto de concreto.

MERCADO AL QUE SE DESTINA EL PRODUCTO

Las galletas waffer de Nestlé están dirigidos al mercado nacional copando gran parte de este, siendo adquirida por cualquier clase socio-económica. Este producto se distribuye tanto como a los grandes cadenas de supermercados y comisariatos del país como en las despensas y tiendas.

Siendo un 90 % de la producción destinada al mercado nacional y a nivel internacional es exportado para Colombia, Venezuela, Perú, en un 10 % de su producción. Es uno de los productos de mayor competencia ya que se enfrenta a grandes multinacionales, como Nabisco y Danone o de empresas tradicionales de origen local, pero con ambición de expansión como Noel, Puig.

TAMAÑO DE PRODUCCIÓN

El área de waffer tiene una capacidad instalada para la producción de 9000 toneladas por año, siendo la producción real de 7800 Ton/año, obteniendo un porcentaje de rendimiento del 80%. El promedio de producción por día de 24 Ton. Waffer con una gran variedad de sabores como classic, vainilla, fresa, limón, naranja, manzana, mora, chocolate, kids, tienen presentaciones de 36 g, 100 g y 175 g.(Anexo No 1). Las más producidas son los sabores classic, vainilla, fresa, manzana, chocolate en presentaciones de 36 g.



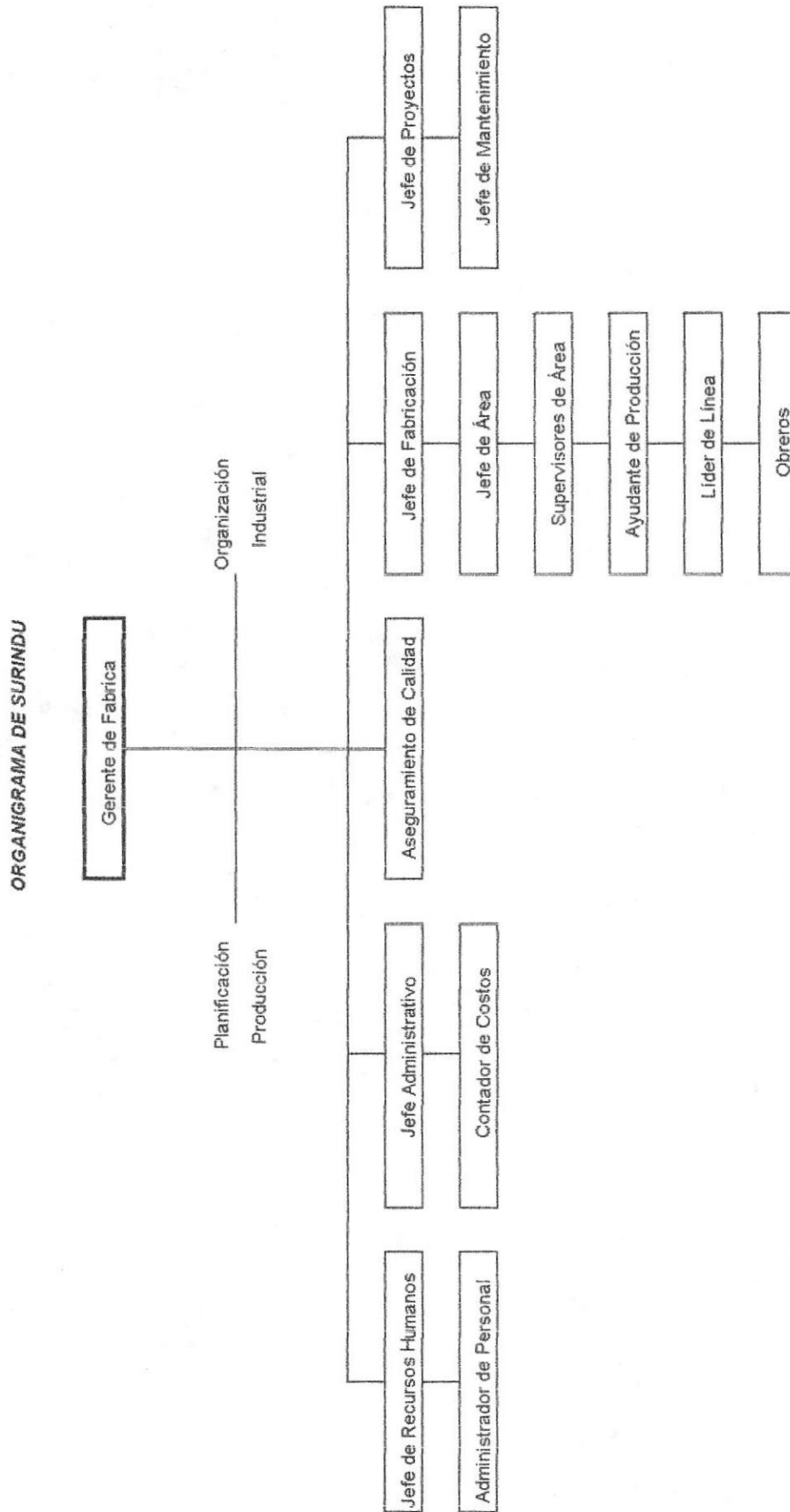
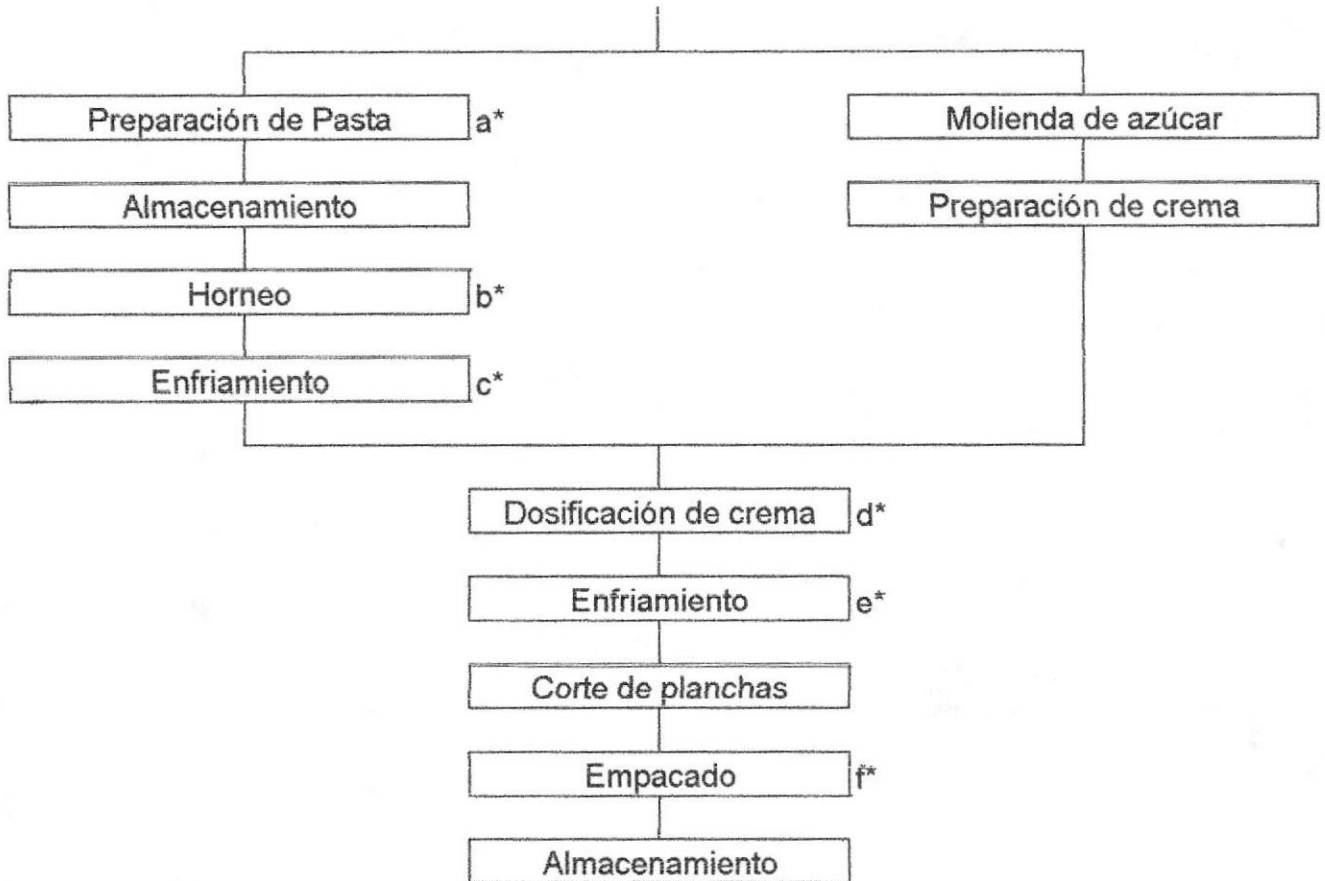


DIAGRAMA DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE GALLETA WAFFER

RECEPCIÓN DE MATERIA PRIMA



a*: Tiempo = 25 min.
 b*: Tiempo = 1.4 min.
 T° = 150°C
 Peso de oblea = 50 g.
 Hm. = 1.5 - 2 %
 c.- Tiempo = 2 -3 min.
 T° = ambiente

d*: Peso 2 obleas = 100g
 Peso sandwich = 260g
 Espesor = 6,6 mm
 e*: Tiempo = 10 min.
 T° = 4 - 10°C
 f*: Hemerticidad
 Peso paquete
 Detector de metales

DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN

RECEPCIÓN DE MATERIA PRIMA

La materia prima llega a la empresa a cargo de los carros distribuidores de los proveedores, la cual es almacenada en la bodega de materias primas a la espera de los análisis correspondientes para verificar que estén dentro de las especificaciones que necesita la empresa, siendo liberados y llevados a las diferentes áreas de trabajo, así como el área de pesado de ingredientes donde se miden las cantidades necesarias para la elaboración de producto.

Ingredientes de la Pasta

- Harina
- Agua
- Aceite
- Lecitina
- Sal
- Bicarbonato de sodio



Características de los ingredientes de la pasta

Harina de trigo

- La harina de trigo que se utiliza tiene una humedad 12 – 14 %.
- Un gluten húmedo del 20 - 23%, la harina con más porcentaje de proteína, a menudo origina problemas por agregación de gluten y demasiado baja la proteína, obleas muy débiles.
- Esta harina debe tener una absorción de agua del 50 – 53 %, por esto es importante la granulometría de la harina, al tener mayor porcentaje de partículas finas será mayor la absorción del agua.
- La acidez, el valor normal es 2 – 3° SH (grados Soxhlet), cuando es por encima de 4 puede existir el desarrollo de microorganismos.

Aceite

- El aceite cumple las funciones en la oblea de agente que proporciona el desmolde o liberación de la oblea, de la placa de cocción.
- Ayuda a la textura suave de la oblea.
- Es un vehículo para el desarrollo del sabor.

Lecitina

- Emulsificante natural, se extrae del aceite vegetal, de la soya principalmente.
- Estabiliza la emulsión: aceite / agua o viceversa
- Modifica los cristales de la grasa
- Mejora la consistencia de la masa rompiendo las partículas y haciendo más suave las masa.
- Lubrica las masas pobres en grasa.
- Favorece la mejor textura de las obleas.

Sal

- Imparte sabor
- Uso del 0.25 – 1.0% sobre el peso de la masa ó 1.0 - 1.5 % del peso de la harina.
- Inhibe la acción de las enzimas proteolíticas sobre el gluten.
- Higroscópica y se humedece con facilidad

PREPARACIÓN DE PASTA

Consiste en la homogenización de los ingredientes y la hidratación de la harina en una mezcladora horizontal con ejes con paletas, tiene una capacidad de 231 Kg.

Para la preparación de la pasta se agrega primero el agua que se encuentra a una temperatura de 12 – 14 °C con la harina y el bicarbonato de sodio batiendo por 15 minutos. Se adiciona sal, aceite, lecitina. El tiempo total de mezcla es de 25 minutos a temperatura ambiente.

La pasta formada debe ser ligera, casi líquida, textura fina, de color amarillo pálido. Si se mezcla por poco tiempo no se llegaría a homogenizar bien la pasta, en el caso de mezclar por mucho tiempo la pasta quedaría poco viscoso. A la pasta se mide la viscosidad con un viscosímetro manual.

ALMACENAMIENTO

La pasta pasa por una tubería a los tanques de almacenamiento en la parte superior de donde pasan a los hornos.

HORNEO

Se utilizan hornos automáticos para obleas planas y huecas de poca altura (Hass Habenstrett), estos con una capacidad de 41 y 61 placas de cocción.

Producen 23 y 46 obleas por minuto. Los hornos son precalentados 45 minutos antes de depositar la masa en hornos nuevos.

Las placas de cocción están colocadas en posición transversal las cuales tienen una dimensión estándar de 290 x 480 mm hasta 350 x 480 mm, las placas pueden ser suministradas en cuadrículos de varias dimensiones, grabaciones y formas huecas. El tiempo de horneado es de 1,4 minutos a una temperatura de 150 °C.

La pasta llega a las placas por medio de un vertedor de masa o flauta. La masa se deposita en líneas atravesadas sobre la placa inferior y al cerrar y trabajar la pareja de platos, la rápida producción de vapor no solo esparce el batido, sino también pasa por los canales respiradores originándose con esta la oblea y el chicharrón respectivamente.

Comenzando a formarse la coagulación de la pasta se torna un color oscuro ligero en el centro, por lo que es conveniente tener en la flauta la mayor cantidad de huecos posibles (12 - 13 huecos).

En el horneado el almidón es completamente gelatinizado después de finalizar el cocimiento, siendo esto responsable de la textura corta y quebradiza.

El calor en los hornos es proporcionado por la combustión de Kerex por un gasificador de combustible (Vapofier). Hay otros hornos que son a gas.

La oblea que se produce tiene un espesor de 2,8 mm, con una textura suave, abierta.

ENFRIAMIENTO

En esta etapa se utiliza un arco de enfriamiento sincronizado con la draga automática el cual está fabricado de un bastidor de aluminio, posee 180 compartimientos.

Recoge las obleas que van llegando de los hornos por unas bandas transportadoras. Las hojas de obleas que se encuentran en compartimiento son enfriadas hasta llegar temperatura ambiente. La hoja de oblea enfriada pasa por la máquina automática para el untado de crema.

El tiempo de enfriamiento es de 2 - 3 minutos.

MOLIENDA DE AZÚCAR

Se utiliza un molino pulverizador de azúcar que consta en la parte superior de una tolva que tiene una capacidad de 50 Kg de azúcar, la cual cae a una cuchilla que gira a 2700 RPM, pulverizando la azúcar que pasa a una tamiz para después caer a un cono en donde esta sujeto a un carro que tiene la capacidad de 300 Kg de azúcar pulverizada el cual es transportado al área de preparación de crema.

Ingredientes de la crema:

- Azúcar en polvo
- Grasa vegetal
- Reproceso
- Leche en polvo
- Sal
- Esencia



Características de los ingredientes de la crema

Grasa

- En la materia prima en la elaboración de la crema.
- La calidad de la grasa es importante para dar la sensación de cremosidad y buena textura al producto.
- Su cristalización y punto de fusión (aproximado 37 °C) son características claves para dar una sensación suave en la boca al degustar el producto.

Azúcar en polvo

- Azúcar demasiado fino no es conveniente, pues produce secamiento acelerado de la crema, lo mismo que una cristalización rápida, dando una textura dura.
- Su temperatura (no > 30 °C) es vital para evitar la pérdida de volumen de la crema.
- Por su alta higroscopicidad, no debe dejarse al ambiente mucho tiempo, se formara grumos y se compactaría siendo necesario remoler para poder usarla en la crema.

Reproceso

- Su finura es la característica más importante. Debe ser un polvo lo más fino posible que permita ser absorbido en las cremas hasta niveles de 15%.
- Es muy conveniente usar un refinador de chocolate para la molienda ya que de esta manera se alcanza la máxima finura esperada.

PREPARACIÓN DE CREMA

Para la preparación de la crema utilizan una turbo mezcladora con una capacidad de (96 - 192 Kg). Trabaja a una presión de 4 atmósferas de aire. El tiempo de mezclado es de 3 - 4 minutos .

El turbo mezclador se abre y se cierra neumáticamente ya que posee un "set" de pistones que permiten cerrar y abrir la tapa.

En la preparación de la crema se realizan en 2 etapas:

En la *primera* se adiciona la grasa, batiendo hasta que se disuelva bien, se agrega el reproceso, esencia, sal, lecitina, leche, mezclando por un minuto hasta homogenizar la crema con el resto de ingredientes.

En la *segunda* etapa se adiciona el azúcar en polvo hasta tener una textura suave de la crema. En esta etapa también utilizan otra mezcladora (Mezcladora drive) para la elaboración de crema que consta de una tina que tiene una espas, el tiempo de mezclado es el mismo (4 minutos).

La evacuación de la crema se la realiza mediante aire a presión utilizando una bomba después del tanque en su parte inferior enviando la crema a través de tubos de acero inoxidable directamente a tolvas de las untadoras de obleas, esto es en la turbo mezcladora. Para la evacuación de la crema en la mezcladora drive se lo realiza manualmente.

DOSIFICACIÓN DE CREMA

Se realiza mediante una máquina automática de tipo continuo que reciben las obleas del arco de enfriamiento, esta máquina unta crema por contacto.

Las hojas de obleas son conducidas directamente a la cabeza untadora de contacto, donde son untadas con crema por el contacto con el cilindro untador con la hoja de oblea. Al pasar las hojas cubridoras se baja la mesa untadora, por lo cual no son untadas de crema. Puede formar sandwiches o bloques desde 2 hasta 7 obleas, la cantidad deseada de capas de crema es ajustado mediante un contactor.

El sistema de colocación permite una apilación en forma de libro, siendo las hojas de obleas presionadas por medio de espirales ascendentes hacia delante y conducidos por rodillos plásticos.

Una vez formado el sandwich, el bloque de oblea es retirado y calibrado mediante un cilindro de presión de caucho a la altura exacta del bloque.

Tiene una producción de 50 obleas por minuto.

ENFRIAMIENTO

Con el fin de que se solidifique la crema son refrigerados los bloques de obleas cremadas utilizando un túnel de frío horizontal.

En el túnel los bloques de obleas cremadas en posición transversal recorren el túnel de frío sobre una banda de malla de alambre de acero inoxidable, para que el aire frío actúe en todas las partes de los sandwiches.

El frío se produce a través de la circulación transversal del aire mediante evaporadores provisto de separadores de gotas y ventiladores. El compresor refrigerador que se encuentra fuera del túnel de enfriamiento trabaja con el agente frigorífico Freón.

El túnel de frío tiene una longitud de 26,5 m y 0,74 m de alto, el ancho de la malla es de 0,5 m. El tiempo de enfriamiento es de 10 minutos a una temperatura de $4 - 10^{\circ} \text{C}$.

CORTE

Es un sistema de tipo continuo. Luego de que las obleas salen del Túnel de Enfriamiento, pasan a una pequeña banda transportadora hasta un pequeño compartimiento donde se depositan, y tiene una capacidad para coger 7 sandwiches, debido a que este sistema es automático. Tiene una capacidad de realizar de 10 - 12 cortes por minuto.

En esta etapa del proceso se producen 3 cortes:

El primero se produce un corte por medio de un mecanismo de empuje hacia un hilo de acero inoxidable, que corta las el sandwich en forma longitudinal, dando como resultado 2 partes.

El segundo corte es en forma transversal dando lugar a galletas largas pasando a una alimentadora donde se produce el 3 corte formando así las galletas que son automáticamente ordenadas y conducidas a la máquina selladora.

EMPACADO

Se basa en una serie de rodillos que contienen las bobinas con el material de empaque, estos rodillos dispuestos de tal manera que el papel esté templado y al paso de las galletas se envuelve.

Seguido de un sellado transversal por medio de una mordaza superior a una temperatura de 110° C e inferior de 116° C. El sellado longitudinal es realizado por rodillos a una temperatura de 175 – 178° C. Se empaican 120 paquetes por minuto.

ALMACENAMIENTO

Luego de colocar los paquetes de galletas en cartones y ser sellados, se los lleva en montacarga los palet a las bodegas que se encuentra a una temperaturas bajas como toda el Área de Waffer.

En la bodega son identificados como productos Bloqueado, los cuales esperan los resultados de los análisis microbiológicos y sensoriales para según las especificaciones poder ser liberado para la distribución.

DETERMINACIONES REALIZADAS EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS FÍSICO QUÍMICO DE MATERIAS PRIMAS

DETERMINACIÓN DE HUMEDAD (MÉTODO DE LA ESTUFA)

FUNDAMENTO

Este método se fundamenta en la desecación de una muestra, en una estufa a temperatura de $102 \pm 2^\circ \text{C}$, hasta que la muestra presente peso constante, calculándose el residuo por diferencia de peso, esta pérdida de peso se debe a la evaporación del agua libre de la muestra.

MATERIALES Y EQUIPOS:

- Cápsula
- Espátula
- Balanza analítica
- Desecador
- Estufa

PROCEDIMIENTO

- ~ Pesar entre 1 – 3 gramos de muestra previamente homogenizada y molida si es necesario, en una cápsula previamente tarada.
- ~ Colocar la cápsula en la estufa con la tapa a un lado a una temperatura de $102 \pm 2^\circ \text{C}$, por el respectivo tiempo de secado dependiendo de la muestra (Anexo No 5).
- ~ Colocar en el desecado por un espacio de 20 minutos para que la cápsula se enfríe.
- ~ Pesar la cápsula con la muestra secada y anotar el peso.

Cálculos:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1} \times 100$$

Donde:

M_2 = Peso de la cápsula, tapa y muestra antes de secado, expresado en gramos

M_3 = Peso de la cápsula, tapa y muestra después del secado, en gramos

M_1 = Peso de la cápsula y tapa vacía, en gramos (tara)

Ejemplo.

Muestra: Azúcar

Peso de la muestra:	2,5003 g
Peso de cápsula vacía (M_1):	87,8594 g
Peso de cápsula, tapa y muestra antes de secado (M_2):	90,3597 g
Peso de la cápsula y muestra después de secado (M_3):	90,3589 g

$$\% \text{ Humedad} = \frac{90,3597 - 90,3589}{90,3597 - 87,8594} \times 100$$

$$\% \text{ Humedad} = 0,032 \%$$

Rango Permitido: máx. 0,05%



CIBT

DETERMINACIÓN DE CENIZAS

FUNDAMENTO

Dstrucción de la materia orgánica por calcinación o incineración de la muestra a una temperatura de 550° C hasta obtener cenizas de color blanco o grisáceo que corresponde a los residuos minerales presentes en la muestra.

MATERIALES Y EQUIPOS:

- Crisoles refractarios
- Espátula
- Balanza Analítica
- Desecador
- Placa calefactora CERAN
- Horno mufla
- Sorbona

PROCEDIMIENTO:

- ~ Pesar el crisol y anotar el peso, tarar y pesar entre 2 – 5 gramos de muestra previamente homogenizada y molida de ser necesario.
- ~ Llevar los crisoles a la placa calefactora hasta que las muestras se quemem (precalcinación). El producto no debe inflamarse y debido al desprendimiento de humos la precalcinación debe realizarse en el interior de una sorbona o campana extractora de gases.
- ~ Llevar los crisoles al horno mufla a una temperatura de 550° C por un tiempo aproximado de 8 a 12 horas o toda la noche hasta que las cenizas queden blancas o ligeramente grisáceas. Si las cenizas continúan siendo negras, añadir gota a gota 3 ml de agua precalentada a 60° C triturando la ceniza con una varilla de vidrio y volver a colocar los crisoles en la mufla a la misma temperatura hasta que las cenizas queden blancas.
- ~ Enfriar los crisoles en el desecador durante 40 minutos.
- ~ Pesar y anotar

Cálculos:

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \times 100$$

Donde:

M_1 = Peso de la cápsula y muestra, en gramos

M_2 = Peso de la cápsula con cenizas, en gramos

M_0 = Peso de la cápsula vacía, en gramos (tara)

Ejemplo:

Muestra: Harina de trigo

Peso de la muestra: 3,0007

Peso de la cápsula vacía (M_0): 28,1167 g

Peso de la cápsula y muestra (M_1): 31,1174 g

Peso de la cápsula con cenizas (M_2): 28,1342 g

$$\% \text{ Ceniza} = \frac{28,1342 - 28,1167}{31,1174 - 28,1167} \times 100$$

$$\% \text{ Cenizas} = 0,58$$

Rango Permitido: Máx 0,65%

DETERMINACIÓN DE GLUTEN HÚMEDO

FUNDAMENTO

La técnica se basa en la determinación del porcentaje de proteína insoluble (gluten) después del lavado sucesivo de la muestra de harina para eliminar el almidón.

El gluten es una proteína del trigo que determina las propiedades de elasticidad, extensibilidad, retención de agua de la harina cuando se amasa en presencia de agua, siendo importante para la galletería y panificación.

MATERIALES Y EQUIPOS:

- Beaker
- Varilla de vidrio
- Pipeta o probeta
- Balanza

PROCEDIMIENTO:

- ~ Pesar 20 g de muestra previamente homogenizada en un beaker.
- ~ Adicionar 11 ml de agua destilada.
- ~ Mezclar usando una varilla de vidrio hasta formar una masa con las manos para darle forma redonda a la masa.
- ~ Colocar la masa formada en un beaker que contenga 200 ml de agua corriente y dejar en reposo por 20 minutos.
- ~ Eliminar con la ayuda del chorro de agua del grifo el almidón de la masa mediante lavados sucesivos comprimiendo la masa con los dedos.
- ~ Lavar hasta que el agua sea transparente, es decir sin residuos de almidón.
- ~ Ejercer presión con los dedos al residuo elástico obteniendo para eliminar el exceso de agua que contiene. Dejar de ejercer presión sobre la pequeña masa obtenida cuando ésta empieza a pegarse en los dedos.
- ~ Pesar el residuo obtenido.

Cálculos:

$$\% \text{ Gluten húmedo} = \frac{\text{Peso del residuo húmedo}}{\text{Pesa de la muestra}} \times 100$$

Ejemplo:

Muestra: Harina de trigo

Peso de la muestra: 20,10 g

Peso del residuo húmedo: 4,5

$$\% \text{ Gluten Húmedo} = \frac{4,5}{20,10} \times 100$$

$$\% \text{ Gluten Húmedo} = 22,3$$

Rango Permitido: 21 – 23 %

DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS

FUNDAMENTO

La determinación de acidez en un producto se basa en la disolución de la grasa de la muestra en un solvente orgánico, neutralizando los ácidos grasos presentes con solución de NaOH con la ayuda de fenolftaleína como indicador para conocer visualmente el punto de neutralización.

REACTIVOS:

- Alcohol absoluto
- Fenolftaleína al 1%
- Hidróxido de sodio 0,1 N
(Anexo No 6)

MATERIALES Y EQUIPOS:

- Matraz erlenmeyer de 300 ml
- Pipeta volumétrica de 50 ml .
- Agitador magnético
- Balanza
- Bureta digital DOSIMAT
- Placa calefactora



PROCEDIMIENTO:

- ~ Pesar 56,5 g de muestra previamente fundida y/o calentada máximo 10° C por encima del punto de fusión de la misma en un matraz erlenmeyer (Anexo No 7).
- ~ Adicionar 50 ml de alcohol absoluto neutralizando con Hidróxido de Sodio 0,1 N justo antes del uso.
- ~ Calentar la mezcla de muestra y alcohol a baja temperatura y homogenizar.
- ~ Adicionar 3 gotas de fenolftaleína como indicador.
- ~ Titular con NaOH 0,1 N hasta coloración rosada que persista por 30 segundos.

Cálculos:

$$\% \text{ FFA} = \frac{V \times N \times \text{meq (ác. Oleico)}}{\text{Peso de la muestra}} \times 100$$

Donde:

% FFA = Porcentaje de ácidos grasos libres.

V = Volumen (ml) de solución de NaOH 0,1 N utilizado en la titulación de la muestra.

N = Normalidad del NaOH

Meq = Miliequivalente del ácido graso de referencia

Meq = Peso molecular del ácido /1000

Pesos moleculares de los ácidos grasos de referencia:

282	Oléico
200	Láurico
256	Palmítico

Ejemplo:

Muestra: Aceite vegetal

Peso de la muestra: 56,7 g

Normalidad del NaOH: 0,1 N

Consumo de NaOH en titulación: 0.25 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{0,25\text{ml} \times 0,1 \times 0,282}{56,7\text{g}} \times 100$$

$$\% \text{ FFA} = 0,035$$

Rango Permitido: máx. 0,05%

DETERMINACIÓN DE ÍNDICE DE PERÓXIDOS PARA GRASA Y ACEITES

FUNDAMENTO

El índice de peróxido es una medida del oxígeno unido a las grasas en forma de peróxido, que representa la cantidad determinable de oxígeno activo contenido en 1 Kg. de muestra que oxida al yoduro de potasio y se expresa como 1/8 mmol/kg multiplicando el índice de peróxido por la masa equivalente del oxígeno se obtiene los miligramos de oxígeno activo por Kg.

Se disuelve la muestra en una solución de ácido acético – iso octano y se mezcla con una disolución de yoduro de potasio. La cantidad de yodo liberado por reacción con los grupos peróxidos se determina por valoración con una disolución de tiosulfato sódico (Anexo No 8).

REACTIVOS:

- Solución ácido acético – isooctano (3:2 V/V)
- Solución saturada de Yoduro de Potasio (IK)
- Solución al 10% de SDS (Dodecil Sulfato de Sodio)
- Solución de almidón
- Tiosulfato de Sodio 0.1N
- Tiosulfato de Sodio 0,01N
(Anexo No 8)

MATERIALES Y EQUIPOS:

- Matraz erlenmeyer de 250 ml con tapa esmerilada
- Probeta de 50 ml
- Probeta de 100 ml
- Pipetas
- Bureta micrométrica
- Papel aluminio
- Placa calefactora
- Sorbona

PROCEDIMIENTO:

- ~ Pesar 5,0 g de muestra previamente fundida y/o calentada máximo 10° C por encima del punto de fusión de la misma en un matraz erlenmeyer.
- ~ Adicionar 50 ml de solución ácido acético – isooctano (3:2 V/V)
- ~ Adicionar 0,5 ml de solución saturada de Yoduro de Potasio (IK).
- ~ Cubrir con papel aluminio y agitar 1 minuto.
- ~ Adicionar 30 ml de agua destilada + 0,5 ml de solución al 10% de SDS + 1 ml de solución de almidón agitando constante y vigorosamente.
- ~ Titular con tiosulfato de sodio 0,01 N sin dejar de agitar. Si el consumo de tiosulfato de sodio 0,01 N es mayor a 2 ml, repita el análisis titulando con tiosulfato de sodio 0,1 N.
- ~ Realicé el blanco siguiendo el mismo procedimiento anterior sin adicionar la muestra.

Cálculos:

$$I = \frac{(S - B) \times N \times 1000}{\text{Peso de la muestra}}$$

Donde:

- I = Índice de peróxidos expresado como meq. de O₂ por Kg de muestra.
- S = Volumen en ml de solución de tiosulfato de sodio utilizado en la titulación.
- B = Volumen en ml de solución de tiosulfato de sodio 0,01 N utilizado en la titulación del blanco.
- N = Normalidad del tiosulfato de sodio.

Ejemplo:

Muestra: grasa vegetal

Peso de muestra: 5,1 g

Normalidad del tiosulfato: 0,01 N

Consumo de tiosulfato de sodio en titulación de muestra: 0,280 ml

Consumo de tiosulfato de sodio en titulación del blanco: 0,052 ml

$$I = \frac{(0,280 \text{ ml} - 0,052 \text{ ml}) \times 0,01 \text{ N} \times 1000}{5,1 \text{ g}}$$

$$I = 0,45 \text{ meq. O}_2/\text{Kg}$$

Rango Permitido: máx. 0,5 meq. O₂/Kg

DETERMINACIÓN DE ACIDEZ MÉTODO POTENCIOMÉTRICO

FUNDAMENTO

La acidez titulable se define como el número de mililitros de hidróxido de sodio 0,1 N necesarios para neutralizar el número de mililitros del ácido predominante de la muestra en el caso de la leche esta acidez se expresa como porcentaje del ácido láctico. El resultado se puede expresar como grados de acidez que equivalen al número de mililitros de álcali por litro de leche.

REACTIVOS:

- Hidróxido de sodio 0,1 N



MATERIALES Y EQUIPOS:

- Beaker de 250 ml
- Espátula
- Potenciómetro WTW 197
- Placa calefactora
- Bureta digital DOSIMAT

PROCEDIMIENTO:

- ~ Preparar una solución al 10% para reconstituir muestras en polvo (previamente homogenizadas) con agua destilada recién hervida y enfriada a 45° C. Enfriar la solución a temperatura ambiente.
- ~ Sumergir el electrodo del potenciómetro en la muestra a analizar y colocarla debajo de la válvula dosificadora del DOSIMAT que contiene NaOH 0.1 N
- ~ Titular con agitación constante hasta que la lectura del potenciómetro se estabilice en pH 8,3 durante 30 segundos y anotar el consumo.

Cálculos:

$$\% \text{ Acidez} = \frac{V \times N \times E \times 100}{m \times 1000} = N$$

**Donde:**

M = masa de la muestra, en gramos

V = volumen de NaOH 0,1 consumidos en la titulación

E = peso molecular del ácido predominante, en caso de leche ácido láctico (90.08)

N = normalidad del NaOH usado

Para expresar el porcentaje de acidez en grados de acidez Soxhlet ($^{\circ}$ SH) una vez obtenido el resultado N realizar una regla de tres inversa para expresar los resultados en ml de NaOH 0,25 N.

Donde:

$$\frac{N}{X} = \frac{0,25}{0,1}$$

$$R = \frac{0,1 \times N}{0,25}$$

$$^{\circ}\text{SH} = R \times 100$$

Expresar el resultado con un decimal en ml de solución básica estándar (NaOH) requerida para neutralizar 100 g o 100 ml de producto o de la siguiente manera:

$$^{\circ}\text{SH} = \text{Soxhelt - Henkel degree} = \text{ml } 0,25 \text{ N (N/4) NaOH por } 100 \text{ ml o g}$$

Ejemplo:

Muestra: leche entera en polvo

Peso de muestra: 10 g

Normalidad del NaOH: 0,1 N

Consumo de NaOH en Titulación: 13,84 ml

Peso molecular del ácido láctico: 90,08

$$\% \text{Acidez (ácido láctico)} = \frac{13,84 \text{ ml} \times 0,1 \text{ N} \times 90,08}{10 \text{ g} \times 1000} \times 100$$

$$\% \text{Acidez} = 1,25 \%$$

Rango Permitido: máx. 1,5%

Expresar como grado de acidez Soxhlet

$$1,25 \times \frac{0,25 \text{ N}}{0,1 \text{ N}}$$

$$R = \frac{0,1 \times 1,25}{0,25}$$

$$^{\circ}\text{SH} = 0,5 \times 100 = 50$$

El resultado se lo expresa de la siguiente manera:

$$^{\circ}\text{SH} = 50 \text{ ml NaOH } 0,25 \text{ N por } 100 \text{ g de muestra}$$

Rango Permitido: máx. 58 ml NaOH 0,25 N/100 g

CONCLUSIONES



Durante el tiempo en que realice las Prácticas Profesionales en SURINDU S.A. puse en práctica los conocimientos adquiridos en la universidad aplicándolos en el departamento de Aseguramiento de Calidad.

El departamento de Aseguramiento de Calidad es el encargado de que se cumplan los NQS (Sistema de Calidad Nestlé) fabricando así productos seguros que tienen una gran aceptación en los consumidores.

Los análisis físico químico, microbiológico y sensorial de las materias primas son muy importante en la calidad del producto final que carecerá o tendrá muy pocos defectos, reduciendo así el volumen de reproceso que en grandes cantidades perjudica económicamente a la empresa.

Los equipos son monitoreados a través de un Plan de Autocontrol (PAC) y por técnicos calificados externos a la empresa los cual certifican que los resultados obtenidos en los análisis son confiables.

RECOMENDACIONES

Al realizar los análisis es recomendable llevarlos acabo con precaución debido a la manipulación de reactivos que son tóxicos e inflamables para ello se debe seguir normas de seguridad como el uso de mandiles, mascararas, guantes, etc.

Es recomendable que en el momento de la toma de muestra en la bodega de materias primas se anote los datos que se encuentran en las etiquetas especialmente el lote, fecha de elaboración, fecha de expiración así como el estado de los empaques y la limpieza en general de la bodega, para realizar trazabilidad.

BIBLIOGRAFÍA

- Hart, T. L; Fisher, H. J. Análisis Moderno de los Alimentos. Primera Edición. Editorial Acribia S.A. Zaragoza – España. 1991. Págs 137, 353 – 355.
- Person, D. Técnicas de Laboratorio para Análisis de Alimentos. Primera Edición Editorial Acribia S.A. Zaragoza – España. Págs: 137 – 141.
- Manual de técnicas de análisis (SURINDU S.A)
- Folleto – Tecnología de Waffer (SURINDU S.A.)

ANEXOS



ANEXO No 1

DIFERENTES PRESENTACIONES
DE LA GALLETA WAFER

Sabores	Presentación		
	36g	100g	175g
Vainilla	x	x	x
Clasic	x	x	x
Limón	x	x	x
Naranja	x	x	x
Fresa	x	x	x
Chocolate	x	x	x
Caramelo		x	x
Kids	x	95 g	
Avellana		x	x

ANEXO No 4

PREPARACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS PARA LA DEGUSTACIÓN

Materia Prima	Cantidad de Muestra	Agua (ml)	Preparación
Harina de Trigo	10 g	250	Mezclar con agua fría y llevarlo a ebullición por 10 minutos
Leche 28 %	13 g	90	Agua caliente 40o C
Leche 1 %	10 g	93,5	Agua caliente 40o C
Azúcar	10 g	100	Agua a temperatura ambiente
Esencias	1 g	200	Agua a temperatura ambiente/ dejar reposar por 1 hora
Poivo soluble	6 g poivo + 9 g azúcar	100	Agua caliente 40o C
Grasa Vegetal	10 g	250	Agua caliente 40o C
Salas	1 g	100	Agua caliente 40o C
Coco- Extracto de malta, canela	100 g	-----	Directo
Avena en copos	10 g	200	Agua caliente hervir 5 minutos
Almidón	7,5 g	250	Mezcle con agua fría y llevalo a ebullición por 5 minutos, se obtiene una solución espesa suave
Lecitina	100 g	-----	Directo



ANEXO NO 5

DETERMINACION DE HUMEDAD (METODO ESTUFA)

Materia Prima	Temperatura (oC)	Tiempo (horas)	Peso muestra (g)
Sal # 3 y 5	102 +/- 2 oC	2 a 3	2
Harina de trigo	102 +/- 2 oC	4	4 a 5
Azúcar cristal	102 +/- 2 oC	3	20 - 30
Coco rayado	102 +/- 2 oC	2	1 a 3
Leche en polvo	102 +/- 2 oC	2	2 a 3



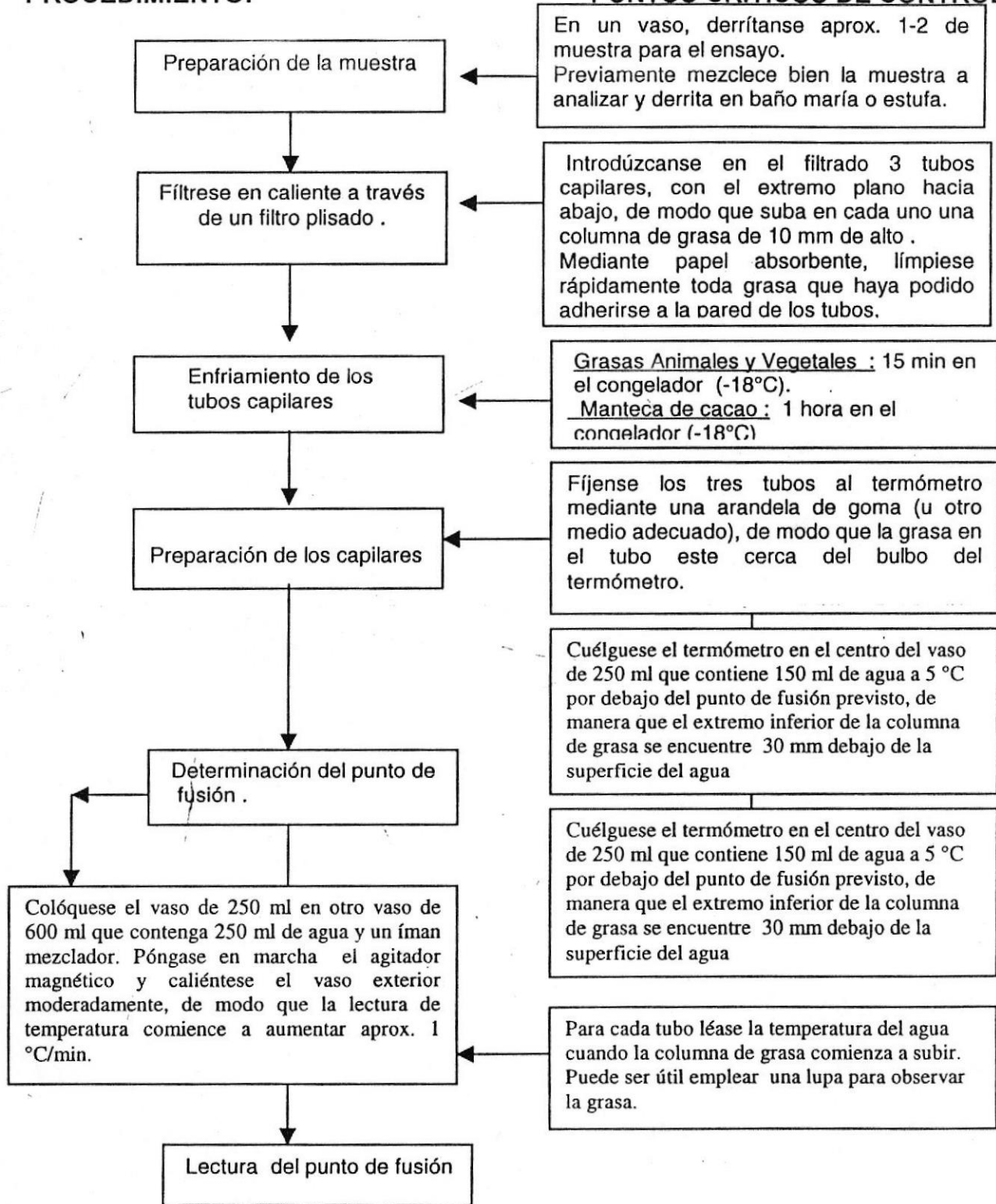
NESTLE ECUADOR s.a

Fábrica SUR

DETERMINACION DE PUNTO DE FUSION

PROCEDIMIENTO:

PUNTOS CRITICOS DE CONTROL



ANEXO No 7

PREPARACIÓN DE SOLUCIONES PARA DETERMINACIÓN DE ACIDEZ

Solución de NaOH (0,1N)

- En una matraz aforado de 1000ml deposite el contenido de la ampolla de Tritisol NaOH 0,1N, enjuague la ampolla con agua destilada.
- Adicione agua destilada poco a poco con agitación constante y enrase hasta el volumen.
- Trasvase la solución preparada a un frasco color ámbar.

Solución de Fenolftaleína 1 %

- En un beaker pesar 1 g de fenolftaleína en la balanza analítica
- Agregue poco apoco alcohol absoluto hasta disolución
- Trasvase e un matraz aforado de 100 ml y enrase hasta el volumen.
- Trasvase la solución a un frasco de color ámbar

Valor de Peróxido Método de Ácido Acético-Isooctano

Definición: Este método determina todas las sustancias, en términos de miliequivalentes de peróxido por 1000 gramos de muestra, que oxidan yoduro de potasio bajo las condiciones de prueba. En general, se supone que las sustancias son peróxidos u otros productos similares de la oxidación de la grasa.

Alcance: Es aplicable a todas las grasas y aceites normales, incluyendo la margarina. Este método es altamente empírico y cualquier variación en el método de prueba puede tener como consecuencia resultados erráticos. Puesto que este método da resultados erráticos a niveles de peróxido ≥ 70 , no debe usarse este método con la prueba AOM, Método Oficial Cd 12-57 de la AOCS, con los que se pueden encontrar valores de peróxido ≥ 70 .

Materiales

1. Pipeta—0.5 mL u otro aparato volumétrico adecuado capaz de descargar 0.5 mL de una solución saturada de yoduro de potasio (KI).
2. Matraces Erlenmeyer—de 250 mL con tapones de vidrio.

Reactivos

1. Una solución de ácido acético-isooctano—3:2, v/v, preparada mezclando 3 volúmenes de ácido acético glacial de grado reactivo (ver Notas, Precaución) con 2 volúmenes de isooctano grado reactivo (ver Notas, Precaución).
2. Una solución de yoduro de potasio (KI)—saturada, preparada diariamente para el análisis de cada día, se prepara disolviendo un exceso de KI en agua destilada recientemente hervida. Asegurarse que la solución siga saturada durante su uso, indicada esta característica por la presencia de cristales de KI sin disolver. Almacenar en la oscuridad cuando no se esté usando. Pruebe la solución saturada de KI añadiendo 2 gotas de una solución de almidón a 0.5 mL de la solución de KI en 30 mL de la solución de ácido acético-isooctano. Si se forma un color azul que requiera más de una gota de una solución de tiosulfato de sodio 0.1 N para desteñir, descarte la solución de KI y prepare una solución nueva.
3. Una solución de tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)—0.1 N estandarizada con precisión vs. estándar primario de dicromato de potasio como se describe a continuación:
 - (a) Una solución de tiosulfato de sodio 0.1 N, es preparado cuando se disuelve 24.9 gr de tiosulfato de sodio en agua destilada y diluyendo a 1 litro.
 - (b) La norma primaria de dicromato de potasio debe estar finamente molido, secado a 105°C durante 2 horas y enfriado en un desecador. Pesar 0.16–0.22 gr de dicromato de potasio y colocar en un matraz de 500 mL. Disolver el compuesto en 25 mL de agua, añadir 5 mL de ácido hidrociorhídrico concentrado (35–37%), 20 mL de una solución de yoduro de potasio (solución al 15%, 15 gr de KI en 100 mL agua) y girar el matraz para mezclar. Dejar la mezcla reposar por 5 minutos y luego añadir 100 mL de agua destilada. Titular con la solución de tiosulfato de sodio, moviendo continuamente hasta que casi desaparezca el color amar-

illo. Añada 1–2 mL de indicador de almidón y continuar titulando, añadiendo lentamente la solución de tiosulfato hasta que desaparezca el color azul. La fuerza de la solución de tiosulfato de sodio se expresa en términos de su normalidad.

Normalidad de la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 =$

$$\frac{20.394 \times \text{peso del } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7, \text{ gr}}{\text{mL de la solución de tiosulfato de sodio}}$$

4. Una solución de tiosulfato de sodio—0.01 N, estandarizada con precisión. Esta solución puede prepararse con precisión pipeteando 100 mL de una solución 0.1 N de tiosulfato de sodio en una probeta volumétrica de 1000 mL y aforando con precisión con agua destilada recientemente hervida.
5. Una solución indicadora de almidón—probada para sensibilidad, prepare una pasta con 1 gr de almidón (ver Notas, 1) y una pequeña cantidad de agua destilada fría. Moviéndola la solución, añada 200 mL de agua hirviendo y hierva por unos cuantos segundos. Quitar del fuego inmediatamente y enfriar. Se puede agregar ácido salicílico (1.25 gr/L) para preservar el indicador. Si se requiere almacenar durante largo tiempo, debe conservarse la solución en el refrigerador a $4\text{--}10^\circ\text{C}$. Se debe preparar un indicador nuevo cuando el punto final de la titulación de azul a incoloro deja de ser preciso. Si se almacena en el refrigerador, la solución de almidón permanece estable de 2 a 3 semanas.

Prueba de sensibilidad—Ponga 5 mL de una solución de almidón en 100 mL de agua, añada 0.05 mL de una solución de KI 0.1 N recién preparada y una gota de una solución de cloruro de 50 ppm, hecha diluyendo 1 mL de una solución comercial de hipoclorito de sodio (NaOCl) al 5% en 100 mL. El color azul intenso producido debe desteñirse con 0.05 mL de una solución de tiosulfato de sodio 0.1 N.
6. Sulfato lauril de sodio (SDS)— $\geq 98\%$ [Aldrich Chemical (W. Milwaukee, WI, USA) o Mallinckrodt (Paris, KY, USA)]. Preparar una solución al 10% disolviendo 10 gr de SDS en 100 mL de agua.

Método para Grasas y Aceites

1. Pesar 5.00 ± 0.05 gr de una muestra y colocar en un matraz Erlenmeyer de 250 mL con tapón de vidrio y

Valor de Peróxido Método de Acido Acético-Isooctano

añada 50 ml. de la solución 3:2 de ácido acético-isooctano. Agitar el matraz para disolver la muestra. Añada 0.5 mL de la solución saturada de KI usando una pipeta volumétrica adecuada.

- Dejar la solución reposar durante *exactamente* 1 minuto, revolviendo vigorosamente la solución al menos tres veces durante ese minuto e inmediatamente añade 30 mL de agua destilada.
- Titular con una solución de tiosulfato de sodio 0.1 N, añadiéndolo gradualmente y con una agitación constante y vigorosa (ver Notas, 2). Continuar la titulación hasta que el color amarillo del yodo haya casi desaparecido. Añadir 0.5 mL de la solución de SDS al 10% (Reactivos, 6), y luego añadir alrededor de 0.5 mL de la solución indicadora de almidón. Continuar con la titulación con una agitación constante, especialmente hacia el punto final, para liberar todo el yodo en la capa del solvente. Añadir a gotas la solución de tiosulfato de sodio hasta que desaparezca el color azul (ver Notas, 3 y 4).
- Diariamente llevar a cabo una determinación en blanco de los reactivos. La titulación en blanco no debe exceder 0.1 mL de la solución de tiosulfato de sodio 0.1 N.

Método para la Margarina

Derretir la muestra en un plato caliente a baja temperatura revolviendo constantemente, o calentelo en un horno de aire a 60-70°C. Evite el calor excesivo y la exposición por largo tiempo a temperaturas mayores de 40°C.

Cuando esté completamente derretida, quite la muestra del plato caliente u horno y dejada reposar en un lugar tibio hasta que la porción acuosa y la mayoría de los sólidos de la leche se hayan precipitado al fondo del recipiente.

- Decantar el aceite en un en un vaso limpio y filtre con un papel filtro Whatman no. 4 (o un equivalente) en otro vaso limpio. No debe recalentarse para el filtraje a menos que sea absolutamente necesario. La muestra deberá estar clara y brillante.
- Proceder como se indica en el Método para Grasas y Aceites, párrafos 1-4.

Cálculos

- Valores de peróxido (miliequivalentes de peróxido/1000 gr de muestra) =

$$\frac{(S - B) \times N \times 1000}{\text{peso de la muestra, gr}}$$

En donde—

B = titulación de blanco, mL.

S = titulación de la muestra, mL.

N = normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

Notas

Precaución

El isooctano es inflamable y hay riesgo de incendio. Los límites de explosión en el aire son 1.1-6.0%. Es tóxico, tanto por ingestión como por inhalación. Debe utilizarse una campana de extracción cuando esté trabajando con este solvente.

El ácido acético en su estado puro es moderadamente tóxico por ingestión y por inhalación. Es un fuerte irritante para la piel y tejidos. El TLV en el aire es 10 ppm.

Notas Numeradas

- Se recomienda la "Yodometría para el Almidón de la Papa," porque este almidón produce un color azul intenso en presencia del ión yodonium. No se recomienda el "almidón soluble" porque quizá no se desarrolle un color azul intenso consistente cuando interactúen los almidones solubles con el ión yodonium. Los siguientes son almidones adecuados: Almidón Soluble para Yodometría, Fisher S516-100; Almidón Soluble de Papa, Sigma S-2630; Almidón Soluble de Papa para Yodometría, J.T. Baker 4006-04.
- Hay un retraso de 15-30 seg. en neutralizar el indicador de almidón para valores de peróxido de 70 meq/kg o más. Este retraso es debido a la tendencia del isooctano de flotar a la superficie de un medio acuoso, y al tiempo necesario para mezclar adecuadamente el solvente en grandes volúmenes de titulante acuoso, liberando los últimos rastros de yodo. En base a resultados de estudios de colaboración (Bibliografía, 1, 2), se recomienda usar un titulante 0.1 N para rangos de valor de peróxido (10-150 meq/kg). Los valores erráticos reportados con este método, especialmente con valores más altos de peróxido, parecen estar relacionados al isooctano que flota en la superficie de la capa acuosa (Bibliografía, 3). Es muy recomendable la agitación mecánica rápida (p.e., con un agitador magnético) y/o el uso de un surfactante tal como el sulfato lauril de sodio (Reactivos, 6).
- Si la titulación se logra con menos de 0.5 mL de tiosulfato de sodio 0.1 N, repetir la determinación utilizando tiosulfato de sodio 0.01 N, agitando vigorosamente y/o usando un agente tenso activo por la razón mencionada en la Nota 2.
- La prueba debe realizarse en luz de día difusa o con luz artificial protegida de una fuente de luz directa (Bibliografía, 4).

Bibliografía

- Brooks, D.D. and D.L. Berner. *Isooctane as an Alternative Solvent for Peroxide Value Determination. Study I*, presentación de carteles, Reunión Nacional de la AOCS, Baltimore, MD, abril 23 de 1990.
- Resultados del Estudio de Colaboración publicados en *INFORM 1:884* (1990).
- Brooks, D.D., S.K. Brophy, B. Hayden and G.R. Goss. *Alternative Solvents for Peroxide Value Determination*, presentación de carteles, Reunión Nacional de la AOCS, Cincinnati, OH, mayo 10 de 1989.
- J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 75:507 (1992).
- La Organización Internacional de Normas (ISO) concluyó con éxito un estudio de colaboración internacional de este método en 1996. Los resultados se reportaron en el documento N576 presentado ante la reunión de la Comisión de Aceites y Grasas de la ISO en Londres en el mes de abril de 1996.

ANEXO No 9

PREPARACIÓN DE SOLUCIONES PARA DETERMINACIÓN DE ÍNDICE DE PERÓXIDO

Solución ácido acético – isooctano (3:2 V/V)

- En un matraz de 1000ml con tapa, mezcle 600ml de ácido acético glacial y 400 ml de isooctano.
- Agite hasta homogenizar.
- Trasvase a un frasco color ámbar.

Solución saturada de Yoduro de Potasio (IK)

- Disolver en un beaker de 50 ml 7 g de IK en 5 ml de agua destilada hervida fría.
- La solución debe ser fresca preparada el mismo día y guardada en un lugar oscuro cuando no se use.

Solución al 10% de SDS

- En un beaker de 50 ml disolver 1 g de SDS en 9 ml de agua destilada hervida fría.
- La solución debe ser fresca preparada el mismo día y guardada en un lugar oscuro cuando no se use.

Solución de Tiosulfato de Sodio 0,01 N

- En un matraz aforado de 100 ml adicione 10 ml de solución de tiosulfato de sodio 0,1 N y lleve al volumen con agua destilada

Solución de Tiosulfato de Sodio (0,1 N)

- En un matraz aforado de 1000 ml deposite el contenido de la ampolla de Tritisol Tiosulfato de Sodio 0,1 N, enjuague la ampolla con agua destilada.
- Adicione agua destilada poco a poco con agitación constante y enrase hasta el volumen.
- Trasvase la solución preparada en frasco ámbar.

Solución de Almidón

- En un matraz de 1000 ml con tapa disolver 140 g de CINA (QP) en 375 ml de agua destilada.
- En un vaso de 50 ml, mezcle 5 g de almidón en 5 ml de agua destilada.
- Transfiera la mezcla del vaso al matraz, lleve a calentamiento hasta ebullición y deje hervir por 3 minutos.
- Enfríe a temperatura ambiente y filtre.
- Guarde la solución en un frasco color ámbar.