



**INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ**

**RESIDENCIA PROFESIONAL**

**ANÁLISIS DE LAS PROPIEDADES NUTRICIONALES DE LA  
MAZORCA DE CACAO (VARIEDAD).**

**INGENIERÍA QUÍMICA**

**PRESENTA:**

**JOSÉ ADEL URBINA TRUJILLO**

**ASESOR**

**M.I.A ROCÍO FARRERA ALCÁZAR**

**REVISORES**

**ING. RENÉ CUESTA DÍAZ**

**M.C JUAN JOSÉ SOLÍS ZAVALA**

**TUXTLA GUTIÉRREZ, CHIAPAS; JUNIO 2012**

## ÍNDICE

INTRODUCCIÓN -----	3
JUSTIFICACIÓN -----	4
OBJETIVOS -----	5
OBJETIVOS GENERALES -----	5
CARACTERÍSTICAS DEL ÁREA EN QUE SE PARTICIPO-----	6-9
PROBLEMAS A RESOLVER-----	10-12
ALCANCES Y LIMITACIONES -----	13
MARCO TEÓRICO-----	14-28
PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS -----	29-37
RESULTADOS -----	38-41
CONCLUSIONES Y RECOMEDACIONES -----	42
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS -----	44
ANEXOS -----	45-87

## **INTRODUCCIÓN**

Del análisis de las propiedades nutricionales de la mazorca de cacao y su variedad, se desarrolla la propuesta para conocer por medio de los análisis bromatológicos las propiedades nutricionales de la mazorca, llevando a cabo las metodologías que ayudan a obtener las siguientes propiedades: cenizas, humedad, fibra cruda, proteína, calorimétricas, grasas, con el fin de encontrar la mejor opción de utilización de la mazorca, al sustituir algún aditivo de alimentos balanceados con ella, con el fin de potenciar su valor económico, el uso de residuos de frutos y así mismo su consolidación en el mercado local, a fin de crear la cultura del valor agregado en la región norte del estado de Chiapas y con ello el mejoramiento de las condiciones socioeconómicas de los productores.

Por lo que en la propuesta de estos análisis es la sustitución de las harinas que se emplean en los alimentos balanceados para bovinos, se pretende llevar este proyecto a algo más específico como es el desarrollo de una propuesta de construcción de una planta piloto para la producción de alimentos balanceados a partir de la obtención de harina, con el objetivo de utilizarse en el sector ganadero como alimento de engorda.

## **JUSTIFICACIÓN**

Por referencia de los agricultores el residuo de la mazorca de cacao es utilizado como desperdicio y un alimento para cerdos, aunque no tienen conocimientos de las propiedades de la mazorca. Principalmente el volumen utilizado del cacao es un 10% del fruto, que son las habas o semillas, el resto que son el 90% es el residuo llamado mazorca de cacao.

Por medio de los análisis bromatológicos se pretende obtener las propiedades nutricionales como son las proteínas, carbohidratos, lípidos, fibras crudas, cenizas, humedad, de la mazorca del cacao para saber el beneficio que se puede obtener de este residuo, para producir principalmente harina y contribuir para mejorar la problemática que existe en el estado del bajo rendimiento económico que se obtiene del cacao y de la contaminación que provoca este desecho, el estudio se realiza en la parte de Pichucalco, Chiapas localizado en la parte norte del estado, se hace el análisis en el municipio para ver la producción que se tiene anualmente de cacao y las temporadas de cosecha de la misma en el municipio, para determinar si el volumen de residuo producido es grande; factor importante en esta investigación, los resultados servirán como base para el diseño de una planta piloto para producir harina, aditivo fundamental para formulación de alimento balanceado en marcha procesando la harina como un aditivo para alimento balanceado de engorda, con ello dar un valor agregado y obtener más beneficios del cacao.

## **OBJETIVO**

Valorar las propiedades nutricionales de la mazorca de cacao.

## **OBJETIVO ESPECÍFICO**

Revisar metodologías de bromatología adecuadas para el análisis de la mazorca de cacao.

Realizar análisis bromatológico de la mazorca de cacao

Evaluar resultados de la mazorca de cacao

Alternativas para el aprovechamiento integral de la mazorca de cacao

## **CARACTERIZACIÓN DEL AREA EN QUE SE PARTICIPO**

El presente proyecto se realizo en las instalaciones de GUTSA de C.V. y ECOSUR.

### **GUTSA**

En 2009, se constituye legalmente Grupo Urbina Trujillo SA de CV con finalidad de brindar opciones para inversión en el ramo industrial y agroindustrial, en 2009 inicia operaciones en el ramo de fabricación y comercialización de productos de limpieza a granel mediante una planta en Ecatepec, Estado de México, actualmente cuenta con 12 divisiones, de las cuales mencionare las más relevantes:

Servicios de transportación terrestre de pasaje y carga.

Producción de polvos, jarabes y concentrados para bebidas alimenticias.

Alimentos balanceados: Producción y comercialización.

Producción y comercialización de productos de limpieza.

Aguas Purificadas: Producción y comercialización de plantas.

### **Misión**

Crece como competidor nacional en el mercado de industrial y agroindustrial inspirando orgullo, pasión y compromiso, generando valor para nuestros grupos de interés.

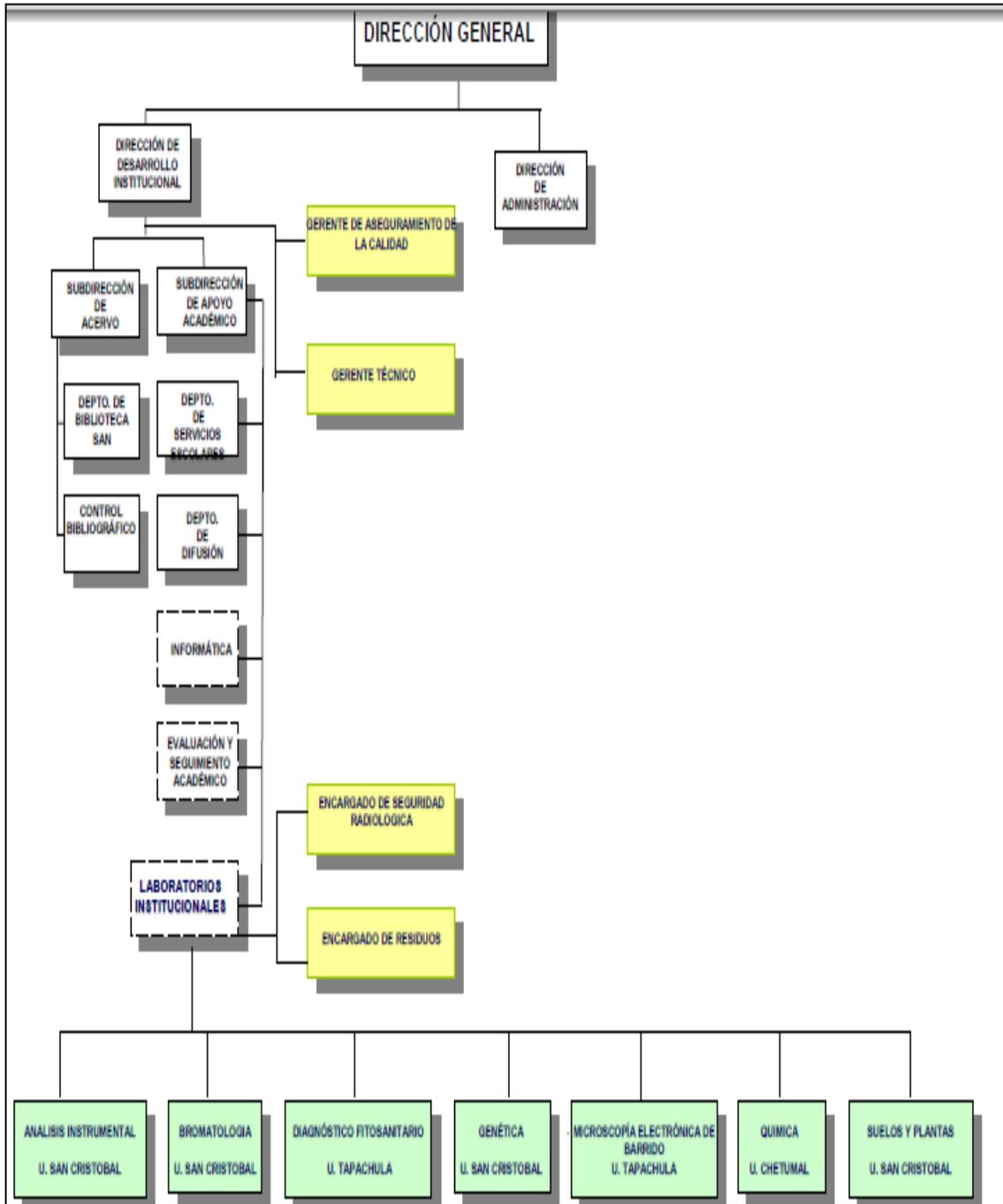
## **Visión**

Lograr que más de la mitad de nuestros ingresos provengan del área nacional e incrementar consistentemente el liderazgo en el mercado nacional, manteniendo nuestra rentabilidad.

## **ECOSUR**

Desde 1998 se contrata personal técnico para la operación de laboratorios temáticos, en 2003 el entonces director general toma la decisión de hacer uso eficiente de la infraestructura y equipamiento para atender las necesidades de los proyectos de investigación y se conforma el área de laboratorios con cuatro laboratorios, en el área se generan dos laboratorios más el de análisis instrumental, bromatología que se incorporan al grupo Lis donde ya estaban los laboratorios de suelos y plantas, química, diagnósticos fitosanitarios, microscopio electrónico de barrido, en 2006 se incorpora al grupo el laboratorio de genética para un total de siete laboratorios que operan bajo el nombre de Lis. También en 2006 se diseña e inicia la documentación para la implementación del SGC- Lis.

A continuación se presenta el organigrama operativo del área de los Lis.



principales actividades que se realizan son el Análisis de alimentos para consumo humano y animal, con el objetivo de verificar su calidad, valor nutritivo, composición química y toxicidad.

**Funciones:**

- ✓ Proporcionar un servicio de calidad en los resultados de los análisis establecidos.
  
- ✓ Brindar cursos teórico-práctico en las técnicas de laboratorio aplicadas al análisis de alimentos, forrajes y balanceados.
  
- ✓ Colaborar en proyectos de investigación
  
  
- ✓ Colaborar en las vistas guiadas

**PROBLEMAS A RESOLVER**

Cronograma preliminar de actividades

Actividad	Semana
-----------	--------

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
REVISION BIBLIOGRAFICA	X	X														
MUESTREO DE CAMPO			X	X												
ANALISIS DE PROPIEDADES					X	X	X	X	X	X	X	X				
ALTERNATIVAS DE UTILIZACION DE LA MAZORCA													X	X		
ELABORACION DE LA MEJOR ALTERNATIVA DE USO DE LA MAZORCA.															X	
CONCLUSION																X

En la parte bibliográfica fue muy difícil encontrar información que ayudara al desarrollo del proyecto, ya que no existe un antecedente del proceso en sí, por lo que se decidió realizar los análisis correspondientes de la mazorca.

En el muestreo de campo, se noto que el residuo (mazorca de cacao) es algo considerable en la producción de cacao, y que no tienen un uso en si para ello o bien si, como desperdicio a los cerdos, pero no saben que componentes o que nutrientes tiene esa mazorca. También se logro notar la contaminación del suelo cuando se lleva la putrefacción en la cual puedo ser buena de una cierta forma al suelo, porque aporta nutrientes, pero teniendo mucho de este desecho en un solo lugar puede ser un factor alterable en el suelo, por lo mismo contaminante e infeccioso pudiendo alterar el crecimiento de bacterias extrañas, virus, etc. En el aire al descomponer el desecho de la mazorca de cacao, expide un olor feo y fuerte a podrido, el cual se expande.

Análisis de propiedades: se realizaron en el laboratorio de bromatología en ECOSUR para obtener datos con calidad y certeza.

La alternativa que se tiene es una harina para alimento balanceado para bovinos.

Llevarla a planta piloto, tener los recursos financieros suficiente para la adquisición de equipos, para la producción de volumen de harina de alimento balanceado de calidad.

Con el desarrollo del proyecto se pretende solucionar esta problemática, que puede causar daños ambientales y obtener un producto redituable que será de impacto económico para el estado.

## **ALCANCES Y LIMITACIONES**

Principalmente desarrollar el análisis de las propiedades nutricionales de la mazorca de cacao y su variedad, principalmente los métodos de bromatología nos servirán como el apoyo para alcanzar lo que se quiere en

esta propuesta, posteriormente obteniendo los resultado, comparar los nutrientes en base a la normativa y ver si es compatible con una harinas para alimento de engorda, pudiendo sustituir un suplemento en alimentos balanceados, con el único fin de diseñar la planta piloto y hacer el proceso de producción mayor, dando así una expectativa de un alimento balanceado de menor precio y mejor calidad para alimentos de bovinos de engorda, generando empleos estables en la zona donde se encuentre la planta motor y mayor fluidez económica.

Las limitaciones fueron que en la empresa GUTSA no cuenta con equipos para realizar los análisis de bromatología, por lo que se busco un laboratorio el cual contara con los equipos e instalaciones necesarias como es ECOSUR, otras limitaciones fue el factor económico para poder realizar estudios necesarios, porque en cada metodología maneja reactivos diferentes que son caros. Y que no existe inversión estable al campo a la producción del cacao, ya que mi producto primario se genera en ese tipo de cultivo.

## **MARCO TEORICO**

La información analizada corresponde al estudio técnico y de campo del cacao que existe en la zona norte de Chiapas, situado en Pichucalco, Chiapas.

El cacao, base del chocolate, es un árbol nativo del trópico americano, especialmente de Mesoamérica. Es muy probable que fueran los olmecas los responsables de su domesticación, hace tres mil años, pero se atribuye a los mayas la difusión de su uso, pues constituyó una parte importante de sus actividades culturales, como alimento, medicina e incluso como parte de su sistema económico, como moneda. Los aztecas o mexicas integraron sus usos en su cultura. Por otro lado, hay evidencia que sugiere que antes de la llegada de los españoles también se cultivaba en Sudamérica, principalmente en Perú y Venezuela (Barazarte y col., 2008). El cacao no fue descubierto por nuestros antepasados españoles sino hasta principios del siglo XVI, cuando Cristóbal Colón y su tripulación, anclados en la isla de Guanaja frente a las costas de lo que hoy es Honduras, recibieron como presente de los habitantes de esta isla unas pequeñas nueces de forma ovalada y color marrón. Con ellas se elaboraba el "xocolatl" ("agua amarga" en lengua náhuatl o azteca, xoco = amargo y atl= agua), una bebida de fuerte sabor que producía una gran energía y vitalidad. La palabra maya con que se designaba al grano "*cacau*" derivaba de la voz antigua "chacahuaa". Actualmente, los descendientes mayas lo nombran "chucua". En el imperio azteca, Moctezuma recibía parte de sus tributos en almendras de cacao, porque estimaba mucho sus bayas como monedas. Como bebida, Moctezuma recibía anualmente 400,000 bolsas, equivalentes a 160 millones de bayas de cacao, útiles para preparar diariamente 50 tazas de chocolate, para su consumo personal (Enciclopedia de México, 1978).

En México, el cultivo del cacao estaba esparcido en toda la zona templada y caliente del país, desde la provincia de Tabasco, hasta Michoacán, Colima, Chiapas y Campeche. Se producía de manera espontánea, pero también se cultivaban las variedades principales de la planta: *Quauhcahuatl*, *Xochicahuatl* y *Tlacacahuatl*, todos nombres aztecas. Los cacaos más estimados eran los de las provincias de Tabasco y Soconusco, por sus semillas grandes, oleaginosas y de buen sabor.

El árbol de cacao es una planta de tipo tropical que crece en climas cálidos y húmedos, por lo general es un árbol pequeño, entre 4 y 8 metros de alto, aunque si recibe sombra de árboles grandes, puede alcanzar hasta los 10 metros de alto. La madera es de color claro, casi blanco, y la corteza es delgada, de color café. El cacao pertenece al género *Theobroma* que en griego significa "Alimento de los Dioses" de la familia de las bitneriáceas (Ogata, 2008). Se conocen 18 especies distintas, que se distinguen por el mayor o menor crecimiento de la planta, la forma de sus hojas, el volumen y coloración del fruto. Las semillas también varían en forma, tamaño y cualidades nutritivas. Las flores del cacao son pequeñas y abundantes, de color amarillo rojizo que al marchitarse dejan un embrión con el fruto que luego crece y se convierte en una especie de baya carnosa en todo su espesor. El grano del cacao, es una semilla encerrada en su fruto, similar al pepino. El cacaotero tiene una longevidad de 40 años. Un único árbol puede llegar a dar 100,000 flores a lo largo de un año. Estas flores tienen una vida

tan corta de apenas 48 horas. Una mazorca de cacao siempre contiene un número par de semillas o habas (Enciclopedia de México, 1978).

El fruto puede alcanzar una longitud de 15 a 25 centímetros. La mazorca tiene una corteza rugosa de casi 4 cm de espesor. Está rellena de una pulpa rosada viscosa, dulce y comestible. Al abrir el fruto, aparecen acomodadas en la parte carnososa, entre 30 y 50 semillas del cacao (blancas y carnosas) acomodadas en filas en el enrejado que forma esa pulpa y, que al lavarse y secarse, son empleadas para preparar la bebida ahora llamada “Chocolate”, una castellanización del vocablo náhuatl (Enciclopedia de México, 1978).

### **Producción de cacao en Chiapas, México**

La excesiva importación de cacao y derivados, la falta de apoyo a la producción, comercialización e industrialización y las plagas han afectado severamente al sector cacaotero nacional, que se encuentra en crisis, de acuerdo con organizaciones de productores (Villalba-Sánchez, 2008). Solamente en Chiapas, en una década se han perdido más de 10 mil hectáreas destinadas al cultivo de este grano y, aunque el gobierno estatal diseñó un programa de rescate, los productores consideran que es insuficiente. En la entidad se cultivan 19 mil 892 hectáreas de cacao, que producen cada año 16 mil 746 toneladas, de acuerdo con la oficina gubernamental mexicana Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo

Rural, Pesca y Alimentación (Sagarpa). De las 30 mil hectáreas que se dedicaban al cacao en 1993, unas 10 mil se utilizan hoy día para caña, maíz, mango y ganadería, lo que redujo el volumen de las cosechas en más de 16 mil toneladas anuales. De acuerdo con la Sagarpa (2009), para la gran mayoría de los productores el cacao se ha convertido en un cultivo alternativo o complementario, pues sus ingresos no proceden únicamente de ese grano, sino también de la caña o la ganadería, y algunos son simplemente trabajadores agrícolas. El cacao contiene cerca de 300 compuestos volátiles incluyendo ésteres, hidrocarburo-lactonas, monocarbonilos, piroles y otros más. Los importantes compuestos que dan el sabor son ésteres alifáticos, polifenoles, carbonilos aromáticos insaturados, pirazinas y teobromina. El cacao también contiene cerca de 18% de proteínas (8% digeribles); grasas, aminas y alcaloides incluyendo teobromina (0.5 a 2.7%), cafeína (0.25 a 1.43%), tiramina, dopamina, salsolinol, trigonelina, ácido nicótico y aminoácidos libres, taninos, fosfolípidos, etc. En adición a los alcaloides (principalmente teobromina), taninos y otros constituyentes, la cáscara de cacao posee un pigmento que es un poliflavonoglucósido. Este pigmento es muy requerido por ser resistente al calor y a la luz, muy estable a pH de 3 a 11 y muy usado como colorante de alimentos (Leung, 1980; López y col., 1984) e incluso como alimento de ganado (Aregheore, 2002).

Antecedentes

Los objetivos y la importancia de este trabajo es identificar y conocer las características bromatológicas de la mazorca de cacao (cascara) y variedad de la región norte del estado de Chiapas, ya que en la explotación cacaotera sólo se aprovecha económicamente la semilla, que representa aproximadamente un 10% de la masa del fruto fresco., obteniendo los resultados por estudios con equipos aptos para hacer los análisis de dicha mazorca.

El análisis se lleva a cabo es para saber la utilidad y darle un buen uso al residuo que queda después de obtener los granos de cacao de la mazorca. Principalmente se quiere obtener una harina para uso humano o bien para alimento de engorda en bovinos y porcinos agregándole aditivos.

Producción

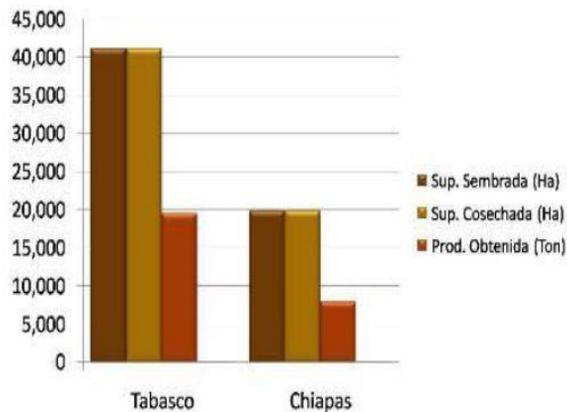


Figura 2. Producción de cacao en los estados de Tabasco y Chiapas (Sagarpa, 2009)

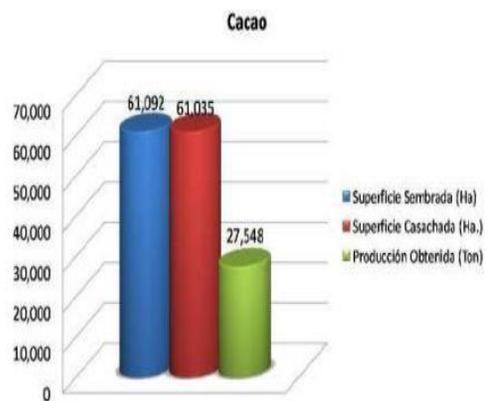


Figura 3. Producción de cacao a nivel nacional (Sagarpa, 2009)

## COMPOSICIÓN

Cabe destacar, por un lado, el contenido en hidratos de carbono, proteínas y grasa, como elementos mayoritarios, y la presencia de vitaminas y minerales por otra. Respecto a los macro-nutrientes, entre los hidratos de carbono el glúcido mayoritario es el almidón y hay muy poca cantidad de azúcares simples.

Está presente la fibra alimentaría, siendo una porción importante de ella fibra soluble.

La fracción proteica es apreciable, puesto que se señala una proporción de un 20 por ciento de proteínas; sin embargo, debemos señalar que el procesado del cacao puede modificar la biodisponibilidad de éstas y disminuir su valor nutritivo. Por ello, son interesantes los derivados del cacao elaborados con leche: mejoran la calidad nutritiva de la fracción proteica.

## **ESTRUCTURA**

El árbol del Cacao es una planta que rinde varias cosechas al año. Alcanza una altura media de 6 m y tiene hojas lustrosas de hasta 30 cm de longitud y pequeñas flores rosas que se forman en el tronco y en las ramas más viejas. Sólo una treintena de las aproximadamente 6,000 flores que se abren durante el año llegan a formar semillas, éstas, llamadas a veces habas del Cacao, están encerradas en una mazorca o piña de color pardo rojizo de unos 28 cm de longitud. Las semillas de Cacao, de sabor amargo, son de color púrpura o blancuzco y se parecen a las almendras.

## **CARACTERISTICAS DE LA PLANTA**

**Nombre científico:** “Theobroma cacao” (dado por Carl Von Linné, más conocido como Lineo)

**Cultivo:** En la franja comprendida entre los 20° al Norte y 20° al Sur del Ecuador. **Temperatura:** 20° C. **Agua:** todo el año. **Suelo:** fértil y profundo.

**Requiere:** Muchos cuidados, sombra, soto-monte (se plantan árboles entre ellos para que en ese nicho ecológico proliferen la mosquitas polinizadoras).

**Cacaotero:** Árbol de 3 a 6 metros de altura, copa redonda, corteza marrón.

**Hojas:** Anchas, sencillas, oblongas, verde oscuras.

**Flores:** Pequeñas, de color rojizo - morado, de 5 pétalos, cauliflora (salen de cojincillos en el tronco y ramas).

**Polinización:** A través de mosquitas que prosperan en su entorno.

**Fruto:** De 10 a 20 cm. verde al amarillo y marrón, seco es blanco, ovoide, largo, puntiagudo, acanalado y verrugoso, blando o duro. Interior: pulpa blanca y dulce recubre semillas (30 a 40) con forma y tamaño de almendra, cotiledones blancos o morados. Crecen del tronco y de las ramas gruesas. Se dan después de 3 o 4 años. Tamaño adulto: 4 a 5 meses. Maduración: 1 mes. Cosecha: 2 por año, generalmente. A mano o por vareo.

### **MAZORCA DE CACAO**

La transformación del cacao en grano en chocolate es un proceso largo, pero relativamente poco complejo, que comprende tres etapas cumplidas generalmente por actores distintos en diferentes etapas. La primera etapa, cumplida por los productores de cacao en el lugar de producción, comprende básicamente la fermentación y el secado.

Las mazorcas de cacao son descortezadas, quebrándolas para liberar los granos recubiertos de una pulpa blanca (mucílago) que se someten a la fermentación. La pulpa blanca está sembrada de levaduras presentes en el aire. Esos fermentos, que elevan la temperatura hasta 45-50°C en dos días, licúan la pulpa en las cajas de fermentación. Al principio, la fermentación es anaeróbica, en ausencia de oxígeno, es decir, fermentación alcohólica. Una vez desaparecida la pulpa el aire puede circular gracias a las agitaciones. La fermentación se convierte en acética. Esa transformación vuelve permeables las paredes celulares del grano, lo que entraña reacciones químicas entre sus componentes. Las enzimas actúan sobre las proteínas,

engendrando los precursores de los aromas. A demás actúan sobre ciertos polifenoles, provocando la aparición de compuestos que, al oxidarse, dan un color marrón al grano, disminuyendo asimismo el amargor y la astringencia, naturales de los granos. El proceso dura unos tres días para los cacaos Criollos y de cinco a siete días para las otras variedades de cacao. Después de la fermentación, los granos son sometidos al secado, para reducirles su contenido de humedad, de un 60% a un 8% o menos. Así se asegura una óptima conservación en el almacenamiento y en el transporte. Para ello se utilizan técnicas de secado natural (al sol) o artificial (con secadores mecánicas). Un buen secado evita la formación de hongos, que alteran la manteca de cacao y previenen la sobre-fermentación. Los granos secos son luego seleccionados y clasificados, ensacados (en sacos de yute) y almacenados (en lugares secos y ventilados).

## **VARIEDADES DEL CACAO**

**El criollo o nativo:** es el cacao genuino y fue bautizado así por los españoles al llegar a México. Se cultiva en América en Venezuela, Honduras, Colombia, Ecuador, Nicaragua, Guatemala, Trinidad, Jamaica, México y Granada; y en el Caribe, en la zona del océano Índico y en Indonesia. Es un cacao reconocido como de gran calidad, de escaso contenido en tanino, reservado para la fabricación de los chocolates más finos. El árbol es frágil y de escaso rendimiento. El grano es de cáscara fina, suave y poco aromático. Representa, como mucho, el 10% de la producción mundial.

**El forastero:** originario de la alta Amazonia. Se trata de un cacao normal, con el tanino más elevado. Es el más cultivado y proviene normalmente de África. El grano tiene una cáscara gruesa, es resistente y poco aromático. Para neutralizar sus imperfecciones, requiere un intenso tueste, de donde proceden el sabor y el aroma a quemado de la mayoría de los chocolates. Los mejores productores usan granos forastero en sus mezclas, para dar cuerpo y amplitud al chocolate, pero la acidez, el equilibrio y la complejidad de los mejores chocolates proviene de la variedad criolla.

**Los híbridos, entre los que destaca el trinitario:** es un cruce entre el criollo y el forastero, aunque su calidad es más próxima al del segundo. Como su nombre sugiere, es originario de Trinidad donde, después de un terrible huracán que en 1727 destruyó prácticamente todas las plantaciones de la Isla, surgió como resultado de un proceso de cruce. De este modo, heredó la robustez del cacao forastero y el delicado sabor del cacao criollo, y se usa también normalmente mezclado con otras variedades.

## **DERIVADOS DEL CACAO**

**MANTECA DE CACAO:** Es la grasa obtenida de someter la masa o licor de cacao a presión y calor.

Manteca de cacao natural orgánica líquida o sólida de color amarillo pálido, proveniente de una mezcla de finos cacaos de primerísima calidad, grano

orgánico fermentado, Tipo Trinitario, la cual a través de un riguroso proceso desarrollado en más de 50 años de experiencia permite lograr y preservar el más puro sabor. Es una mezcla de ácidos grasos principalmente palmítico, esteárico y oleico, con una pequeña cantidad de ácido linoleico. A temperatura ambiente presenta la forma de placas o fragmentos duros, de superficie untuosa, quebradizos. La fragmentación es franca y de textura cerosa. En estado fundido, es un líquido oleoso, absolutamente límpido. También llamada aceite de theobroma, es la grasa natural comestible del haba del cacao, extraída durante el proceso de fabricación del chocolate y el polvo de cacao. La manteca de cacao solo tiene un suave aroma y sabor a chocolate. Es el único componente del cacao usado en la fabricación del dulce llamado chocolate blanco.

Apropiado para la producción de chocolates, helados, fabricación de cosméticos y productos farmacéuticos.

## **CACAO EN POLVO**

Cacao Orgánico Natural proveniente de una mezcla de cacaos orgánicos Centroamericanos de primerísima calidad, de grano fermentado, Tipo Trinitario, lo que permite preservar el más puro sabor del chocolate. Es un polvo seco, de color café oscuro, que tiene el sabor característico de cacao. No es amargo o ácido y es libre de impurezas, olor o sabores extraños. Conveniente para helados, leche, galletas, coberturas, chocolate para bebidas en polvo, confección de repostería y como mezcla en tabaco.

## **LICOR DE CACAO**

Licor de cacao natural orgánico líquido o sólido de color oscuro muy viscoso no es amargo o ácido, proveniente de una mezcla de finos cacaos orgánicos de primerísima calidad, grano fermentado, Tipo Trinitario, la cual a través de un riguroso proceso desarrollado en más de 50 años de experiencia permite lograr y preservar el más puro sabor del chocolate. Apropiado para la producción de chocolates y coberturas.

## **CHOCOLATE**

El chocolate es el alimento que se obtiene mezclando azúcar con dos productos derivados de la manipulación de las semillas del cacao: una materia sólida (la pasta de cacao) y una materia grasa (la manteca de cacao). A partir de esta combinación básica, se elaboran los distintos tipos de chocolate, que dependen de la proporción entre estos elementos y de su mezcla o no con otros productos tales como leche y frutos secos.

## **TIPOS DE CHOCOLATE**

**Chocolate negro:** (llamado también chocolate fondant; chocolate amargo; chocolate bitter; chocolate amer; chocolate puro): es el chocolate propiamente dicho, pues es el resultado de la mezcla de la pasta y manteca del cacao con azúcar, sin el añadido de ningún otro producto (exceptuando el aromatizante y el emulsionante más arriba citados). Las proporciones con que se elabora dependen del fabricante. No obstante, se entiende que un chocolate negro debe presentar una proporción de pasta de cacao superior, aproximadamente, al 50% del producto, pues es a partir de esa cantidad cuando el amargor del cacao empieza a ser perceptible. En cualquier caso, existen en el mercado tabletas de chocolate negro con distintas proporciones de cacao, llegando incluso hasta el 99%.

**Chocolate de cobertura:** es el chocolate que utilizan los chocolateros y los pasteleros como materia prima. Puede ser negro o con leche, pero en todo caso se trata de un chocolate con una proporción de manteca de cacao de alrededor del 30%, lo que supone el doble que en los otros tipos de chocolate. La cobertura se usa para conseguir un alto brillo al templar el chocolate y porque se funde fácilmente y es muy moldeable.

**Chocolate a la taza:** es el chocolate negro (normalmente, con una proporción de cacao inferior al 50%), al que se le ha añadido una pequeña cantidad de fécula (normalmente, harina de maíz) para que a la hora de cocerlo aumente su espesor. Suele disolverse en leche. Hoy en día, es

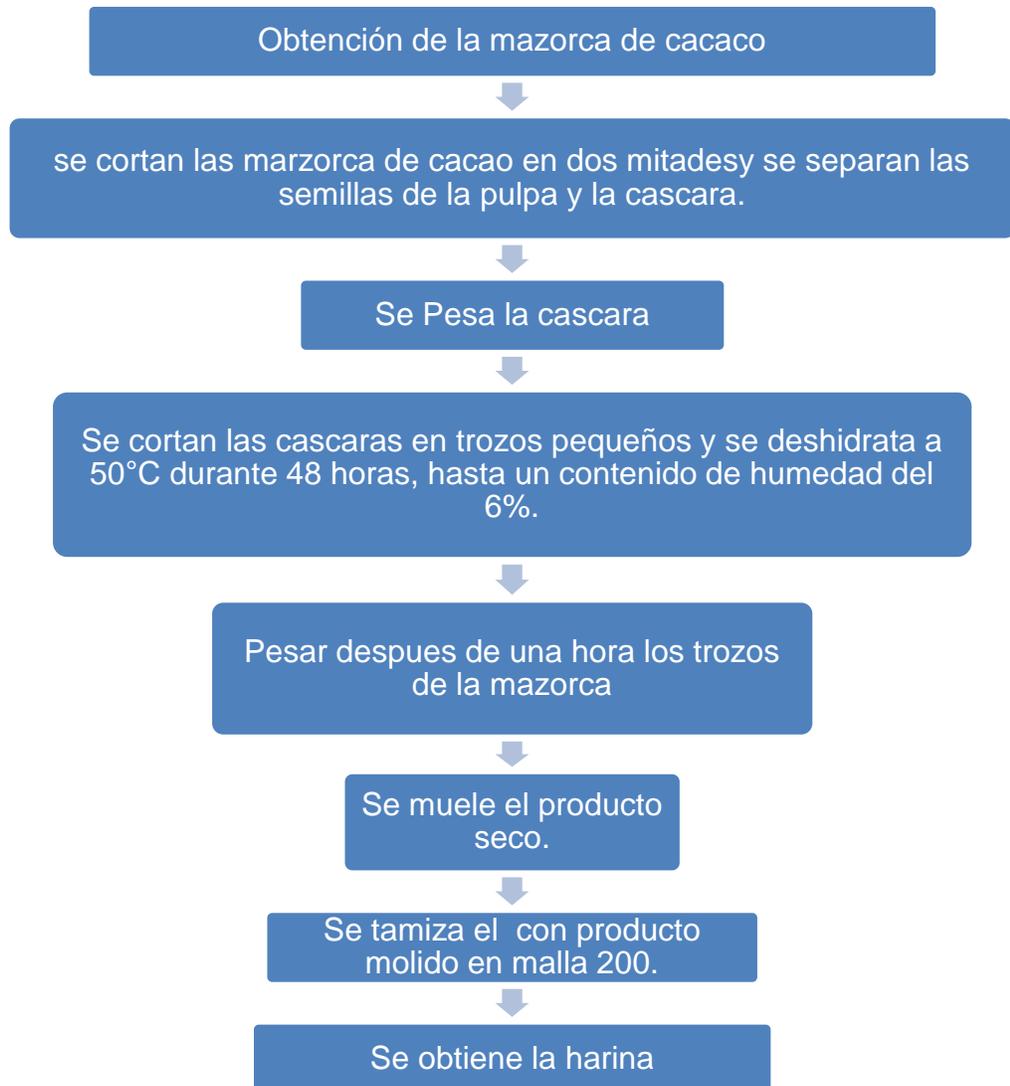
posible encontrar también este chocolate en los comercios en forma ya líquida.

**Chocolate con leche:** es el derivado del cacao más popular. Se trata, básicamente, de un dulce, por lo que la proporción de pasta de cacao suele estar por debajo del 40%. No obstante, buena parte de las más importantes marcas de chocolate producen tabletas de chocolate con leche con proporciones de cacao inusuales, por encima incluso del 50%, dirigidas tanto al mercado de los gourmet como al negocio de la pastelería. El chocolate con leche, como su nombre indica, lleva leche añadida, en polvo o condensada.

**Chocolate blanco:** estrictamente, no se trata de chocolate, pues carece en su composición de la pasta de cacao, que es la materia que aporta las propiedades del cacao. Se elabora con manteca de cacao (por lo menos, el 20%), leche (en polvo o condensada) y azúcar. Es un producto extremadamente energético y dulce. Visualmente muy atractivo, es un elemento decorativo muy usado en la repostería.

**Chocolate relleno:** como indica la expresión, es una cubierta de chocolate (en cualquiera de sus variantes y con un peso superior al 25% del total) que recubre frutos secos (avellanas, almendras...), licores, frutas, etc.

## PROCEDIMIENTOS Y DESCRIPCIONES



Obtención de la muestra

Obtención de la mazorca de cacao, residuos de cacao.

Partir en trozos la mazorca para tener un mejor secado.

Pesar los trozos balanza analítica calibrada.

Meter a una estufa con temperatura de 50°C por 48 horas o más dependiendo lo crujiente que este a las 48 horas.

Dejar pasar una hora después para poder pesar la muestra, para luego llevarla al molino.

Molienda de la muestra y tamizado por malla 200.

Obtención de la harina con cierto granulado.

Dejar la muestra en temperatura ambiente para evitar la humedad.

### **Métodos utilizados**

Los métodos utilizados son análisis químicos proximales de bromatología, donde cada método se rige por cierta norma de proceso y de laboratorio.

Método de ceniza (ver en anexo).

Método de humedad (ver en anexo).

Método de proteínas (ver en anexo).

Método de fibra cruda (ver en anexo).

Método de grasas (ver en anexo).

Método energía calorífica (ver en anexo).

**Cronograma de actividades análisis de mazorca de cacao**

Actividades	Semana 1					Semana2				
	L	M	M	J	V	L	M	M	J	V
Inducción al SGC-Lis										
Uso de bitácoras, materiales de referencia, criterios de validez de resultados, repeticiones.										
Pretramamiento de la muestra										
<b>Revisión metodologías</b>										
<b>Humedad y cenizas</b>										
Limpieza de materiales										
Peso constante de crisoles y matraces (al final del día).	pc1/4 h	pc2, pm1	pm2							
Uso de balanza analítica, termopar, desecador. Criterio de peso constante.										
Pesaje de muestra. Deshidratación y pesaje, carbonización de muestra										
<b>Revisión datos</b>										
Uso de mufla, termopar e										

incineración 6h.																			
Enfriamiento y pesaje																			
<b>Revisión datos</b>																			
<b>Revisión metodología extracto etéreo.</b>																			
Pesaje de muestra																			
Montaje de muestra de grasa																			
Recuperación éter																			
Secado y pesaje																			
<b>Revisión datos</b>																			
<b>Revisión metodología Proteína cruda</b>																			
Pesaje y preparación de muestra																			
Digestión de la muestra																			
Destilación y titulación																			
<b>Revisión datos</b>																			
<b>Revisión metodología Fibra cruda</b>																			
Pesaje de muestra																			
Peso cte crisol gooch																			
Digestión de la muestra y lavado																			

Secado y pesaje																				
carbonización																				
incineración y pesaje																				
<b>Revisión datos</b>																				
<b>Revisión metodología energía calorífica</b>																				
Pesaje de ácido benzoico y corrida																				
<b>Revisión datos</b>																				
Pesaje muestra y corrida																				
<b>Revisión datos</b>																				
Reporte final																				

### Introducción al SGC- Lis

Capacitación de los sistemas de gestión de calidad de la institución ECOSUR por medio de la Q.F.B Ma. Guadalupe Pérez Escobar donde se mencionó con los sistemas que los rigen en la institución y en el laboratorio de Bromatología. También se hizo mención de la limpieza, orden y uso de bata en los laboratorios de ECOSUR.

## **Uso de bitácoras, materiales de referencia, criterios de validez de resultados, repeticiones**

En la plática de inducción nos hizo de conocimiento el uso de las bitácoras en los laboratorios, en los equipos que se utilizan y metodología utilizada.

Los materiales de referencia son simplemente especificaciones concretas para los estudios y análisis que estén utilizando en las metodologías, con los materiales de referencia se llega a la evaluación para determinar cierta parte del análisis.

Los criterios de validez de resultados se toman cuando el rendimiento del método que se utilizo llega de un  $100\% \pm 5\%$ , por lo que se toma que los resultado con el SGC son 100% verídicos, para ello se toma repeticiones para comprobar y cumplir con lo especificado correspondientes a normas.

## **Pretatamiento de la muestra**

El pretatamiento consiste en dejar la muestra de una manera que se factible en el uso de las metodologías que se vayan a utilizar, principalmente en el análisis de la mazorca de cacao se hizo desde el secado crujiente de la mazorca por 48 horas, para luego llevarla a trituración o molienda, tamizándola con malla # 200 para tener el granulado deseado.

## **Revisión de metodologías humedad y cenizas**

Se reviso las metodologías para empezar a desarrollar las actividades correspondientes a cada uno de los métodos, esto con el fin de ver los materiales y equipos a utilizar en el laboratorio.

## **Limpieza de materiales**

Principalmente en la limpieza de materiales se encuentra peso constante de crisoles por medio de ponerlos en la estufa a 100°C por 8 horas. En los matraces el peso constante se lleva por 24 horas en la estufa a 100°C.

Uso de la balanza analítica en el laboratorio son los siguientes:

- Poner la burbuja en su lugar.
- Calibrar con pesas estandarizadas
- Anotar en bitácora cada peso.

Uso de termopares, desecadores y criterios de peso constantes.

Pesaje de muestra. Deshidratación y pesaje, carbonización de muestra.

Uso de mufla, termopar e incineración 6h. (ver anexo)

Enfriamiento y pesaje de crisoles después de una hora de enfriamiento.

## ***Revisión metodología extracto etéreo.***

Pesaje de muestra por medio de la balanza analítica calibrada.

Montaje de muestra de grasa con el equipo de soxhlet.

Recuperación éter de petróleo.

Secado y pesaje de la muestra después de calentar por 5 horas a los matraces.

### **Revisión metodología Proteína cruda**

Se toma la muestra para homogenizar y prepararla para el pesado correspondiente de la metodología poniéndolas en tubos de ensayos.

Digestión de la muestra por medio del equipo hecho en laboratorio.

Destilación y titulación correspondientes para obtener los resultados.

### **Revisión metodología Fibra cruda**

Pesaje y preparación de muestra

Peso constante crisol gooch se lleva en la estufa a 100°C por 8 horas dejando enfriar una hora en los desecadores, y pesando.

Digestión de la muestra se utiliza el equipo digestor de fibra cruda y lavando las muestras cada que termines el uso del digestor.

Secado y pesaje de muestra en desecadores dando una hora para el pesaje.

Carbonización se lleva a cabo en la parrilla eléctrica, tiempo exacto no se tiene pero es hasta que cada muestra no suelte ningún tipo de gas o humo.

Incineración se lleva en la mufla con la temperatura correspondiente que es de  $550^{\circ}\text{C} \pm 25$  y pesaje lleva después de 2 horas que se tienen en desecadores.

### **Revisión metodología energía calorífica**

Pesaje de ácido benzoico en pastillas para luego utilizar el equipo de la bomba calorimétrica y poder correr el análisis correspondiente.

Se repiten dos o tres veces para obtener datos reales y tener la plena confianza en datos obtenidos.

### **Revisión de datos**

Al término de cada resultado se hace la revisión y comprobación de la metodología.

Estas actividades fueron realizadas en los laboratorios de ECOSUR de San Cristóbal de las Casas Chipas, con la Q.F.B María Guadalupe Pérez Escobar responsable del laboratorio de Bromatología. Este laboratorio cuenta con la calidad necesaria para poder realizar los análisis correspondientes y dar más validez a los resultados obtenidos, de acuerdo con las metodologías utilizadas están certificados con normas de calidad SGC. Las metodologías se anexan al último.

## RESULTADOS OBTENIDOS:

Mazorca de Cacao

Condiciones ambientales: Humedad relativa entre 40-65%, T° ambiente: 16-20,5°C Humedad: Peso cte. de crisoles y secado de las muestras en estufa 100°C/4 horas.

Cenizas: Peso cte. de crisoles en estufa 100°C/4 horas e incineración en mufla a 550°C/6h. Proteína cruda: Digestión 100min/377°C, destilación con ácido, bórico al 1% y mezcla de catalizadores, titulación con solución de ácido sulfúrico 0,0504N valorado.

Grasa: Extracción con éter de petróleo 10h.

Fibra cruda: Digestión ácida/alcalina en equipo ANKOM y uso de bolsas de filtración F57. Carbohidratos por cálculo.

Valor energético por factores.

Energía calorífica en bomba calorimétrica en ambiente de O<sub>2</sub>.

Muestra	% Humedad en la deshidratación	% Humedad relativa	% Cenizas	% Proteína Cruda
Mazorca de cacao	80,7617	4,5616	7,0487	5,6252

% Fibra Cruda	% Grasas	% Carbohidratos
31,0885	0.2825	51,3936

Muestra	Energía calorífica Kcal/100g	Valor energético Kcalorias
Mazorca de cacao	436,1361	248,8641

De acuerdo al resultado obtenido en los análisis bromatológicos, nos arrojan datos de una harina para consumo animal, el cual se tomara como un suplemento para alimento balanceado, sustituyendo alguna harina en la alimentación y nutrición en los bovinos, el consumo de esta tiene como objetivo reparar las perdidas constantes que el cuerpo sufre durante el desarrollo de las actividades vitales diarias en los bovinos.

Básicamente en la producción animal la alimentación es un factor importante para:

Obtener la mayor producción posible y garantizar una vida productiva larga.

Asegurar el estado sanitario de los animales y crías.

Esta harina será un suplemento para los bovinos, que se van a combinar con pastos y forrajes para la buena alimentación para el ganado. El alimento para ganado debe tener doble propósito se debe de tratar de cubrir los requerimientos de los animales al menor costo posible y tener buen rendimiento en el aspecto nutricional. Por ello se toma esta materia prima que no tiene algún costo y es una forma de darle un valor agregado al residuo del cacao. Para ello se pretende llevar esto a planta piloto para tener mayor producción, calidad y menor costo.

## **Sugerencias y recomendaciones**

### **Planta piloto de harina de mazorca de cacao**

En el diseño de la planta se considerara diferentes aspectos que determinan la funcionalidad del proceso de refinación de los trozos secos de la mazorca de cacao. La planta se maneja con una tecnología sencilla donde los elementos involucrados son de fácil manejo y accesibles para su mantenimiento, siendo un proceso simple que se pueda realizar.

El proceso general se compone de molienda de trozos de la mazorca de cacao secos en el molino y tamiz cilíndrico de aspas. Clasificación de las harinas obtenidas después de la molienda en ciclones.

### **Breves aspectos de la planta piloto**

Por medio de un tornillo sinfín se alimenta pequeños trozos de mazorca de cacao seco, al molino tamiz. Los cuales se utilizaran mayas de 177 micras hasta 200 micras. En esta etapa se utilizara ciclones convencionales que normalmente recolectan el producto procesado, en este caso los ciclones son utilizados como clasificadores neumáticos.

## **Conclusiones**

De acuerdo a lo planteado al principio se obtuvo harina, la cual se tomará como un aditivo para los alimentos en los bovinos de engorda, sustituyendo alguna harina en los alimentos balanceados, tratando de producir la mayor cantidad de harina se llevara a planta piloto, para realizar alimentos balanceados con pastos, melaza, cebada, etc. Con esto se pretende formular una ración combinando en las cantidades necesarias de alimentos de acuerdo a los requerimientos de los bovinos, manteniendo crecimiento, reproducción y lactancia, lo que llevaría a tener mayores ingresos económicos en la zona norte del estado de Chiapas, creando una fuente de empleo y un bienestar a los pueblos cercanos a la planta de producción.

Gracias a la capacitación recibida en los laboratorios de ECOSUR pude hacer los estudios y poner en práctica las metodologías para realizar los análisis bromatológicos de la mazorca de cacao, por lo que aprendí a utilizar los diferentes equipos como son: La bomba calorimétrica, equipo soxleht, equipo de fibra cruda, equipo de digestión de proteínas, a calibrar la balanza analítica y anotar en bitácoras datos requeridos de cada equipo utilizado para llevar un registro de los análisis y datos obtenidos, que sirven como base de cálculo y resultado.

## **Fuentes de información**

NOM-116-SSA1-1994, Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico. Método por arena o gasa.

NMX-F-607-NOMRMEX-2002. Alimentos- Determinación de cenizas en alimentos.

METODO INTERNO ET-BR04. Método de proteína cruda.

NMX-F-615-NORMEX-2004 Determinación de extracto etéreo (Método Soxhlet) en alimentos.

NMX-F-613-NORMEX-2003. Alimentos. Determinación de fibra cruda en alimentos.

Irma Tejada de Hernández. Manual de Análisis de alimentos.1986 (Carbohidratos).ECOSUR

Simón de León. Análisis de alimentos vol.1. 1985 (valor energético).

Analytical Methods for Oxygen Bombs, (1987). No. 207M. Parr. ASTM Method E144-64.

1. AOAC. 1995. Official Methods of Analysis. 16a Ed. Association of Official Analytical Chemists, Washington, DC. EEUU.
2. Aregheore, E.M. 2002. Chemical evaluation and digestibility of cocoa (*Theobroma cacao*) byproducts fed to goats. Tropical Animal Health and Production. 34(4):339-348.

Baduí, S. 1999. Química de los alimentos. Ed. Pearson Educación. Longman de México Editores, S.A. de C.V. Pp. 106-108. México D.F. México.

<http://todosobrechocolate.blogspot.mx/>

**ANEXOS**

**MÉTODO DE CENIZAS**

## INTRODUCCIÓN

El concepto de cenizas se refiere al residuo después de la combustión (incineración) completa de los componentes orgánicos de un alimento en condiciones controladas. El contenido de cenizas permite distinguir la presencia de adulteraciones y proporciona un índice para caracterizar y evaluar un alimento. La muestra seca, se carboniza y posteriormente se calcina a  $550 \pm 5^\circ\text{C}$  para eliminar su contenido de materia orgánica, con el residuo después de la calcinación se cuantifica por gravimetría el porcentaje de cenizas.

## DOCUMENTOS DE REFERENCIA

NMX-EC-17025-IMNC. Acreditamiento de laboratorios de ensayo/calibración.

NMX-F- 607-NORMEX-2002 Determinación de Cenizas en alimentos-Método de prueba.

MT-BR01 Manual del laboratorio de bromatología.

## MATERIALES, EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg.

Campana de extracción de humos.

Crisoles de porcelana de 52 mm de diámetro x 46mm de alto. Desecador.

Estufa de calentamiento, capaz de mantener la temperatura a  $100 \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

Guantes de asbesto.

Mufla con control de temperatura de 550-600°C.

Placa de calentamiento con regulador de temperatura.

Perilla de succión o accesorio similar.

Pinzas para crisoles.

## MATERIALES DE REFERENCIA

MRC Leche entera en polvo CENAM

## RIESGOS Y PRECAUCIONES

Usar pinzas para manipular crisoles de porcelana.

Usar guantes de asbesto.

La balanza debe estar calibrada.

El termómetro usado para ajustar la temperatura de la estufa y la mufla estar calibrado.

Transportar el desecador con seguridad.

Secar periódicamente el silicagel que se encuentra en el desecador.

Condiciones Ambientales

Mantener las puertas cerradas cuando se pesan muestras y material a peso constante.

Realizar el aseo antes de iniciar el trabajo en el laboratorio.

Evitar corrientes de aire.

Evitar pesar materiales calientes o excesivamente fríos.

## DESARROLLO DEL MÉTODO

- 1) Llevar los crisoles a la estufa ajustada a  $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  e introducir con las pinzas y dejar secar 4h.
- 2) Transcurrido este tiempo Introducir con pinzas dentro del desecador, transportar al laboratorio y dejar enfriar hasta que alcance la temperatura ambiente (aproximadamente 1h).
- 3) Anotarse en la bitácora de control de la balanza.
- 4) Encender la balanza y verificar el intervalo de trabajo con el marco de pesas y registrar.
- 5) Pesar y registrar todos los pesos obtenidos en la bitácora de registro de datos de cenizas del método.
- 6) Determinar el peso 1 y 2 de los crisoles. (Valor A).
- 7) Tarar los crisoles antes de agregar la muestra.

8) Pesar en los crisoles 3 g de muestra homogénea y anotar los datos (valor B).

9) Colocar los crisoles con la muestra sobre la parrilla de calentamiento eléctrica o mechero ubicada dentro de la campana de extracción de humos.

10) Encender la parrilla de calentamiento o mechero y la campana de extracción de humos, quemar la muestra muy lentamente con temperatura baja (evitar la proyección de partículas de la muestra y desprendimiento activo de humos) hasta su carbonización total (ausencia de humos).

11) Transportar los crisoles en el desecador, a la mufla que se encuentra en el cuarto de hornos.

12) Registrar el uso de la mufla en el formato correspondiente.

13) Encender la mufla 1h antes de introducir los crisoles y verificar ha alcanzado la temperatura deseada ( $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ ).

14) Introducir los crisoles dentro de la mufla con pinzas.

15) Mantener 6 horas los crisoles a esta temperatura.

16) Transcurrido este tiempo apagar la mufla, sacar los crisoles con pinzas y colocarlos dentro del desecador enfriar 1h, transportar al laboratorio y dejarlos enfriar hasta que alcancen la temperatura ambiente (2h en total). Verificar que las cenizas estén blancas ó ligeramente grises.

17) NOTA: Para retirar los crisoles de la mufla, mantener cerrada la puerta del cuarto de hornos.

18) En caso de que haya presencia de puntos negros en las cenizas, agregar 2 -3 gotas de agua desionizada o de ácido nítrico concentrado; evaporar lenta y completamente (e n estufa de secado) evitando perdida de la muestra por proyección.

19) Repetir los incisos 13 -15 y en esta ocasión deben permanecer 30 minutos.

20) Después de este tiempo apagar la mufla, sacar los crisoles con pinzas para colocarlos dentro del desecador 1h.

21) Dejar enfriar los crisoles en el desecador hasta temperatura ambiente (2 h aproximadamente), pesar y anotar datos (valor C).

Control de calidad

22) Pesar por triplicado una muestra MRC para control de calidad en cada corrida de muestras y un duplicado de muestra pro cada corrida de 10, realizar el análisis estadístico para la aceptación de resultados.

23) Si los datos estadísticos no cumplen los criterios de validez de resultados (sección XVI), repetir el ensayo.

24) Los datos obtenidos en la bitácora de datos de de cenizas método son vaciados en una hoja de archivo electrónico Excel Cálculos, donde se realizan los cálculo.

## **MÉTODO DE ENERGÍA CALORIFICA**

## INTRODUCCIÓN

Cuando una sustancia se quema por completo hasta los últimos productos de oxidación como dióxido de carbono, agua y otros gases, el calor liberado se considera como la energía bruta o calor de combustión, que es el punto de partida para determinar el valor energético de los alimentos que el organismo utiliza y esta determinación se puede realizar por un calorímetro

El tamaño de partícula es importante porque este influencia la proporción de la reacción. Partículas grandes pueden no quemarse completamente y partículas muy pequeñas son fácilmente arrastradas fuera de la cápsula por turbulencia de los gases durante una combustión rápida. La compresión en un pellet es recomendada ya que esta quema menos vigorosamente que una muestra suelta, resultando en combustiones incompletas. Cierta cantidad de humedad es deseable para controlar la proporción de la combustión. Contenidos de humedad arriba de 40% pueden ser tolerados en algunos casos. La humedad puede ser adicionada a la muestra agregando unas gotas de agua directamente en una muestra suelta o en un pellet después de que ha sido pesada la muestra.

## DOCUMENTOS DE REFERENCIA

NMX-IEC 17025 –IMNC Acreditamiento de laboratorios de ensayo/calibración. OPERATING INSTRUCTIONS. For the 1341 Oxygen Bomb Calorimeter. PARR

## REACTIVOS

Solución de hidróxido de sodio 0,1N

Agua destilada tipo II.

Solución de naranja de metilo 0,01%

Biftalato de potasio con pureza mínima de 99%

Fenolftaleína al 1,0 % en alcohol etílico.

## MATERIALES, EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN

Balanza analítica con sensibilidad 0,1 mg.

Bureta de 10 mL, con división de 0,1 mL, Clase A calibrada. Campana de extracción de humos.

Crisol de porcelana.

Estufa de secado capaz de mantener temperatura de 120°C y 270°C Guantes resistentes a altas temperaturas.

Matraz volumétrico de 1000 ml, Clase A calibrado.

Placa de calentamiento con regulador de temperatura o mechero. Perilla de succión.

Vasos de precipitado de 600 mL.

Termómetro de 35°C con divisiones de 0,02°C

## MATERIALES DE REFERENCIA

Acido Benzoico de pureza 99.9%

## RIESGOS Y PRECAUCIONES

Usar guantes de asbesto.

Verificar que la balanza analítica y el termómetro utilizado en la estufa de secado están calibrados.

Evitar pesar materiales calientes o excesivamente fríos.

Verificar que se haya realizado el pellet de forma correcta para evitar que se pierda muestra dentro de la bomba.

Registrar el peso de agua que se adiciona a la muestra para formar el pellet.

Cerrar la bomba con precaución.

Eliminar los gases después de la combustión.

Condiciones Ambientales

Durante el pesaje de muestras y materiales, mantener las ventanas y puerta cerradas. Realizar el aseo antes de iniciar las labores en el laboratorio.

Evitar corrientes de aire.

**MUESTRA**

Preparación del pellet de ácido benzoico ACS JT Baker

Tomar con la cucharilla un poco de ácido benzoico en polvo y depositar en el recipiente (no pasar de 1,0 g)

Comprimir con la peletizadora PARR

Expulsar el pellet y con mucho cuidado, llevarlo a la balanza para registrar su peso.

Colocarlo en la cápsula de combustión y llevarlo a la bomba para su combustión.

Muestra

Tomar un poco de muestra con la cucharilla y agregarla al crisol de porcelana (no pasar de 1,0 g)

Adicionar si así se requiere 1-2 gotas de agua destilada (el peso de estas gotas se debe descontar del peso total de la muestra) para lograr una mejor compresión de la muestra.

Mezclar perfectamente y depositar en el recipiente para posteriormente comprimir con la peletizadora PARR

Expulsar el pellet con mucho cuidado y colocar en la cápsula de combustión previamente tarada con ayuda de pinzas.

Registrar su peso.

Picar, triturar y homogenizar la muestra antes de deshidratar en estufa de secado a 55-60°C.

Secar las muestras en la estufa de secado a una temperatura entre 55 y 60°C.

Moler y tamizar las muestras deshidratadas en malla de 2 mm

NOTA: La muestra debe estar a temperatura ambiente antes de iniciar el análisis.

Para su conservación, colocar la muestra en un recipiente limpio, seco y con tapa.

Mantener a temperatura ambiente las muestras en el Laboratorio en recipientes herméticos o bolsas de plástico bien cerradas antes de trabajarlas.

1. Después de formar el pellet, pesar. (Pm)
2. Colocar la cabeza de la bomba en el soporte.
3. Depositar el pellet de ácido benzoico o de la muestra en la cápsula de combustión.
4. Colocar en el poste que se encuentra en la cabeza de la bomba.
5. Medir 10 cm de alambre de ignición, cortar y pesar (Pi alambre).
6. Colocar las puntas del alambre en las aberturas de los postes y sujetarlas.
7. Una vez que está sujeto el alambre doblarlo a la mitad y colocar esta punta en la superficie del pellet para que haga contacto.
8. Medir un ml de agua destilada y depositarla en el fondo de la bomba (la función del agua destilada es de agente secuestrante y absorbente).
9. Colocar la cabeza de la bomba dentro de esta y cerrar correctamente.
10. Llevar la bomba a la parte de los gases para introducir O<sub>2</sub> puro de 25 -30 atm. Una vez que se ajusta el adaptador a la válvula de entrada de

oxígeno, abrir la llave del gas lentamente y dejar que este desplace al aire que se encuentra dentro de la bomba unos instantes y posteriormente cerrar la válvula para iniciar el llenado.

11. El agua de enfriamiento de la bomba puede ser de garrafón o destilada, la temperatura debe estar entre 19-19.5°C.

12. Si está a menos de 19°C se agrega agua caliente la necesaria para poder llegar a la temperatura deseada.

13. Si está por arriba de los 19.5°C se agrega agua fría la necesaria para poder llegar a la temperatura deseada.

14. Medir exactamente 1400 ml de agua destilada y agregarlos a la cubeta de acero (para no alterar el volumen exacto del agua al momento de introducir la bomba, primero medir 1000 ml de agua y agregarlos a la cubeta, introducir la bomba y con mucho cuidado agregar el volumen restante).

15. Conecte cables a las terminales que se encuentran en la cabeza de la bomba.

16. Colocar los cables de la funda a unidad de ignición (COM/MON y 10/CM).

17. Conecte cable principal al toma corriente de 110 volts.
18. Activar las aspas para mantener un flujo continuo de agua fría durante el proceso de combustión.
19. Dejar que estabilice la temperatura (3 min. Aprox.) y realizar la lectura (temperatura inicial  $T_i$ ).
20. Iniciar el cronómetro y a los 5 minutos realizar la lectura ( $T_5$  min.).
21. A los 10 min. realizar la siguiente lectura y activar el chispazo en la unidad de ignición ( $T_{10}$  min.).
22. Al os 10,5 min. realizar la siguiente lectura y seguir con éstas lecturas cada 30 segundos hasta llegar al minuto 26, donde se realiza la última lectura.
23. Una vez que se ha realizado la última lectura al minuto 26 ( $T_f$ ), se detienen las aspas, se abre la cubierta de la funda.
24. Se desconectan los cables de la cabeza de la bomba.
25. Se saca la bomba de la cubeta y se seca el exceso de agua.

26. Se abre la válvula de salida del gas y se libera lentamente hasta quedar vacía.

27. Se afloja la cabeza de la bomba, se abre y se coloca en el soporte.

28. Se examina el interior de la bomba para comprobar que no existan indicios de combustión incompleta. Si así fuera la prueba tendrá que ser descartada.

29. Se quita con mucho cuidado (pinzas) el residuo de alambre y se pesa (Pf alambre).

30. Se enjuaga la superficie interior de la bomba y la cápsula de combustión con la solución de naranja de metilo, este residuo de lavado se deposita en un matraz erlenmeyer para su posterior titulación con NaOH 0,1 N valorado (ml NaOH).

NOTA: Si algún precipitado o residuo está presente removerlo. No filtrar los residuos de lavado.

31. Vaciar la cubeta y secar perfectamente antes de volver a medir 1400 ml exactos de agua para la siguiente muestra.

32. Lavar la bomba y sus accesorios con agua corriente y usando lija de agua en las capsulas de combustión.

NOTA: La lectura de temperatura inicial se debe tomar una vez que esta se encuentre estable.

\*Se agrega la cantidad de agua helada suficiente para mantener la temperatura

Constan Control de Calidad

Réplicas de muestras

Uso de ácido benzoico con 99% pureza

1) Pesar un pellet de ácido benzoico e introducirlo al proceso para obtener resultados, si el porcentaje de recuperación se cumple continuar con las muestras.

2) Pesar una muestra por duplicado para cada serie de 10 muestras.

3) Los resultados obtenidos son evaluados con el cálculo de desviación estándar, cuyo valor obtenido se compara con el criterio de aceptación del método para el parámetro de repetibilidad.

4) Realizar el análisis estadístico (Repetibilidad, % recuperación) para la aceptación de resultados. Si los datos estadísticos no cumplen los criterios de validez de resultados, repetir el ensayo.

## X. CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Calorías/gramo =  $((\text{Temperatura} \times 1876) - (1400 \times \text{Peso neto de alambre}) - (1,38 \times \text{ml de sol'n de NaOH gastados})) / \text{Peso de la muestra}$ .

Factores

1876 Energía equivalente del calorímetro determinada por estandarización

1400 Calor de combustión en peso del alambre de nicromo.

1,38 Corrección en calorías para calor de formación de NaOH

### **Método fibra cruda**

La fibra cruda forma parte de los nutrientes presentes en los alimentos de origen vegetal. Está constituida principalmente por celulosa,

hemicelulosa, lignina y pentasanas, que junto con pequeñas cantidades de sustancias nitrogenadas componen las paredes celulares de células vegetales. La composición de dichas fibras varía según el alimento y tipo de vegetales, les confiere propiedades físicas específicas que determinan la digestibilidad de un alimento y disminuye la cantidad de energía calorífica. Este método se basa en la digestión ácida con ácido sulfúrico, seguida por una digestión alcalina con hidróxido de sodio (después de haber desengrasado la muestra), que elimina proteínas, azúcares, almidón, lípidos y porciones de lignina quedando un residuo formado principalmente de celulosa y lignina (hidratos de carbono no digerible) que en su conjunto se le denomina fibra cruda.

## DOCUMENTOS DE REFERENCIA

NMX-IEC 17025 –IMNC Acreditamiento de laboratorios de ensayo/calibración.

NMX-F-613-NORMEX-2003. Determinación de fibra cruda en alimentos- Método de prueba.

Crude Fiber Analysis in Feeds by Filter Bag Technique. (ANKOM200)

AOCS Approved Procedure Ba6a-05. Appendix A.

## REACTIVOS

Ácido sulfúrico conc.

Hidróxido de sodio en lentejas ó solución valorada de hidróxido de sodio para realizar dilución.

Agua destilada tipo II.

Biftalato de potasio con una pureza mínima de 99%.

Carbonato de sodio con una pureza mínima de 99%.

Rojo de metilo al 0,1 % en solución acuosa.

Fenolftaleína al 1,0 % en alcohol etílico.

## MATERIALES, EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN

Analizador de fibras ANKOM.

Balanza analítica con sensibilidad 0,1 mg. Bolsa de filtración F57 (para equipo ANKOM).

Bureta de 10 mL, con división de 0,1 mL, Clase A calibrada.

Campana de extracción de humos.

Crisol de porcelana.

Desecador con sílica gel con indicador de humedad.

Estufa de secado capaz de mantener temperatura de  $100 \pm 2^\circ\text{C}$ . Guantes resistentes a altas temperaturas.

Matraz volumétrico de 2000 ml, Clase A calibrado. Mufla con control de temperatura de  $500\text{-}600^\circ\text{C}$ .

Placa de calentamiento con regulador de temperatura o mechero. Perilla de succión.

Pinzas para crisoles.

Vasos de precipitado de 600 mL.

Termómetro de inmersión completa calibrado en  $100^\circ\text{C}$ ,  $120^\circ\text{C}$ ,  $270^\circ\text{C}$

## MATERIALES DE REFERENCIA

MCI, muestra de control de calidad interna preparada en el Laboratorio.

## RIESGOS Y PRECAUCIONES

Usar guantes de asbesto.

Verificar que la balanza analítica y el termómetro utilizado en la estufa de secado están calibrados.

Transportar el desecador con seguridad.

Mantener deshidratada la sílica gel del desecador.

Usar un marcador resistente a solventes y ácidos.

Evitar pesar materiales calientes o excesivamente fríos.

## Condiciones Ambientales

Durante el pesaje de muestras y materiales, mantener las ventanas y puerta cerradas.

Realizar el aseo antes de iniciar las labores en el laboratorio.

Evitar corrientes de aire.

## MUESTRA

Picar, triturar y homogenizar la muestra antes de deshidratar en estufa de secado a 55-60°C.

Secar las muestras en la estufa de secado a una temperatura entre 55 y 60 °C.

Moler y tamizar las muestras deshidratadas en malla de 2 mm

NOTA: La muestra debe estar a temperatura ambiente antes de iniciar el análisis.

Para su conservación, colocar la muestra en un recipiente limpio, seco y con tapa.

Mantener a temperatura ambiente las muestras en el Laboratorio en recipientes herméticos o bolsas de plástico bien cerradas antes de trabajarlas.

#### DESARROLLO DEL MÉTODO

- 1) Llevar los crisoles a secar hasta que su peso sea constante.
- 2) Usar el desecador para el transporte de los materiales.
- 3) Registrar el uso de la balanza analítica en la bitácora de control.
- 4) Encender la balanza y verificar los pesos del marco de pesas en el intervalo de trabajo del laboratorio.

NOTA: Todos los pesos y datos generados en el procedimiento se registran en la bitácora del Método de fibra cruda.

- 5) Registrar los datos de peso 1 y peso 2 de crisoles vacíos.
- 6) Pesar la bolsa de filtración vacía (W1) y tarar.
- 7) Pesar 0,95 -1,00 g de muestra libre de grasa directamente en la bolsa de filtración y anotar el peso (W2).

NOTA: Omitir la extracción de grasa de la muestra si esta contiene menos de 5%.

Evitar que la boca de la bolsa se llene de muestra para poder pegarla al final del pesaje. Usar suficiente calor para pegar completamente la bolsa de filtración (num. 4 en el control) y permitir que enfríe antes de removerla del sellador.

8) Pesar una bolsa como blanco e incluir en la corrida para determinar el factor de corrección de la bolsa blanco (Pibbco).

9) Ya preparadas las muestras introducir al analizador de fibras ANKOM

10) Poner un máximo de 24 bolsas dentro del suspensor de bolsas. Las bandejas serán usadas de acuerdo al número de bolsas procesadas. Poner tres bolsas por bandeja.

11) Introducir el suspensor dentro del recipiente del analizador de fibras y poner el contra peso en la parte final del suspensor para mantener las bandejas sumergidas.

12) Cuando se procesen 24 muestras, adicionar de 1900-2000 mL de solución de ácido sulfúrico 0,255N a temperatura ambiente al recipiente del

analizador. Si se procesan menos de 20 bolsas, adicionar 100mL/bolsa de la solución ácida (asegurar que las muestras en el suspensor son cubiertas).

13) Iniciar la agitación (oprime AGITATE) y calentamiento (oprime HEAT) y confirmar que el suspensor está agitando apropiadamente (sin rozar las paredes o la tapa del analizador). Cerrar completamente la tapa del recipiente. Realizar la extracción por un tiempo de 40 minutos.

14) Al final de la extracción desactivar la agitación y calentamiento. Abrir la válvula de drenado que se encuentra en la parte posterior del equipo (al principio lentamente) y eliminar la solución caliente antes de abrir la tapa.

NOTA: La solución en el recipiente está bajo presión. (Tener cuidado puede estar caliente la tapa).

15) Adicionar agua caliente de garrafón hasta cubrir las muestras (50-90°C), realizar un primer enjuague sin agitación, abrir la válvula y eliminar el agua de lavado.

16) Repetir el paso anterior y agite durante 5 minutos.

17) Repetir el enjuague con agitación una vez más.

18) Sacar el suspensor de muestras con cuidado y escurrir el agua, tomar una por una las bolsitas y exprimir el exceso de agua; cortar un pedazo de tira reactiva de pH y comprimir en las bolsitas con la muestra, observar si hay cambio de color (residuo de solución ácida) si es así llenar un vaso de precipitados de 600 mL con agua de garrafón caliente y enjuagar nuevamente las bolsitas una por una hasta que no haya reacción en la tira de pH.

19) Exprimir el exceso de agua y colocar nuevamente en el suspensor para continuar con la digestión alcalina con una solución de NaOH 0,313 N a temperatura ambiente repitiendo los puntos 14 a 16..

20) Adicionar nuevamente agua de garrafón caliente hasta cubrir las muestras, agitar 5 minutos, abrir la válvula de drenado y eliminar.

21) Agregar agua caliente de garrafón hasta cubrir las muestras más 30 mL de solución de ácido sulfúrico 0,255N (50-90°C) y agitar por 5 minutos, abrir la válvula de drenado y eliminar.

22) Se realiza un cuarto y último enjuague con agua de garrafón caliente hasta cubrir las muestras agitar 5 min., abrir la válvula de drenado y eliminar.

23) Sacar las muestras cuando el enjuague se ha completado. Extraer suavemente el exceso de agua de las bolsas, verificar con tira reactiva si el residuo de agua en las bolsas tienen pH neutro.

NOTA: Verificar si el recipiente del analizador está caliente después de una corrida anterior, agregar agua fría y enjuagar antes de introducir el suspensor de bolsas con nuevas muestras.

24) Exprimir el exceso de agua de las bolsitas.

25) Poner las bolsitas en una charola de plástico ordenadas con la clave de la muestra hacia abajo (dentro de la campana de extracción) y adicionar acetona suficiente a cada bolsa (verificar que se encuentran húmedas), reposar por 3-5 minutos.

26) Extenderlas nuevamente en la charola de plástico dentro de la campana de extracción y dejarlas secar al aire. Completar el secado en estufa a  $100^{\circ}\text{C} + 2^{\circ}\text{C}$ .

27) Sacar las bolsas de la estufa y colocarlas en desecador, dejar enfriar (1 h) y pesar para obtener el peso seco ( $P_{fb}$  y  $P_{fbco}$ ).

28) Colocar la bolsa con la muestra en el crisol de porcelana a peso constante, carbonizar la muestra y llevar a cenizas a  $600^{\circ}\text{C} + 15^{\circ}\text{C}/2$  horas.

29) Apagar la mufla, sacar los crisoles (mantener cerrada la puerta del cuarto de hornos para evitar corrientes de aire frío) con pinzas e introducir al desecador, dejar enfriar 1h en el cuarto de hornos y luego trasladar al laboratorio y dejar enfriar hasta que alcance la temperatura ambiente (aproximadamente 1h) y pesar (Pfc).

30) Los datos anotados en la bitácora del método son vaciados a un archivo en Excel en donde se realizan los cálculos que son reportados en la tabla de resultados.

Control de Calidad

Réplicas de los análisis.

Uso de material de control interno (MCI).

31) Pesar una muestra de material de control interno (MCI) por duplicado en cada corrida.

32) Pesar una muestra por duplicado para cada serie de 10 muestras.

33) Los resultados obtenidos en el material de referencia interno y los resultados de análisis de duplicados de muestras son evaluados con el cálculo de desviación estándar, cuyo valor obtenido se compara con el criterio de aceptación del método para el parámetro de repetibilidad.

34) Realizar el análisis estadístico (Repetibilidad, % recuperación) para la aceptación de resultados.

Si los datos estadísticos no cumplen los criterios de validez de resultados, repetir el ensayo.

## **MÉTODO HUMEDAD**

### **INTRODUCCIÓN**

El método Soxhlet utiliza un sistema de extracción cíclica de los componentes solubles en solventes orgánicos que se encuentran en el alimento. La grasa o aceite obtenido consiste en glicéridos de ácidos grasos, ácidos grasos libres, colesterol, lecitina, clorofila, sustancias alcalinas, aceites volátiles, resinas, vitaminas liposolubles.

Este método se basa en la solubilidad de los componentes grasos de una muestra en solventes orgánicos o no polares de forma continua. El disolvente se remueve por destilación o evaporación y la masa o sustancia extraída se determina por diferencia de peso.

### **DOCUMENTOS DE REFERENCIA**

NMX-EC-17025-IMNC Acreditamiento de laboratorios de ensayo/calibración.

NMX-F-615-NORMEX-2004 Determinación de extracto etéreo (método Soxhlet) en alimentos.

#### REACTIVOS

Éter de petróleo

#### MATERIALES, EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN

Balanza analítica con sensibilidad de 0,0001 g. Sobres de papel filtro.

Estufa (100 +10°C).

Extractor Soxhlet (Matraces de bola fondo plano de 500 mL, trampas para Soxhlet, condensadores). Parrilla eléctrica de placa con termóstato.

Pinzas para matraz.

Vasos de precipitados de 600 mL.

#### MATERIALES DE REFERENCIA

MRC disponible en el laboratorio.

#### RIESGOS Y PRECAUCIONES

Usar pinzas para manipular matraces de bola. La balanza debe estar calibrada.

El termómetro para ajustar la estufa debe estar calibrado. Transportar el desecador con seguridad.

Secar periódicamente el silicagel que se encuentra en el desecador. Enfriar el extractor con el solvente antes de abrir las trampas. Manipular materiales y muestras con guantes de látex

#### Condiciones ambientales

Mantener cerrada la puerta del laboratorio durante el pesaje de la muestra y material al peso constante.

Evitar pesar materiales caliente o excesivamente fríos. Evitar corrientes de aire.

Evitar atmósfera de humedad en el momento de pesar los materiales y muestras. Realizar el aseo antes de iniciar el trabajo del laboratorio.

#### DESARROLLO DEL MÉTODO

- 1) Introducir el matraz de bola a la estufa calibrada a  $100 \pm 2^\circ\text{C}$  y dejar hasta que se encuentre a peso constante. (variación entre el peso<sub>1</sub> y peso<sub>2</sub>  $< 0,0009\text{g}$ ).
- 2) Colocar dentro del desecador con pinzas y transportar al laboratorio, enfriar hasta que alcance la temperatura ambiente (aproximadamente 1 h).
- 3) Registrar el uso de la balanza analítica en la bitácora de control.
- 4) Encender la balanza y verificar el intervalo de trabajo del laboratorio.

- 5) Registrar los pesos y datos obtenidos en la bitácora de registro de datos del método
- 6) Pesar el matraz y anotar (valor A).
- 7) Tarar un cuadro de papel encerado (de 5x5 cm. de lado).
- 8) Pesar 2,0 g de muestra y anotar (valor P).
- 9) Colocarla con cuidado en un papel filtro (de 15 cm. de lado) que se encuentra doblado a manera de bolsa, doblar el papel filtro en forma envolvente, evitando pérdida de muestra y colocarlo dentro de la trampa de extracción del Soxhlet.
- 10) NOTA: La manipulación del matraz, muestra y papel filtro es con guantes de látex.
- 11) Registrar el uso del equipo en la bitácora de control correspondiente (BT-BR34 Soxhlet y block digestor, anexo 5).
- 12) Colocar el cartucho o dedal dentro de la trampa del extractor Soxhlet y ensamblar el equipo.
- 13) Se miden 250 mL de solvente y se agregan a la trampa que contiene la muestra, cuidando que no se derrame.

14) Finalmente se une la trampa al condensador y se colocan en la parrilla de calentamiento.

15) Abrir la llave del agua de enfriamiento de los condensadores.

16) Encender las parrillas y calentar hasta que se obtenga una frecuencia de unas dos gotas por segundo (realizar el ajuste en la parrilla al momento de la extracción).

17) Efectuar la extracción durante 4-8 h, si se trata de muestras vegetales o con poca grasa, en muestras con mayor contenido de grasa la extracción se realiza hasta por 16 h.

18) Apagar la parrilla para suspender el calentamiento, dejar enfriar aproximadamente 1 h.

NOTA: Al apagar las parrillas el solvente se condensa y queda en la trampa de destilación con la muestra, por lo tanto es necesario regresarlo al matraz para recuperar la grasa que pueda estar disuelta.

19) Separar la trampa del condensador, verter con mucho cuidado el reactivo al matraz de bola y, evitar que la muestra que aun se encuentra en la trampa resbale fuera de ella.

20) Con las pinzas sujetar la muestra y comprimir para eliminar el exceso de solvente.

- 21) Sacar el papel filtro con muestra y evaporar el excedente de solvente bajo campana.
- 22) Para recuperar el solvente contenido en el matraz y reusar, ajustar el matraz a la trampa sin que se encuentre contenida la muestra y calentar nuevamente hasta que comienza la condensación, almacenar en la trampa cierto volumen.
- 23) Apagar la parrilla y dejar enfriar aproximadamente 1 h.
- 24) Transferir a un vaso de precipitados y posteriormente a la botella del solvente.
- 25) Repetir los pasos 22-24, hasta que el matraz quede libre de solvente.
- 26) Cerrar la llave del agua de enfriamiento de los condensadores.
- 27) Dejar que el matraz evapore los residuos de solvente en la campana de extracción de vapores.
- 28) Llevar el matraz a la estufa de secado ( $100 \pm 2^\circ\text{C}$ ) y secar 4h.
- 29) Sacar con pinzas e introducir al desecador, transportar al laboratorio y enfriar hasta que alcance la temperatura ambiente (aproximadamente 1 h).
- 30) Pesar y anotar (valor C).



## **MÉTODO PROTEINA CRUDA**

### **INTRODUCCIÓN**

El contenido proteico de los alimentos puede estimarse a partir del contenido de Nitrógeno orgánico siguiendo el procedimiento micro Kjeldahl. La determinación de proteínas, se basa en la cuantificación del nitrógeno orgánico, el cual es transformado en nitrógeno amoniacal, por la digestión húmeda de la muestra al calentarla a una temperatura máxima de 410°C, con ácido sulfúrico concentrado y una mezcla de catalizadores, el cual es retenido en forma de sulfato de amonio. El amonio es liberado por adición de hidróxido de sodio 10N (sosa), destilado por el arrastre de vapor y recibido en una solución de ácido bórico. Y este último es valorado con un ácido fuerte. Los resultados se multiplican por el factor de transformación a proteínas corresponde.

### **DOCUMENTOS DE REFERENCIA**

NMX-EC-17025 –IMNC Acreditamiento de laboratorios de ensayo/calibración.

NMX-F-608-NORMEX-2002 Determinación de proteínas en alimentos.

Método de prueba.

## REACTIVOS

Ácido sulfúrico concentrado (libre de nitrógeno).

Alcohol etílico G:R

## REACTIVOS

Ácido sulfúrico concentrado (libre de nitrógeno)

Alcohol etílico G.R.

Ácido bórico G.R.

Agua desionizada o destilada tipo II.

Carbonato de sodio anhidro.

Hidróxido de sodio en lentejas

Rojo de metilo

Verde de bromocresol

Sulfato de potasio

Sulfato de cobre penta hidratado

## MATERIALES, EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN

Balanza analítica con sensibilidad de 0.1mg

Bureta de vidrio de 10 ml con divisiones de 0.05 clase A.

Cucharilla

Digestor de proteínas

Dosificador de 5 ml ó 10 ml calibrado

Gradilla

Matraces erlenmeyer de 50 ml.

Matraces volumétricos de 1000 ml clase A.

Papel encerado

Pipetas volumétricas de 10 ml calibradas

Pizeta.

Potenciómetro y electrodo de pH.

Tubos de digestión.

Unidad de destilación (sistema ensamblado compuesto por embudos, trampas de destilación, refrigerantes recto, soportes universales, pinzas, manguera de látex).

Vasos precipitados de 50, 250 mL.

Termómetro de 400 °C calibrados o termopar calibrado.

## MATERIAL DE REFERENCIA

MRC disponible

## RIESGOS Y PRECAUCIONES

Usar guantes de asbesto.

La balanza debe de estar calibrada.

Usar mascarilla para ácidos en el control de la digestión

Asegurar que el sistema de destilación está bien cerrado.

Puede haber proyecto de muestra.

Tener cuidado de no golpear la punta de la bureta.

Condiciones ambientales

Mantener las puertas cerradas cuando se pesen muestras y reactivos,

Evitar corrientes de aire.

Evitar pesar materiales calientes o excesivamente fríos.

Mantener condiciones de ventilación durante el proceso de destilación.

Realizar el aseo antes de iniciar el trabajo en el laboratorio.

## MUESTRA

La muestra debe de estar a temperatura ambiente antes de iniciar el análisis.

Picar, triturar la muestra y homogenizar.

La muestra debe de tener pretratamiento (secado, molido, tamizado) cuando aplique. En muestras secas, se pesa  $0.05g + 0.0005$

Muestra fresca se pesa 0.5g- 1.5g dependiendo de la muestra que se trate.

La muestra seca se conserva en recipiente cerrado, en lugar seco, ventilado y la muestra húmeda es almacenada en recipientes cerrados bajo refrigeración, congelación cuando aplique.

## DESARROLLO DEL METODO

### Digestión

Registrar el uso de la balanza analítica en la bitácora.

Formar una cucharilla de papel encerada suficientemente larga que llegue al fondo del tubo de digestión.

Todos los pesos y datos obtenidos en el desarrollo se anotan en la bitácora de registro de datos del método.

Pesar la muestra y registrar.

Introducir la cucharilla de papel con la muestra hasta el fondo del tubo de digestión cuidando que no halla perdida de esta, es necesario dar unos golpecitos al papel encerado para sacudir los residuos que se quedan pegados, por el mismo lado en que se adicionó la muestra agregar 1.000g de muestra catalizadora (sulfato de potasio y sulfato de cobre), y 5 mL de ácido sulfúrico concentrado resbalando éste por las paredes del tubo tratando de lavar los residuos de muestra y mezcla catalizadora.

Introducir los tubos al block digestor que se encuentra dentro de la campana de extracción de vapores en el laboratorio.

Calibrar el termostato del block en rampas de 150°C y esperar que llegue a la temperatura deseada (360°C  $\pm$  10°C). Esto se lleva a cabo con un termómetro de 400°C que se introduce al block para verificar la temperatura.

Encender la campana al mismo tiempo que se enciente el block, activando el interruptor que se encuentra del lado derecho de la campana.

Dejar 1:00 h (a partir de que la muestra deja de liberar vapores blancos y se vuelve clara), verificar que se obtenga una solución translúcida, en la cual no debe observarse presencia de puntos negros, de lo contrario volver a colocar los matraces en el block digestor por 30 minutos más.

Dejar enfriar los tubos digestores antes de iniciar la destilación.

Pesar por triplicados el MRC, una muestra por duplicado y blanco de reactivos por triplicado en cada lote de la muestra. Cuando el lote de muestra a trabajar es grande, pesar una muestra por duplicado en una serie de cada

10 para realizar el análisis estadístico. Registrar los pesos en la bitácora de registro de datos del método.

## DESTILACIÓN

Medir 10 mL de ácido bórico al 1% con mezcla de indicadores rojo de metilo y verde de bromocresol, adicionar a un matraz erlenmeyer de 250 mL 0 125mL.

Introducir este a la salida del refrigerante que se encuentra conectado al sistema de destilación.

Con la pizeta, adicionar una cantidad mínima de agua destilada al tubo que contiene la muestra digerida, resbalándola por las paredes del tubo; mezclar con precaución, debido a que ésta es una reacción exotérmica y puede provocar proyección de la muestra.

Verter la muestra al embudo que conecta a la trampa de destilación cuidando de no perder gotas, enjuagar el tubo con una cantidad mínima de agua y verter el residuo nuevamente.

Colocar la pinza de presión para cerrar el paso del embudo a la trampa de destilación.

Medir 20 mL de hidróxido de sodio, vaciar en el embudo y abrir lentamente la pinza para que la solución reaccione con la muestra en la trampa de destilación.

Cerrar todo el sistema y colocar la fuente de calentamiento para iniciar la destilación.

Destilar un volumen de 50 mL y retirar el matraz erlenmeyer del sistema de destilación.

Evitar que durante la destilación, la mezcla hirviente llegue al bulbo que se encuentra en la parte superior de la trampa, si llega, abrir la manguera de salida de desechos para liberar un poco la presión y se de tiempo para llegar al volumen de destilación adecuado.

Lavar el sistema de destilación

Nota: Asegurarse de que el destilado no esté a una temperatura superior de 28°C, con la finalidad de que se recupere todo el amoniaco que se está destilando (verificar que el sistema de enfriamiento se encuentre activo en todo el proceso).

Efectuar la titulación del amoniaco con ácido sulfúrico 0.05N valorado (valor N) usando una bureta de 10 mL (con divisiones de 0.05 mL), hasta el cambio del indicador de verde- azul a ligeramente rosado (valor  $V_a$  para el blanco y  $V_b$  para la muestra).

Se registran los datos en la bitácora.