



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ

RESIDENCIA PROFESIONAL

ANÁLISIS BROMATOLÓGICO DEL BAGAZO DE LA NARANJA

INGENIERÍA QUÍMICA

PRESENTA:

VIOLETA MAYBETH URBINA TRUJILLO

ASESOR

M.I.A ROCÍO FARRERA ALCÁZAR

Revisores

M.C JUAN JOSÉ SOLÍS ZAVALA

ING. AMÍN RODRÍGUEZ MENESES

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN -----	3
JUSTIFICACIÓN -----	4
OBJETIVOS -----	5
OBJETIVOS ESPECÍFICOS -----	5
CARACTERÍSTICAS DEL ÁREA EN QUE SE PARTICIPÓ-----	6-9
PROBLEMAS A RESOLVER, PRIORIZÁNDOLOS -----	9-10
ALCANCES Y LIMITACIONES -----	11-12
MARCO TEÓRICO-----	12-14
ANTECEDENTES -----	15-18
DERIVADOS -----	18-20
PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN -----	21-22
CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES -----	23-25
USO DE BITÁCORA -----	25-29
RESULTADOS -----	29-31
SUGERENCIAS -----	31-32
CONCLUSIÓN -----	33
FUENTES DE INFORMACIÓN NOM -----	34
ANEXOS-----	35-75
FUENTES DE INFORMACIÓN -----	76

INTRODUCCIÓN

Hoy en día, vemos que muchas empresas procesan la naranja con el fin de obtener el jugo y comercializarlo, y desperdician la cáscara, el bagazo, lo cuál ante la falta de ideas se les ha convertido en un grave problema de contaminación, de la misma manera vemos como en el Estado de Chiapas, los productores de naranja comentan que ya no les resulta cosecharla, debido a que las empresas les compran la materia prima a bajo costo, lo cual en muchas ocasiones les resulta más caro producirlas que lo que ganan, por ellos muchos han optado en dejarlas al abandono total, es por ello nuestra preocupación por los productores de naranja ya que se está viendo afectada su economía, por eso Grupo Urbina Trujillo, SA de CV es una empresa que se ha interesado en procesar bagazo de la naranja. Con la cáscara de naranja, se pretende la elaboración de harina, para con ella sustituir las que se emplean como insumos en la manufactura de alimentos balanceados para bovinos, así mismo llevar este proyecto de ser posible, hasta la construcción de una planta piloto para la producción de alimentos balanceados con la misma harina, con el objetivo de utilizarse en el sector ganadero como alimento de engorda.

La naranja mexicana es uno de los productos de mayor rentabilidad en los agronegocios, dado su importante consumo en el país y en el extranjero, así como su gran utilización industrial para la obtención de jugos, extractos y hasta productos naturistas para la salud.

1.- JUSTIFICACIÓN.

El propósito de este proyecto es saber si la cáscara de naranja nos puede ser útil para la formulación de un alimento balanceado para ganado. Con esto se pretende solucionar el principal problema que presenta todo el sector ganadero, son las temporadas de escases de pastos ya que es muy difícil seguir practicando la ganadería por faltas de estos, La ocurrencia de sequías son eventos periódicos que generalmente llevan a un marcado déficit forrajero, durante la época de estiaje, el objetivo de la suplementación es lograr la supervivencia de los animales al menor costo posible. Por eso la propuesta del alimento alternativo a base de cáscara de naranja, que será usado solo en épocas de escases de pastos.

Los análisis se harán por medio de la bromatología el cual se encarga del estudio de los alimentos, su composición química, su acción en el organismo, su valor alimenticio y calórico así como sus propiedades físicas, químicas, toxicológicas y también adulterantes, contaminantes. El análisis de los alimentos es un punto clave en todas las ciencias que estudian los alimentos, puesto que actúa en varios segmentos del control de calidad como el procesamiento y almacenamiento de los alimentos procesados.

Con ello se lograría un repunte en la economía de los productores de naranja del Estado de Chiapas, ya que últimamente se ha visto muy golpeada.

2.- OBJETIVO GENERAL.

Valorar la calidad nutricional del bagazo de la cáscara de naranja para su uso dentro de la industria, con el fin de darle valor agregado a dicha materia prima y mejorar la calidad de vida de sus productores.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar análisis bromatológico del bagazo de la cáscara de naranja para conocer sus propiedades.
- Evaluar resultados de los análisis bromatológicos del bagazo de la cáscara de naranja y en base a ello verificar las diferentes alternativas para su aprovechamiento integral.
- Establecer la mejor alternativa de utilización tomando en cuenta los factores sociales, económicos y ambientales, con el fin de presentar la mejor opción y lograr un beneficio común.

3.- CARACTERIZACIÓN DEL AREA EN QUE SE PARTICIPÓ

El presente proyecto se realizó en las instalaciones de Grupo Urbina Trujillo (GUTSA), S.A. 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.
- **3.1.-Misión**

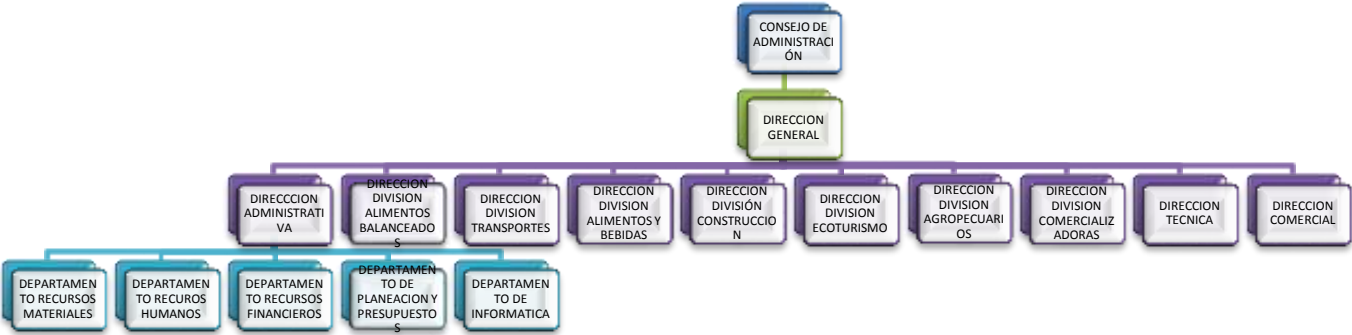
Crecer como competidor nacional en el mercado de industrial y agroindustrial inspirando orgullo, pasión y compromiso, generando valor para nuestros grupos de interés.

3.2.-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.

3.3.- ORGANIGRAMA

GRUPO URBINA TRUJILLO, S.A. DE C.V.



3.4.- ORGANIGRAMA GRUPO URBINA TRUJILLO, S.A. DE C.V. DIVISION ALIMENTOS BALANCEADOS



4.- 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. Las actividades se realizaron en el laboratorio de bromatología en donde las 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.

4.1.-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

4.2.- 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
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	X	X														
MUESTREO DE CAMPO			X	X												
ANÁLISIS DE PROPIEDADES					X	X	X	X	X	X	X	X				
ALTERNATIVAS DE UTILIZACIÓN DEL BAGAZO DE LA NARANJA													X	X		
ELABORACIÓN DE LA MEJOR ALTERNATIVA DE USO DEL BAGAZO DE LA NARANJA.															X	
CONCLUSION																X

- En la parte bibliográfica fue muy difícil encontrar información que ayudará al desarrollo del proyecto, ya que no existe un antecedente del proceso en sí, por lo que se decidió realizar los análisis correspondientes al bagazo de la naranja.
- El problema que vemos reflejado en nuestros días, es una economía inestable, es por eso que a cada momento, los seres humanos nos vemos en la necesidad de aprovechar cualquier tipo de recurso y explotarlo al máximo.
- La cáscara de naranja (alimento alternativo) consiste básicamente en que los desechos orgánicos (cáscara de naranja procesada) de la agroindustrial puedan

ser aprovechados de manera eficiente, así puede ser un alimento barato y alternativo. Otra ventaja competitiva que tiene el bagazo de naranja es que es muy fácil de adquirirla, ya que las grandes agroindustrias les generan un nocivo impacto ambiental por las grandes cantidades que ellas mismas procesan, aparte representan gastos adicionales para las empresas productoras de jugo de naranja. Estas alternativas se han visto favorecidos por la globalización, que incluye economía de mercado y manejo agro-ecológico de la producción. Por tal motivo es importante dar a conocer al sector ganadero estas opciones de alimentación.

- 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.

4.3.-ALCANCES

Principalmente desarrollar el análisis de las propiedades nutricionales de la cáscara de naranja 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.

4.4.- LIMITACIONES

Las limitaciones fueron que en la empresa GUTSA no cuenta con equipos para realizar los análisis de bromatología, por lo que se buscó 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.

5.- MARCO TEÓRICO

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

La naranja y los cítricos en general se originaron hace unos 20 millones de años en el sudeste asiático. Desde entonces hasta ahora han sufrido numerosas modificaciones debidas a la selección natural y a hibridaciones tanto naturales como producidas por el hombre. En China existen gran cantidad de alusiones a las naranjas y limones en los escritos de la Era Moderna.

La **naranja** es una fruta cítrica comestible obtenida del naranjo dulce (*Citrus x sinensis*), del naranjo amargo (*Citrus x aurantium*) y de naranjos de otras especies o híbridos, antiguos híbridos asiáticos originarios de India, Vietnam o el sureste de China. Es un hesperidio carnoso de cáscara más o menos gruesa y endurecida, y su pulpa está formada típicamente por once gajos u hollejos llenos de jugo, el cual contiene mucha vitamina C, flavonoides y aceites esenciales.

Uno de los frutos más populares en México es la naranja, cítrico rico en vitamina C y aceites esenciales; su pulpa está formada típicamente por once gajos llenos de jugo con sabor que va de lo ácido a lo dulce. En las huertas llega a ser sensible a

las heladas. El fruto, que llegó a América en el segundo viaje de Cristóbal Colón, es un perenne que se ha adaptado de forma sobresaliente al clima mexicano.

Las variedades cultivadas en México son la *valencia*, la *navel-lane-late* y la *navelina*.

Los frutos del naranjo se denominan comúnmente como naranjas. Son esféricos de alrededor 8 centímetros de diámetro y de color naranja. Poseen una cáscara bien gruesa (0,5 centímetros) y en su interior están segmentados en gajos.

Es una especie ávida de luz para llevar a cabo los procesos de floración y fructificación, que tienen lugar preferentemente en la parte exterior de la copa y faldas del árbol. Prospera mejor en suelos fértiles, bien drenados, de tipo limo-arenoso, no debiéndoles faltar el riego.

La naranja, en regiones donde la humedad relativa es alta, tiende a tener cáscara delgada y suave, mayor cantidad de jugo y de mejor calidad. Fuertes vientos provocan caída de frutos, deshidratación, roturas de ramas, caída de flores, lo cual hace necesario seleccionar bien el terreno de siembra, localizándolo en áreas con protección natural o el establecimiento de barreras rompe vientos desde la siembra del cultivo. Las altitudes aptas para el cultivo de naranjas oscilan entre los 400 y 1300 msnm.

Gracias a esta investigación descubrimos que el bagazo de la naranja es muy alto en proteínas para la elaboración de harina como alimento suplemento alimenticio en animales, además de ser un fruto muy rico que se utiliza para hacer jugos y fabricar productos que sirven para lactantes, también se utiliza en la elaboración

de concentrados para bebidas refrescantes. Se caracteriza por su alto contenido de vitamina C y ácido cítrico. Posee, además, vitaminas A, grupo B, C, D y E.

NUTRIENTES¹: composición nutricional de la cáscara de naranja por cada 100 gramos de producto.

Nutriente	Por cada 100g.
Agua	72.5g
Proteínas	1.5g
Lípidos	0.2g.
Ceniza	0.8g.
Hidratos de Carbono	25g.

Hidratos de Carbono:

Nutriente	Por cada 100g.
Fibra	10.6g.
Azúcares	0g.

¹ <http://www.dietaynutricion.net/informacion-nutricional-de/cascara-de-naranja>

Minerales de la Cáscara de naranja:

Nutriente	Por cada 100g.
Calcio	161mg.
Hierro	0.8mg.
Magnesio	22mg
Fósforo	21mg.
Potasio	212mg.
Sodio	5mg.
Zinc	0.25mg
Cobre	0,092mg.
Manganeso	0mg.
Selenio	0.001mg.

5.1.- ANTECEDENTES

Los objetivos y la importancia de este trabajo es identificar y conocer las características bromatológicas del bagazo de la naranja y variedad de la región norte del estado de Chiapas.

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

5.2.-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.

5.3.- ESTRUCTURA

Citrus sinapsis, el **naranja** o **naranja dulce**, es un árbol frutal del género *Citrus*, que forma parte de la familia de las rutáceas. Se trata de un árbol de porte mediano -aunque en óptimas condiciones de cultivo llega hasta los 13 m de altura-, perenne, de copa grande, redonda o piramidal, con hojas ovales de entre 7 a 10 cm de margen entero y frecuentemente estipuladas y ramas en ocasiones con grandes espinas (más de 10 cm). Sus flores blancas, llamadas azahar, nacen aisladas o en racimos y son sumamente fragantes. Su fruto es la naranja dulce.

Es un árbol de tamaño mediano, de tres a cinco metros de altura, con copa redondeada y ramas regulares. Un solo tronco, derecho y cilíndrico, verdoso primero y gris después. Las ramas aparecen a un metro, poco más o menos, del suelo. Las hojas son perennes, medianas y alargadas, con base redondeada y terminadas en punta. Las flores aparecen en las axilas de las hojas, solitarias o en racimos.

El árbol de naranja se puede reproducirse por germinación de una semilla, por trasplante de una estaca o por acodo, es decir, partiendo de una raíz. En cualquier

caso ha de transcurrir un cierto tiempo en el vivero o plantel antes de pasar al huerto o naranjal.

5.4.-CARACTERÍSTICAS DE LA PLANTA

Las naranjas son de los frutos de menor tamaño. Su peso está entre los 150 gramos hasta los 200 gramos sin piel.

-Color de la naranja: la cáscara de la naranja es muy coloreada, puede ser lisa o rugosa, pero dependiendo de la variedad, debajo de ella, tiene una segunda piel blanca que envuelve el fruto protegiendo la pulpa, la cual es muy esponjosa y de un color anaranjado.

Sabor: la pulpa contiene entre 8 y 12 gajos alargados y curvos, estos proporcionan un abundante jugo de sabor dulce con matices ácidos, más o menos fuertes dependiendo de la variedad.

Hojas: son ovals elípticas oblongas con la base en forma de cuña y obtusa, el ápice agudo y acuminado por lo general ligeramente recortado, ampliamente dentados en una hilera marginal de puntos de pelos, son coriáceas lisas en ambas superficies, de color verde oscuro con puntos amarillos claros en el haz y verde claro a verde amarillento con puntos verdes oscuros en el envés.

Fruto: son grandes ovals globosos deprimidos en su forma con la base redonda y el ápice redondeado o impreso de 4 a 9 cts. De diámetro, amarillento, anaranjado o verde amarillento cuando maduran, ligeramente fragantes, más bien tersos, lisos y densamente cubiertos de pequeñas hinchazones y huecos, la cáscara es gruesa en su sección transversal de color amarillo a anaranjado intenso, a lo largo del margen exterior y blanco amarillento, más dentro la pulpa es de color amarillo, aromática, con sabor subácido o

dulce refrescante. Las semillas son ovoides aplanadas en la base, obtusas o redondas en el ápice de color blanco grisáceo.

5.5.-VARIEDADES DE LA NARANJA

Mandarinas: Naranjas muy fáciles de pelar y cómodas de comer debido a su facilidad para separarla en gajos. Ideales para los niños (Entra la producción durante noviembre).

Naranjas Navelinas: sirven tanto para la mesa como para preparar zumos. Es una variedad muy valorada ya que su producción, es en diciembre es la primera en ser cosechada.

5.6.-DERIVADOS DE LA NARANJA

Aceites esenciales

El aceite esencial de naranja se extrae de la cáscara de las naranjas y, al igual que todos los aceites esenciales, se utiliza para aromatizar ambientes. En aromaterapia se usa el aceite esencial de naranja para crear una sensación de optimismo y felicidad. Es buena para aliviar los nervios y calmar las emociones.

El aroma de naranjas es dulce, fresco y un tanto fuerte y estimula el sistema linfático por lo que es aconsejable para combatir resfriados y la gripe. Además ayuda a la eliminación de toxinas y mejora la formación de colágeno en la piel.

Las propiedades terapéuticas del aceite esencial de naranja son antisépticas, antidepresivas y antiespasmódicas. También es un buen antiinflamatorio, carminativo, diurético, sedante nervioso y tónico.

• **Carotenoides**

Además, las naranjas también aportan carotenoides con actividad pro vitamínica A (alfa-caroteno, beta-caroteno y criptoxantina). Numerosos estudios epidemiológicos sugieren la importancia de estos carotenoides en la prevención de distintos tipos de cáncer. Además, se ha sugerido el posible efecto protector de los mismos en las enfermedades cardiovasculares. También contiene otros carotenoides sin actividad provitamínica A, como la luteína y la zeaxantina, que están presentes en la retina y el cristalino del ojo, y se asocian inversamente con el riesgo de padecer cataratas y degeneración macular.

• **Flavonoides**

Las naranjas son ricas en flavonoides. Los más conocidos son: hesperidina, neoshesperidina, naringina, narirutina, tangeretina y nobiletina, a los cuales se les han atribuido múltiples funciones. En concreto, la hesperidina (flavanona) posee efectos antiinflamatorios, analgésicos, hipolipidémicos, antihipertensivos y diuréticos en animales de experimentación. En cuanto a la tangeretina y nobiletina, algunos estudios han sugerido que podrían tener un papel en la prevención del cáncer.

El contenido de fitonutrientes y de pectinas es especialmente relevante en la capa blanca que hay debajo de la corteza.

- **Pulpa de Cítricos**

La pulpa de naranja es el subproducto de la industria de zumos cítricos. Está construido por la piel, las semillas, la pulpa y frutos de desechos. Puede utilizarse en forma fresca.

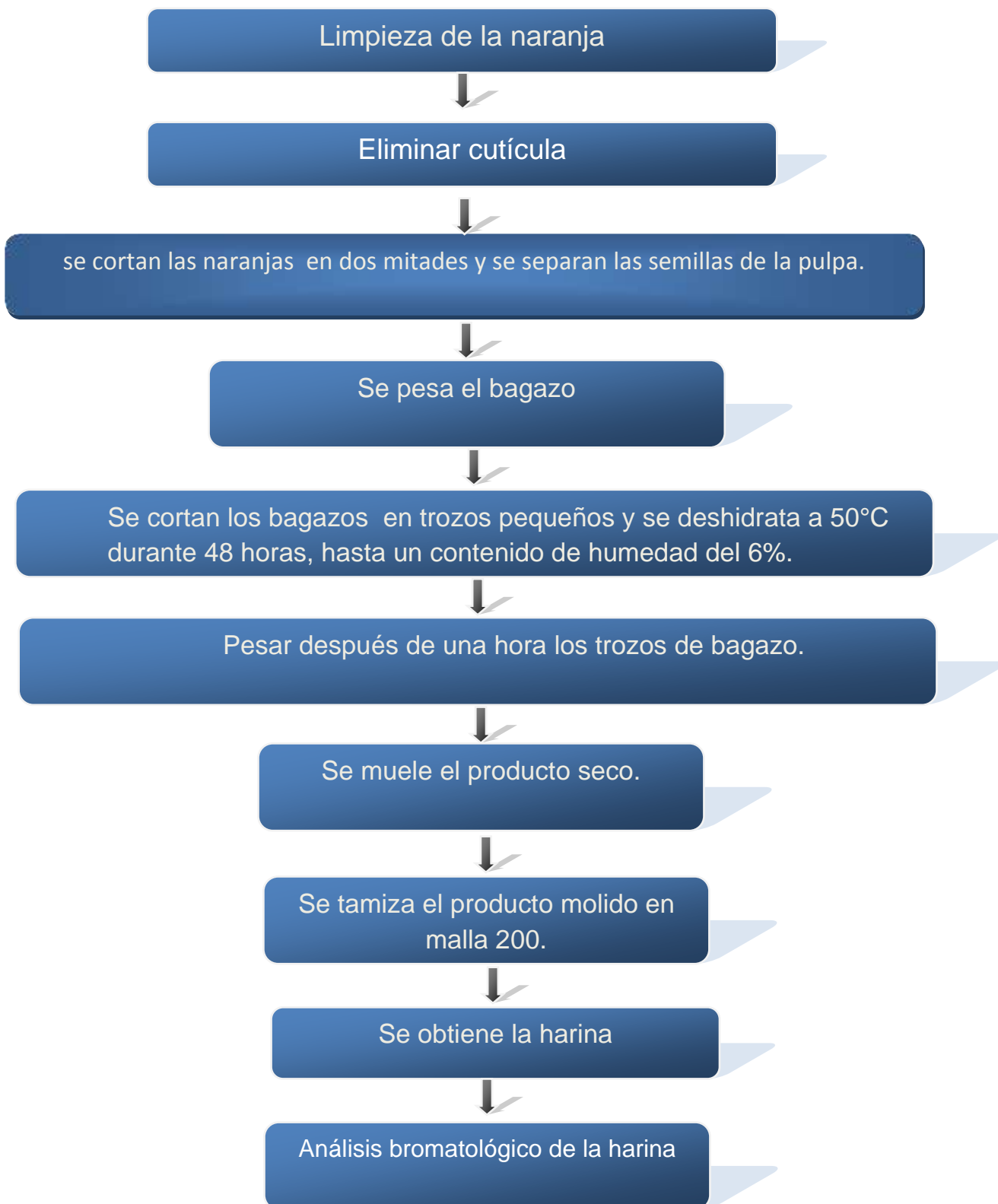
- **Zumo de naranja**

En lo que se refiere al zumo de naranja, es preciso recordar que éste apenas contiene fibra y tiene menores cantidades vitaminas y minerales que la naranja entera. En cualquier caso, lo ideal es tomarlo recién exprimido, para evitar pérdidas de vitamina C.

- **Bagazo de la Naranja**

El bagazo de la naranja sirve como una alternativa de alimento para animales. El alimento alternativo a base de cascara de naranja esta debe de esta libre de olores rancios, quemados, debe de estar libre de salmonella.

6.- PROCEDIMIENTOS Y DESCRIPCIONES



6.1.-Obtención de la muestra

1. Obtención del bagazo y eliminación de los residuos de naranja.
2. Partir en trozos el bagazo para tener un mejor secado.
3. Pesar los trozos balanza analítica calibrada.
4. Secar en una estufa los trozos a la temperatura de 50°C por 48 horas o más dependiendo si se logró eliminar el contenido de humedad requerido.
5. Dejar pasar una hora después para poder pesar la muestra, para luego llevarla al molino.
6. Molienda de la muestra y tamizado por malla 200.
7. Obtención de la harina con cierto granulado.
8. Envasar la muestra a temperatura ambiente para evitar la humedad.

6.2.-Métodos utilizados

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

1. Método de ceniza (ver en anexo).
2. Método de humedad (ver en anexo).
3. Método de proteínas (ver en anexo).
4. Método de fibra cruda (ver en anexo).
5. Método de grasas (ver en anexo).
6. Método energía calorífica (ver en anexo).

Cronograma de actividades análisis del bagazo de la naranja.

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.										
Pretratamiento de la muestra										
Revisión metodologías										
Humedad y cenizas										
Limpieza de materiales										
Peso constante de crisoles y matraces (al final del día).	pc1/4h	pc2, pm1	pm2							
Uso de balanza analítica, termopar, desecador. Criterio de peso constante.										
Pesaje de muestra. Deshidratación y pesaje, carbonización de muestra										
Revisión datos										
Uso de mufla, termopar e incineración 6h.										
Enfriamiento y pesaje										

Revisión datos																			
Revisión metodología extracto etéreo.																			
Pesaje de muestra																			
Montaje de muestra de grasa																			
Recuperación éter																			
Secado y pesaje																			
Revisión datos																			
Revisión metodología Proteína cruda																			
Pesaje y preparación de muestra																			
Digestión de la muestra																			
Destilación y titulación																			
Revisión datos																			
Revisión metodología Fibra cruda																			
Pesaje de muestra																			
Peso cte crisol gooch																			
Digestión de la muestra y lavado																			
Secado y pesaje																			
carbonización																			
incineración y pesaje																			

Revisión datos											
Revisión metodología energía calorífica											
Pesaje de ácido benzoico y corrida											
Revisión datos											
Pesaje muestra y corrida											
Revisión datos											
Reporte final											

7.-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 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.

7.1.-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.

7.2.-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 del bagazo de naranja hizo desde el secado crujiente de la naranja por 48 horas, para luego llevarla a trituración o molienda, tamizándola con malla # 200 para tener el granulado deseado.

7.3.-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.

7.4.-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 X)

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

7.5.-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.

7.6.-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.

7.7.-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.

7.8.-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.

7.9.-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.

8.- RESULTADOS OBTENIDOS Y DISCUSIÓN:

ANÁLISIS BROMATOLÓGICO DEL BAGAZO DE NARANJA

PROTEINA CRUDA %	FIBRA CRUDA %	EXTRACTO ETÉREO %	HUMEDAD EN LA DESHIDRATACIÓN %	CENIZAS %
7.9	11.2	2	74	2

ENERGÍA CALORÍFICA KCAL
3182

DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

Se toma como referencia que el bagazo de la cáscara de naranja húmeda le corresponde el 100%, mientras que la proteína, principal factor para que el animal empiece a ganar peso se encuentra con 7.9%, la fibra cruda al 11.2% la cual es importante porque garantiza la absorción de las proteínas y de los nutrientes que contienen el bagazo de naranja, es por eso que vemos la gran aceptación que tiene el ganado sobre este alimento que está hecho a base de puros desecho agroindustrial (bagazo de naranja).

PROTEINA CRUDA %	FIBRA CRUDA %	EXTRACTO ETÉREO %	HUMEDAD EN LA DESHIDRATACIÓN %	CENIZAS %
7.9	11.2	2	74	2

Tabla comparativa de la harina de pescado:

Muestra	% Humedad en la deshidratación	Energía calorífica	% Cenizas	% Proteína Cruda
Mazorca de cacao	75,7617	33613.61	3,0487	6,6252

10.-Conclusiones

La composición de la harina producida a partir del bagazo de naranja, reúne las características adecuadas de las harinas comerciales, lo que permite utilizarla con insumo para la formulación de un alimento balanceado sustituyendo alguna harina en la alimentación y nutrición de los bovinos, el consumo de esta tiene como objetivo reparar las pérdidas constantes que el cuerpo sufre durante el desarrollo de las actividades vitales diarias en los bovinos.

Con ello se pretende hacer 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.

La capacitación recibida en los laboratorios de ECOSUR permitió que pudiera hacerse los estudios y poner en práctica las metodologías para realizar los análisis bromatológicos del bagazo de la naranja.

11.-Fuentes de información

1. NOM-116-SSA1-1994, Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico. Método por arena o gasa.
2. NMX-F-607-NOMRMEX-2002. Alimentos- Determinación de cenizas en alimentos.
3. MÉTODO INTERNO ET-BR04. Método de proteína cruda.
4. NMX-F-615-NORMEX-2004 Determinación de extracto etéreo (Método Soxhlet) en alimentos.
5. NMX-F-613-NORMEX-2003. Alimentos. Determinación de fibra cruda en alimentos.
6. Irma Tejada de Hernández. Manual de Análisis de alimentos.1986 (Carbohidratos).ECOSUR
7. Simón de León. Análisis de alimentos vol.1. 1985 (valor energético).
8. Analytical Methods for Oxygen Bombs, (1987). No. 207M. Parr. ASTM Method E144-64.
9. AOAC. 1995. Official Methods of Analysis. 16a Ed. Association of Official Analytical Chemists, Washington, DC. EEUU.
10. 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.

12.-ANEXOS

12.-1MÉTODO DE CENIZAS

INTRODUCCIÓN

Las cenizas de un alimento son un término analítico equivalente al residuo inorgánico que queda después de calcinar la materia orgánica. Las cenizas normalmente, no son las mismas sustancias inorgánicas presentes en el alimento original, debido a las pérdidas por volatilización o a las interacciones químicas entre los constituyentes.

El valor principal de la determinación de cenizas (y también de las cenizas solubles en agua, la alcalinidad de las cenizas y las cenizas insolubles en ácido) es que supone un método sencillo para determinar la calidad de ciertos alimentos.

12.2.-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-BR01Manual del laboratorio de bromatología

12.-3.-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.

12.4.-MATERIALES DE REFERENCIA

- ❖ MRC Leche entera en polvo CENAM

12.5.-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.

12.6.-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.

12.7.-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) 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 (en 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).

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.

13.-MÉTODO DE ENERGÍA CALORÍFICA

13.1.-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.

13.2.- REFERENCIA

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

OPERATING INSTRUCTIONS. For the 1341 Oxygen Bomb Calorimeter. PARR

- ❖ 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.

13.3.-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

13.4-MATERIALES DE REFERENCIA

- ❖ Acido Benzoico de pureza 99.9%

13.5.-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.

13.6 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.

13.7.-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.

13.8.-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 O₂ 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 constante. 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.

14.-Método fibra cruda

Fibra cruda es el residuo orgánico insoluble que queda después de que la muestra se ha tratado. La fibra cruda es el residuo orgánico lavado y seco que queda después de hervir sucesivamente la muestra desengrasada con ácido sulfúrico e hidróxido de sodio diluidos.

La fibra cruda forma parte de los nutrimentos 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.

14.1.-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.

142-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.

14.3.-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 500-600°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°C, 120°C, 270°C

14.4. MATERIALES DE REFERENCIA

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

14.5.-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.

- ❖ 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°C, 120°C, 270°C

14.6 MATERIALES DE REFERENCIA

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

14.7.-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.

14.8.-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

14.9.-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).
- 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 tiene 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 (P_{fc}).

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.

14.10.-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 repetitividad.

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

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

15.-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.

15.1.-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.

15.2.-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.

15.3.- MATERIALES DE REFERENCIA

MRC disponible en el laboratorio.

15.4.-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.

15.4.1.-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.

15.5.-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 peso1 y peso2 $<0,0009\text{g}$).

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).

16.-MÉTODO PROTEINA CRUDA

16.1.-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.

16.2.-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.

16.3.-REACTIVOS

Ácido sulfúrico concentrado (libre de notrogeno).

Alcohol etílico G:R

16.4.-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

16.5.-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.

16.6.-MATERIAL DE REFERENCIA

- ❖ MRC disponible

16.7.-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.

16.7.1.-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.

16.8.-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.

16.9.-DESARROLLO DEL MÉTODO

❖ 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 haya pérdida 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 ($360^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$). 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.

16.10.-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 o 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.

17.-Fuentes de información

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

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

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.