



UNIVERSIDAD MICHOCANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“Sistema de Cálculo de Análisis Físicoquímicos de Leche
Fluida, Registro y Administración de Información”**

TESIS

PRESENTADA PARA OBTENER EL:

TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO

POR LA OPCIÓN DE EXPERIENCIA PROFESIONAL

Realizada en: Liconsa S.A. de C.V.

Planta: Jiquilpan, Mich.

Asesor de tesis: M.C. Rodolfo Ruíz Hernández

P.I.Q. Wenceslao Vázquez Barrios

Morelia, Mich., Octubre de 2009



ÍNDICE

	Pág.
RESUMEN	3
RELACIÓN DE FIGURAS Y TABLAS	4
I. INTRODUCCIÓN	6
II. GENERALIDADES (FUNDAMENTO TEÓRICO)	10
JUSTIFICACIÓN	28
OBJETIVOS	29
III. DESCRIPCIÓN Y DESARROLLO DEL PROYECTO	30
ETAPA I, CAPTURA Y CÁLCULO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS REALIZADOS DIARIAMENTE EN LOS TRES TURNOS, ASÍ COMO LA EMISIÓN DE REPORTES DE DIARIO.....	35
ETAPA II, GENERACIÓN DE LA BASE DE DATOS A PARTIR DE LAS MEMORIAS DE CÁLCULO DIARIAS, PROCESAMIENTO DE INFORMACIÓN POR PERÍODO E IMPRESIÓN DE GRÁFICAS DE PARA ANÁLISIS DE DATOS (DESVIACIONES DE LA ESPECIFICACIÓN DE ACUERDO A LOS LÍMITES DE CONTROL).....	40
IV. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	48
V. CONCLUSIÓN Y RECOMENDACIONES	49
BIBLIOGRAFÍA	50
APÉNDICE	
A) ESPECIFICACIONES	52
B) ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS LECHE EN POLVO	55
C) ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS LECHE FLUIDA	80
D) ANÁLISIS GRÁFICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE NEUTRALIZANTES, ADULTERANTES Y CONSERVADORES EN LECHE CRUDA	104



RESUMEN

Se analizaron las necesidades de procesamiento de la información del departamento de control de calidad, donde el registro de los componentes de la leche en todas las etapas del proceso es de suma importancia, así como también los cálculos necesarios y el fácil rastreo del origen del producto terminado. Esto es de dónde provino la leche con que se elaboró el producto, contar con reportes diarios a fin de observar de manera rápida y oportuna del desempeño del laboratorio específicamente en la determinaciones fisicoquímicas.

Se elaboró un sistema de cómputo, en el que se registran los resultados de los análisis fisicoquímicos que el Laboratorio de Control de Calidad de Liconsa S.A. de C.V., Michoacán, realiza a leche fluida como materia prima, producto en proceso y producto terminado (leche cruda o reconstituida, pasteurizada y envasada).

Se creó un módulo para captura y cálculo de análisis fisicoquímicos realizados diariamente en los tres turnos, así como la emisión de reportes de diario.

En los reportes de diario se obtiene un historial a detalle del día de operación para producto en tanques silos, leche envasada como Liconsa y leche envasada como Frisia (leche que se expende en tienda Liconsa sin subsidio).

Estos archivos son respaldados electrónicamente por la opción del menú principal de la hoja de memoria de cálculo.

El módulo de administración de información recibe las memorias diarias validadas y adiciona los datos a un archivo que va acumulando la información, creando la base de datos, para posteriormente procesar la información por el período que el usuario determine. Una vez que se ha procesado la información del período en cuestión es posible generar las gráficas de temperatura, proteínas, densidad, grasa y sólidos no grasos, en ellas se puede observar gráficamente el comportamiento de las variables ya que también se representan los límites de control central, superior e inferior.

Cabe mencionar que es posible graficar cualquier período, inclusive semestral y anual siempre y cuando la información de las memorias de cálculo diarias sean cargadas en la base de datos.



RELACIÓN DE FIGURAS Y TABLAS

RELACIÓN DE FIGURAS

Núm. Figura	Descripción
1	Estructura organizacional de Liconsa S.A. de C.V.
2	Organigrama de la dirección de producción
3	Estructura organizacional de la Gerencia Estatal Michoacán
4	Línea de pasteurización
5	Recepción de leche
6	Pre calentamiento de leche para estandarización
7	Clarificadora
8	Homogeneizador
9	Pasteurizador regenerativo
10	Planta Liconsa S.A. de C.V. Jiquilpan Mich.
11	Menú principal (Memoria de cálculo)
12	Registro y Cálculo de los componentes de la leche en silos de rehidratado y estandarizado
13	Registro y Cálculo de los componentes de la leche, pipas, silos, producto terminado y leche frisia
14	Reportes de liberación de silos Liconsa
15	Reporte de liberación de producto terminado Liconsa
16	Reporte diario de liberación de leche FRISIA
17	Módulo de respaldo de información por turno
18	Información acerca del sistema y su autor
19	Módulo de Administración de la información
20	Alta diaria de memoria de cálculo ya validada.
21	Baja de memoria de cálculo
22	Procesa información de un período de trabajo
23	Emite el reporte de calidad por período
24	Emite gráficas
25	Emite gráfica del comportamiento de la temperatura del producto terminado
26	Emite gráfica del comportamiento de la proteína del producto terminado
27	Emite gráfica del comportamiento de la densidad del producto terminado
28	Emite gráfica del comportamiento de la Grasa del producto terminado
29	Emite gráfica del comportamiento de los sólidos no grasos del producto terminado



RELACION DE TABLAS

Núm. Tabla	Descripción
1	Reproducción de gérmenes respecto al tiempo
2	Proteínas de la Leche
3	Composición Vitamínica de la Leche
4	Definición de tablas y campos
5	Parámetros generales
6	Reactivos y constantes
7	Catálogo de analistas
8	Silos de estandarizado o rehidratado
9	Organoléptico
10	Tipo de leche
11	Tipo leche en tanques de rehidratado
12	Silos y producto terminado normas y especificaciones
13	Frisia normas y especificaciones
14	Límites de control temperatura, proteínas, densidad, grasa y sólidos no grasos



I. INTRODUCCIÓN

Liconsa S.A. de C.V. tiene la finalidad de coadyuvar al fomento del desarrollo económico y social del país, participando en la producción, distribución y venta de leche con grasa vegetal, pasteurizada fortificada y leche en polvo fortificada, a precios subsidiados, dirigida principalmente a niños menores de 12 años, cuyos padres no ganen más de 2 veces el salario mínimo (familias de escasos recursos).

Liconsa, S.A. de C.V., esta legalmente constituida como una empresa de Participación Estatal Mayoritaria de la Administración Pública Federal, sectorizada a la Secretaría de Desarrollo Social, acreditada en la Escritura Número 24971 del 15 de agosto de 1995 y Razón Social LICONSA, S.A. DE C.V., RFC LIC-950821M84.

La planta de LICONSA en Michoacán esta ubicada en Avenida Lázaro Cárdenas norte número 642, colonia centro, de la ciudad de Jiquilpan Michoacán, Código Postal 59510.



Figura 1 Estructura organizacional de Liconsa

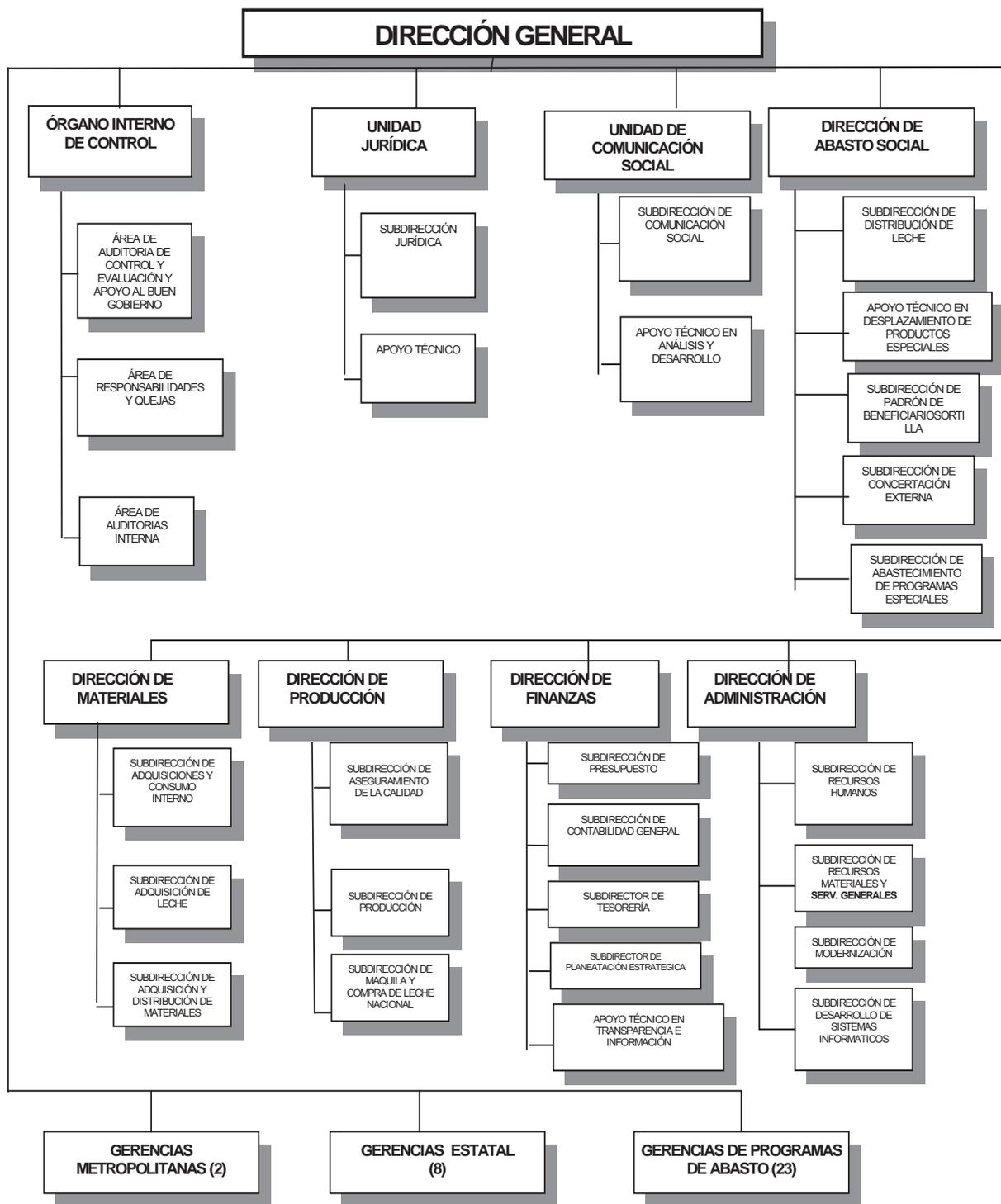




Figura 2.- Organigrama de la Dirección de Producción.
La Dirección de Producción a través de la Subdirección de Aseguramiento de la calidad, se encarga de la Dirección Técnica en la operación de los laboratorios, integrándose en el organigrama de la siguiente forma:

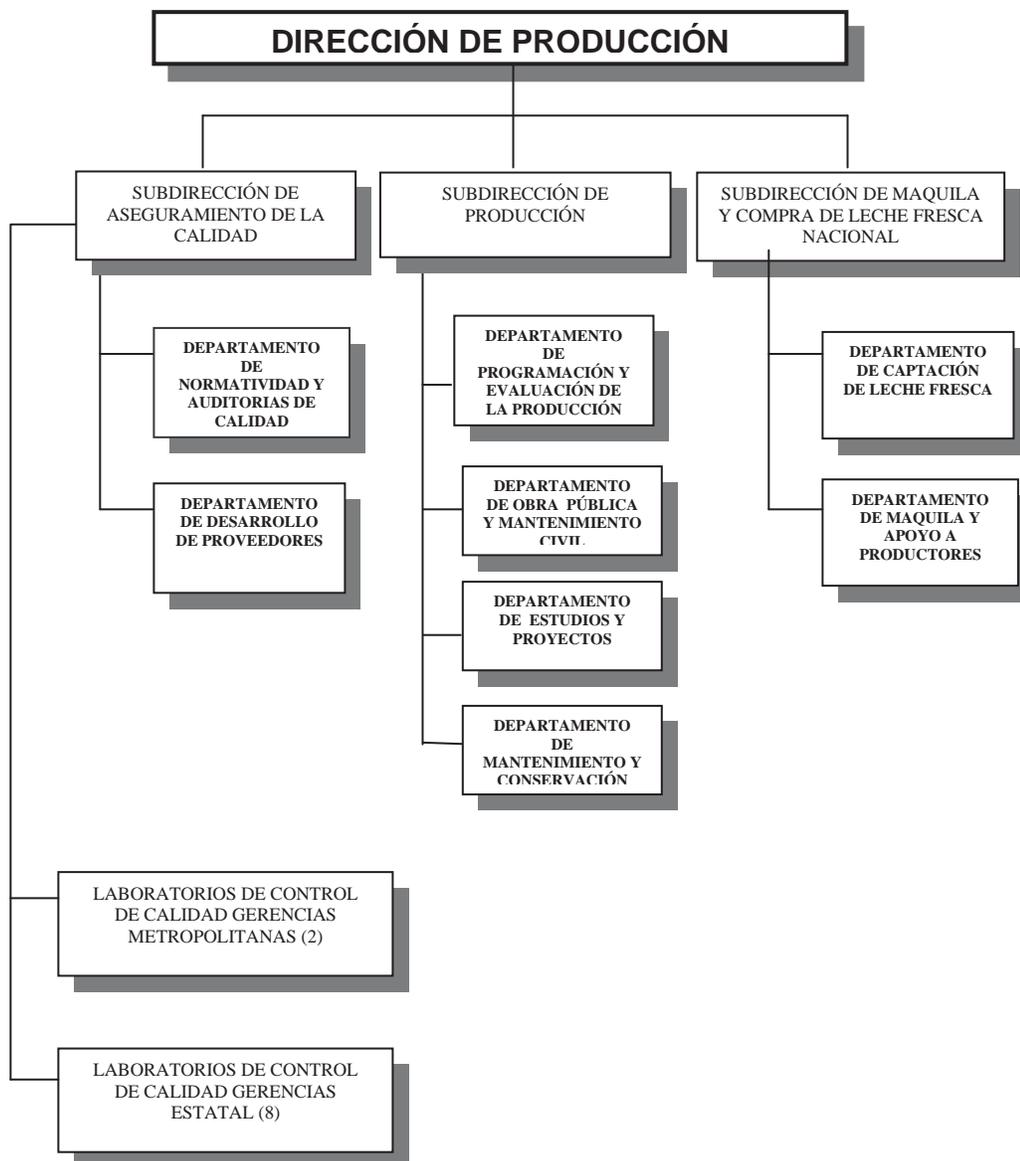




Figura 3 .-Estructura organizacional de la Gerencia Estatal Michoacán



El departamento de Control de Calidad, es el encargado de verificar el cumplimiento de las especificaciones establecidas para cada una de las etapas de producción. Se realizan los análisis necesarios a la materia prima, producto en proceso y producto terminado a fin de garantizar la calidad del producto terminado.



II GENERALIDADES (FUNDAMENTO TEÓRICO)

PROCESO DE PASTEURIZACIÓN

Figura 4.- Línea de pasteurización.



PASTEURIZACIÓN

La pasteurización se define como la operación que tiene por objeto la eliminación total de gérmenes patógenos (causantes de enfermedades) contenidos en una solución o suspensión dada, ahora bien, como el método de pasteurización elegido no es selectivo para destruir solamente gérmenes patógenos, aunado a la destrucción de este tipo de microorganismos, se destruye un por ciento elevado de otro tipo de gérmenes que no ocasionan enfermedades (99 %).

El método más comúnmente usado no solo en la industria láctea sino en la industria alimenticia en general y en otros tipos de industrias que requieren de esta operación, se basa en la aplicación de calor para incrementar la temperatura del medio hasta un cierto límite y así lograr la destrucción de gérmenes deseada.



Actualmente se han desarrollado nuevos métodos basados en la aplicación de luz ultra violeta, rayos infrarrojos, ultrasonido, etc., aunque estos métodos aplicados a nivel laboratorio han dado resultados excelentes, en la mayoría de los casos no se aplican a escala industrial, en virtud del costo de operación que implica operar una planta generadora de luz ultravioleta, infrarroja o ultrasonido.

Una diferencia básica entre la pasteurización y la esterilización es que la pasteurización pretende en principio, eliminar únicamente la flora patógena existente en el medio, mientras que la esterilización busca la eliminación total de microorganismos patógenos y no patógenos existentes en el medio.

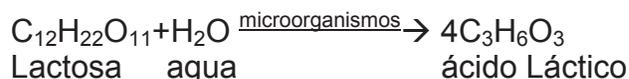
OBJETO DE LA PASTEURIZACIÓN DE LA LECHE

La pasteurización de la leche persigue dos objetivos fundamentales:

a).- Obtener un producto terminado ausente en su totalidad de microorganismos patógenos, que garantice plenamente su utilización para consumo humano.

b).- Obtener un producto terminado con menor número de gérmenes posibles, este objetivo es igual de importante como el primero, ya que la presencia de gérmenes en la leche provoca alteraciones en la misma, disminuyendo su tiempo de conservación en el mercado.

Una de las alteraciones más comunes que sufre la leche provocada por los microorganismos ácidos lácticos (*S. Lactis*), es la siguiente:



Es decir, en presencia de agua (88% en la leche), los microorganismos atacan la lactosa de la leche (36% de sólidos totales son lactosa), desdoblándola en ácido láctico, se observa en la reacción anterior, que por cada molécula de lactosa que se desdobra, se producen 4 moléculas de ácido láctico. Este ácido incrementa la acidez de la leche, bajando por consiguiente el pH, cuando el pH alcanza el valor de 4.6 (pH del punto isoelectrónico de la caseína). En este punto decimos que la leche se ha coagulado o cortado, de aquí la importancia de reducir al mínimo el número de gérmenes presentes en la leche.

RECEPCIÓN DE LECHE FRESCA

La leche fresca normalmente se recibe en nuestras plantas en pipas de diferentes capacidades. Esta leche procede de centros de acopio situados estratégicamente en la cuenca lechera asignada a la planta, esta leche en el centro de acopio, debe ser enfriada a una temperatura de 4°C al cargar la pipa y debe llegar a la planta a una temperatura que oscile entre 4 y 8 °C, dependiendo de la distancia del centro de acopio a la planta.



Figura 5.- Recepción de leche cruda.



CONTROL DE CALIDAD EN RECEPCIÓN DE LECHE EN PIPAS

Las leches antes de ser recibidas en la planta o en los centros de acopio, deben pasar una serie de análisis de control de calidad para determinar en función de los resultados su aceptación o rechazo:

- a) Prueba de Alcohol: Para determinar cualitativamente el grado de acidez que tiene la leche y su susceptibilidad a los tratamientos térmicos. Algunas leches con contenido alto de sólidos o con calostro reaccionan positivamente al alcohol.
- b) Acidez: Indirectamente determina el grado de contaminación de la leche y directamente la susceptibilidad de ésta a ser tratada térmicamente.
- c) Reductasa: Prueba cualitativa para determinar el contenido de gérmenes de la leche.
- d) Densidad: Para determinar el grado de adulteración de la leche con agua.
- e) Crioscopia: Determina de una forma más precisa la adición de agua a la leche, se basa en una de las propiedades físicas más constantes de la leche que es el



punto de congelación, en nuestro medio un valor normal es de -0.530°H .

f) Grasa: Para determinar el posible descremado de la leche o la adulteración de esta con agua (sobre todo en los meses de diciembre, enero, febrero y marzo).

g) Sólidos no Grasos: para determinar el posible descremado de la leche o la adulteración de esta con agua (sobre todo en los meses de diciembre, enero, febrero y marzo).

h) Neutralizantes, conservadores, azúcares y adición de leche en polvo: La presencia de alguna adición de la antes mencionadas es causa de rechazo inmediato de la leche, ya que esto pone de manifiesto un desconocimiento total de la materia prima que procesamos, desconocimiento de las disposiciones legales de nuestro país en materia de permitir la adulteración de leches, desinterés total por la salud de nuestros consumidores (que en muchos casos son niños enfermos), cómplices de las prácticas antihigiénicas de los productores y cómplices de fraudes efectuados en contra de nuestra empresa.

Los límites entre los cuales deben oscilar los valores de los análisis y técnicas analíticas son expresados en los métodos analíticos de control de calidad.

Es importante hacer notar la necesidad de un enfriamiento adecuado de la leche, ya que de esto depende en gran medida la calidad de la materia prima y por consiguiente del producto terminado.

Considerando la calidad microbiológica de las leches de nuestro medio, cuyo contenido en gérmenes oscila entre 300 y 500 millones de gérmenes /gramo, se observa la necesidad urgente de inhibir la actividad bacteriana de los microorganismos sobre los componentes de la leche.

A temperaturas comprendidas entre 25 y 30 $^{\circ}\text{C}$. Los microorganismos se reproducen en proporción geométrica cada 20 minutos y tienen una fuerte actividad sobre la lactosa de la leche, transformándola en ácido láctico.

Para ejemplificar un medio conteniendo una población de 10,000 gérmenes/gramo y considerando la reproducción asexual (por gemación), cada 20 minutos en condiciones favorables (pH, Temp., Agua, y Alimento) después de 3 horas ésta población original de 10,000 gérmenes, se habrá incrementado hasta 5 120, 000 gérmenes /gramo.



Tabla 1.- reproducción de gérmenes respecto al tiempo

Tiempo	0.33 h	1 h	2 h	3h
Población g/gramo	10,000	80,000	640,000	5 120,000

TANQUES DE ALMACENAMIENTO

Para una planta pasteurizadora, se considera que la capacidad óptima de almacenamiento debe ser un 75% de la capacidad de producción que se tenga instalada, esta capacidad de almacenamiento debe estar distribuida por lo menos en 2 tanques, para efectos de limpieza (los tanques son lavados y desinfectados diariamente). La capacidad de almacenamiento está calculada considerando que se tiene una programación eficiente y adecuada de las llegadas de leche fresca en un lapso de 18 hrs./día.

TANQUES SILOS

Los tanques de grandes capacidades de almacenamiento (> 50,000 L) deben ser objeto de cuidados especiales, de lo contrario puede ser contraproducente disponer en una planta de un silo. Estos tanques deben disponer de un sistema adecuado de limpieza (C.I.P.) y deben ser lavados diariamente para garantizar la calidad de la leche en ellos almacenada, ésta en función de los tiempos de residencia que permanecerá la leche en ellos, que en algunas ocasiones alcanzará 14 hrs. El sistema de agitación deberá también ser adecuado para garantizar la homogeneidad de la leche en cualquier punto del tanque y así evitar gradientes de concentración de grasa en la leche almacenada en el silo.



ETAPAS DEL PROCESO

ESTANDARIZACIÓN

En virtud de que la composición de la leche no es constante durante todo el año, sino que sufre variaciones especialmente en la materia grasa, dependiendo de la época de lactación de la vaca, tipo de alimentos, condiciones climatológicas, tipo de ganado, etc., nunca tenemos una materia prima con una composición constante y dado que nuestros productos terminados deben tener una composición fija durante todo el año, es indispensable en ocasiones, adicionar a las materias primas una determinada cantidad de grasa butírica o sólidos lácteos no grasos, para cumplir con las disposiciones legales y con el compromiso moral que tenemos con nuestros consumidores de venderles exactamente la cantidad de sólidos que especificamos en las etiquetas de nuestros productos (no vender agua a precio de leche). En otras ocasiones y debido al contenido de sólidos altos en nuestras materias primas, es necesario ajustar estos sólidos a la especificación marcada en la etiqueta del producto.

La estandarización: es operación de ajustar la composición de nuestras materias primas a la composición marcada en la etiqueta de nuestro producto.

La estandarización puede llevarse a cabo bien en el tanque de leche fresca a pasteurizar o mejor aún después de un precalentamiento de la leche, inmediatamente antes de pasar a un 2do. Precalentamiento anterior a la homogeneización como se muestra en la figura 6.

Figura 6.- Precalentamiento de leche para estandarización.





La estandarización en la mayoría de los casos, puede llevarse a cabo con adición o eliminación de grasa de la leche fresca.

CLARIFICACIÓN

Esta operación tiene por objeto la eliminación de las macro impurezas que contiene la leche bronca, el proceso se lleva a cabo normalmente en equipos cuyo principio de operación se basa en la aplicación de una fuerza centrífuga a todos los componentes de la leche, los componentes más pesados (impurezas) tienden por la aplicación de esta fuerza a desplazarse hacia la periferia de donde son separados periódicamente en forma manual o automática. Las velocidades tangenciales a las que son sometidas las leches a clarificar, oscilan entre 1600 a 2000 r.p.m.

Es importante mencionar, que inmediatamente al proceso de clarificación debe seguir el proceso de pasteurización, esto en función de que simultáneamente a la separación de impurezas, la fuerza centrífuga aplicada es capaz de romper las colonias de gérmenes, generando cuentas de colonias más altas, incrementando así uno de los factores que favorecen a la acidificación de la leche (por esta razón no es recomendable el uso de clarificadores en centros de enfriamiento).

Figura 7.- Clarificadora





HOMOGENEIZACIÓN

La homogeneización de la leche consiste en el rompimiento de los glóbulos grasos en emulsión, en glóbulos más pequeños mediante la aplicación de una fuerza mecánica, los glóbulos de grasa se rompen por termino medio desde un diámetro de 6 micras, hasta un diámetro de 1 micra (10^{-4} cm), la homogeneización se lleva acabo persiguiendo los siguientes objetivos:

a) Prevenir la formación de NATA (separación de grasa), mediante el rompimiento de glóbulos de grasa en glóbulos más pequeños, la separación de grasa será menor con partículas de grasa más pequeñas.

Aunque la formación de NATA es atractiva para ciertos consumidores, ya que da la sensación de una leche rica en grasa, por lo general se prefiere una leche homogeneizada.

b) Desde el punto de vista digestivo (tal vez éste sea el factor más importante), una leche homogeneizada es más fácil de digerir debido a que los glóbulos de grasa más pequeños son más fácilmente atacados por los ácidos que segrega el intestino, además de que la cuajada que forma en el intestino permite cubrir fácilmente con caseína estos glóbulos haciéndolos más digeribles, se han dado casos de que algunos consumidores no toleran ningún tipo de leche a menos que este homogeneizada.

c) Incremento en la viscosidad, dando a la leche una apariencia más consistente (más cuerpo), esto da la impresión de que se tiene una leche con un contenido mayor de sólidos que el establecido, a una presión constante de homogeneización. Se ha encontrado que la temperatura óptima de homogeneización oscila entre 60 y 65 °C.

La homogeneización además de los efectos antes mencionados provoca la activación de ciertas enzimas (Lipasas) que provocan el enranciamiento de la grasa (una leche cruda homogeneizada se enrancia mucho más rápido que la misma leche sin homogeneizar), sin embargo este fenómeno no se observa el la leche pasterizada.

Es conveniente mencionar que un tratamiento mecánico excesivo (presiones mayores a 300 kg/cm^2 con recirculaciones altas), puede ocasionar desnaturalización de las proteínas en suspensión de la leche (básicamente γ - Caseína), produciendo precipitados insolubles (caseinatos o paracaseinatos).

Hemos mencionado que el efecto de la homogeneización se tiene básicamente sobre la materia grasa (aunque también actúa sobre algunos aglomerados proteicos que se forman después de los tratamientos térmicos con vapor directo). Por esta razón la presión de homogeneización deberá estar en función del contenido de la grasa de la leche que se pretenda homogeneizar, lo cual nos



sugiere que una leche descremada no requiere homogeneización. Para una leche con contenido de grasa entre 3.00 y 3.50 % grasa, una presión normal de homogeneización esta entre 80 y 120 kg/cm² una leche con mayor concentración de grasa requerirá una mayor presión de homogeneización.

Figura 8.- Homogeneizador.



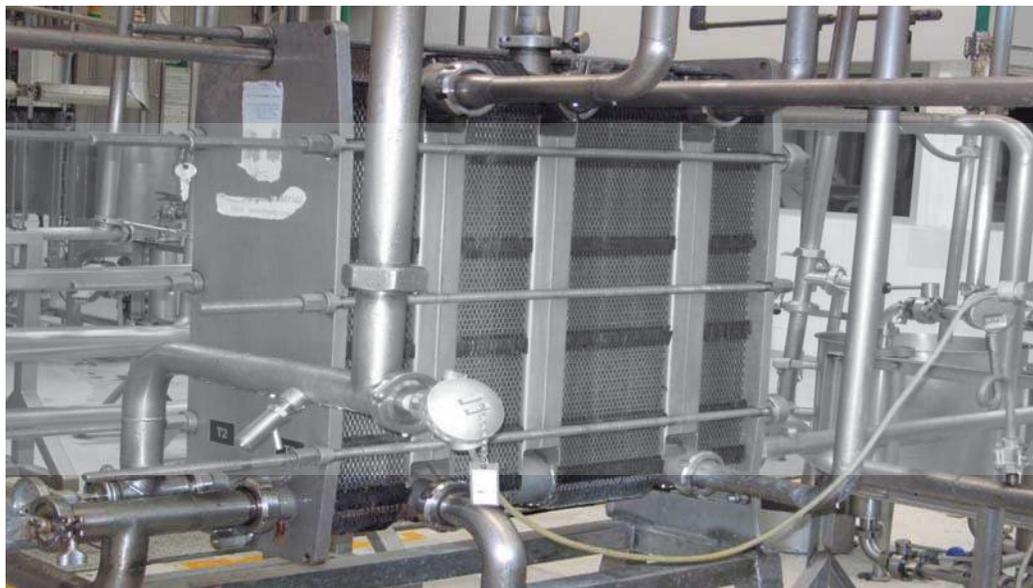
PASTEURIZACIÓN

El tipo de equipos que más comúnmente se utiliza para pasteurizar la leche en la industria láctea, es el de calentamiento indirecto (tubulares o de placas), aquí el calor es transferido por una pared metálica.

En este tipo de equipos, es necesario considerar además de la cantidad de la cantidad de calor requerida, el área de intercambio necesaria para transferir esta cantidad de calor (la cantidad de calor que transfiera una pared metálica, dependerá del tipo de material, condiciones de operación y área de transferencia).



Figura 9.- Pasteurizador regenerativo.





COMPOSICIÓN DE LA LECHE

La leche es una mezcla en estado de equilibrio, tanto física como químicamente, ya que físicamente podemos observar que coexisten varios estados; emulsión, suspensión y solución, y químicamente se encuentran relacionadas entre sí sus componentes.

Los principales componentes de la leche son: agua, lactosa, grasa, proteínas, sales minerales.

En la leche también se encuentran pequeñas cantidades de vitaminas, enzimas, pigmentos, y gases.

La composición de la leche se puede ver afectada por varias causas, como lo son: la raza, el período de lactancia, la alimentación, la salud del animal, etc.

Derivado de lo anterior, las entidades gubernamentales han fijado parámetros para la composición de la leche para consumo humano, la cual se muestra en la siguiente tabla.

Materia grasa de la leche

En la leche se encuentran tres clases de sustancias asociadas:

Triglicéridos: que es prácticamente el 98 % de la materia grasa.

Fosfolípidos: grasas fosforadas del 0.5 a 1 %.

Sustancias insaponificables: 1 %, estas son sustancias diferentes a las grasas, pero insolubles en el agua y solubles en las grasas.

La grasa en la leche se encuentra físicamente en estado de emulsión, por ello cuando a la leche la dejamos en reposo, esta se separa y se le forma una nata en la superficie. Al ver en el microscopio esta nata, se observa una gran cantidad de esferas (glóbulos), de diferentes tamaños y rodeadas por una membrana.

Esta membrana tiene la función de proteger a la grasa de ser descompuesta por las enzimas (lipasas) presentes en la leche.

Los glóbulos de grasa son las partículas más grandes que se encuentran en la leche y su tamaño varía de 0.1 a 20 micras en la leche cruda. El tamaño promedio en la leche pasteurizada es de 1 a 2 micras.

Para el proceso de descremado de la leche, entre mayor es el tamaño del glóbulo de grasa, más fácilmente podrá separarse la grasa de la leche.



La grasa se altera más lentamente que la lactosa; sus modificaciones no provocan grandes cambios en la estructura fisicoquímica de la leche, pero son importantes debido a la aparición de sabores desagradables.

Glúcidos de la leche

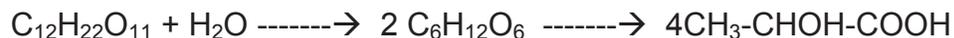
Desde el punto de vista químico se distinguen:

Glúcidos neutros: lactosa y poliósidos que contienen lactosa y fucosa; pueden encontrarse libres o combinados.

Glúcidos Nitrogenados: Glucosamida N-acetilada y Galactosamina N-acetilada; ligados siempre a glúcidos neutros o nitrogenados.

Glúcidos ácidos: Ácidos siálicos ligados siempre a glúcidos neutros o nitrogenados.

La lactosa es el único glúcido libre que existe en cantidad importante en la leche; es también el componente más abundante, el más simple y el más constante en proporción, pero también es el componente más lábil frente a la acción de las bacterias que la transforman en ácido láctico y otros ácidos alifáticos.



La lactosa forma parte de los carbohidratos, los cuales son la fuente más importante de energía dentro de nuestra alimentación.

Proteínas de la leche

Las proteínas son las moléculas más grandes que existen en la leche y físicamente se encuentran en estado de suspensión. Estas están formadas por varias cadenas entrelazadas de aminoácidos (compuestos que son utilizados para formar las células de nuestro organismo).

La leche contiene varios tipos de proteínas las cuales se clasifican en: Caseínas, proteínas del suero y proteosas-peptonas. Además existen sustancias nitrogenadas no proteicas en muy pequeña cantidad.

En la tabla 2, se muestra la distribución de las principales sustancias nitrogenadas que se encuentran en la leche de vaca.



Tabla 2.- Proteínas de la leche

	PORCENTAJE	PORCENTAJE	GRAMOS/LITRO
	E	RELATIVO	
PROTEÍNAS TOTALES	100		32
CASEÍNAS TOTALES	78	100	25
Caseína α s		40	10
Caseína β		30	7.5
Caseína χ		15	3.8
Diversos		15	3.7
PROTEÍNAS DEL SUERO	17	100	5.4
- β lactoglobulina		50	2.7
- α lactoglobulina		22	1.2
Inmunoglobulina		12	0.65
Sero-albúmina		5	0.25
Proteosas- peptonas		10	0.6
Sustancias nitrogenadas no proteicas	5		1.6



Sales Minerales de la Leche

Las sales minerales se encuentran en la leche desde el punto de vista físico en estado de solución, y su cantidad varía de 3 a 10 gramos por litro, o sea que es una cantidad muy pequeña. Las sales minerales más importantes son aquellas que están formadas por los fosfatos, citratos, cloruros y caseinatos con el calcio, magnesio sodio y potasio.

Vitaminas de la Leche

Las vitaminas en la leche se encuentran en muy pequeña cantidad, aunque estas son esenciales para el desarrollo humano, y se les designa con letras mayúsculas, seguidas en ocasiones por un índice numérico.

Las vitaminas que la leche contiene se dividen en dos tipos: liposolubles (A, D y E) y las hidrosolubles (B1, B2, C, etc.), tabla 3.

Tabla 3.- Composición Vitamínica de la Leche

VITAMINA	CANTIDAD
Vitamina A	150 U.I.
Vitamina D	2 U.I
Vitamina E	80 ug
Tiamina (Vitamina B1)	45 ug
Riboflavina (Vitamina B2)	150 ug
Ácido pantoténico	350 ug
Ácido nicotínico (PP)	100 ug
Biotina	1.5 ug
Vitamina B6	35 ug
Vitamina B12	0.3 ug
Vitamina C	2000 ug



ANÁLISIS REALIZADOS EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD AL PRODUCTO EN PROCESO Y PRODUCTO TERMINADO

ACIDEZ

La acidez de la leche fresca se debe principalmente a su contenido de caseína (0.05 a 0.08%) y de fosfatos, así como dióxido de carbono (0.01 a 0.02%), citratos (0.01%) y albúmina (menos de 0.01%).

El calor y la limpieza deficiente favorecen la proliferación de microorganismos que degradan la lactosa dando lugar a ácido láctico y otros ácidos. La acidificación progresiva puede conducir en último término a la coagulación de la leche por precipitación de las proteínas, por lo que la determinación del grado de acidez representa un criterio más para evaluar el cuidado puesto durante el ordeño, transporte y conservación de la leche.

Lo que habitualmente se entiende por acidez de la leche, es simplemente el resultado de la valoración química con un álcali (hidróxido de sodio), utilizando un indicador de color (fenolftaleína), el cual vira de incoloro a rosa alrededor de un pH de 8.3 – 8.4

Cuanto mayor sea el volumen de hidróxido de sodio necesario para alcanzar el viraje, más ácida es la leche examinada.

Los valores normales para una leche fresca son de 1.3 a 1.6 gramos por litro, mientras que para una leche reconstituida son de 0.9 a 1.2 gramos por litro.

PUNTO CRIOSCÓPICO

El agua pura congela a 0 °C, las sales y sustancias disueltas en el agua disminuyen el punto de congelación en proporción directa a la concentración de material disuelto.

La leche tiene un rango de congelación determinado, específico para una zona dada en función de la alimentación, raza, y etapa de lactancia del ganado y época del año. Si se adiciona agua a la leche, el punto de congelación se eleva del valor normal y tiende a 0°C. Esta elevación de la temperatura es lineal con el porcentaje de agua adicionada.

Por medio del punto crioscópico, es posible detectar y determinar cuantitativamente la adulteración de la leche con agua.

El resultado obtenido por el equipo se expresa en grados Horvert (°H).

Los valores normales para una leche fresca son: -0.530 a -0.550 °H.

DETERMINACIÓN DE GRASA

Durante mucho tiempo el contenido de grasa de la leche era símbolo de su calidad y frecuentemente en base a este se realizaba el pago o sobrepago a los productores.

La grasa existe en la leche en forma de emulsión que se estabiliza por medio de los fosfolípidos y las proteínas.



El método Gerber se basa en la ruptura de la emulsión por adición de ácido sulfúrico concentrado.

La grasa menos densa que el medio ácido puede separarse por centrifugación. El alcohol isoamílico actúa como agente tensoactivo y permite la separación nítida de las capas de grasa y ácido-acuosa.

El método del milkotester mide a través de espectroturbidimetría el contenido de grasa de la leche.

Cuando un rayo de luz se dirige hacia una suspensión o emulsión, parte de esa luz es dispersada por las partículas suspendidas. El grado de luz dispersada en la región visible del espectro depende del tipo, concentración y tamaño de las partículas suspendidas y de la relación del índice de refracción del medio.

Las propiedades de la luz dispersada o turbidez de la leche se debe principalmente a los glóbulos de grasa y a las micelas de caseína. La turbidez de las micelas de caseína se elimina adicionando EDTA.

El método de mojonier se basa en la acción de los distintos reactivos empleados para permitir la extracción cuantitativa de la grasa.

Los valores normales para una leche descremada (lighth) es de máximo 0.1 %, para una leche semidescremada es de 1.6 a 1.8 %, para una leche entera es de mínimo 3 %.

DENSIDAD

La densidad o peso específico es una propiedad física de la materia y se define como una relación a una temperatura dada de la masa M de una sustancia a su volumen V ($D = M/V$).

La técnica del lactodensímetro sigue el principio de Arquímedes, que indica que todo cuerpo sumergido en un líquido recibirá un empuje equivalente a su peso; los densímetros están calibrados de tal manera, que el vástago sobresalga y nos indique la gravedad específica del líquido en el cual se sumergen.

La densidad de la leche es variable con la temperatura. La relación de la grasa sólida a líquida varía con la temperatura y con el tiempo que se mantenga cualquier temperatura dada (la cristalización o solidificación de la grasa no se efectúa instantáneamente durante el enfriamiento). Si la muestra de leche se entibia antes de efectuar la prueba para llevar toda la grasa al estado líquido e inmediatamente se enfría, los resultados no se afectarán significativamente por los diferentes estados físicos de la grasa.

Los valores normales de densidad para la leche reconstituida es de mínimo 1.0290 g/mL.

SÓLIDOS NO GRASOS

Los sólidos no grasos son aquellas sustancias de la leche que no contienen grasa, tales como las proteínas, sales minerales y carbohidratos.

La densidad depende de la concentración de las sustancias en solución y en suspensión y de la materia grasa, estos valores se pueden relacionar mediante



fórmulas que permiten calcular el contenido de sólidos no grasos conociendo el porcentaje de grasa y la densidad a 15 °C; las más conocidas son la de Richmond y la de Babock, aunque se han desarrollado casi un centenar de fórmulas distintas. La fórmula de Richmond se expresa de la siguiente forma:
$$S.N.G. = 0.25 ((\text{Densidad} - 1) 1000) + 0.2 (\% \text{Grasa}) + 0.37$$

PROTEÍNAS

En la actualidad se le da mucha importancia al contenido de proteínas en los alimentos, y por supuesto en los productos lácteos ya que son esenciales para la formación de los tejidos.

Por eso en varios países el pago de la leche a los productores es sobre la base del contenido de proteínas.

El método de kjeldhal para determinación de nitrógeno total se basa en la oxidación de la materia orgánica de la muestra mediante la acción del ácido sulfúrico concentrado y calor.

La velocidad de la reacción se acelera adicionando sulfato de potasio para elevar el punto de ebullición y utilizando como catalizador sulfato de cobre.

La oxidación provoca que el nitrógeno de las proteínas y algunos otros compuestos nitrogenados formen sulfato de amonio y libera amoníaco, que se destila y se recibe en un ácido débil, el cual se deposita sin reaccionar y posteriormente se titula directamente al amoníaco con un ácido fuerte. Se determina la cantidad de nitrógeno total que contiene la muestra.

La proteína cruda se calcula multiplicando el nitrógeno total por un factor empírico derivado del promedio de nitrógeno proteico en 100 gramos de proteína.

El valor mínimo de proteína en la leche es de 30 g/L.

REDUCTASA

Al igual que la proteína, la calidad higiénica de la leche es determinante para un sobreprecio del producto en los países desarrollados.

La prueba de reductasa es la determinación del tiempo necesario para obtener a 38 °C la decoloración del azul de metileno añadido a la leche.

Este dato es una medida aproximada de la carga microbiana contenida en la muestra. El azul de metileno es un indicador de óxido-reducción y cuando es adicionado a la muestra, indica los cambios en el potencial de óxido-reducción producido por los microorganismos.

Algunos microorganismos utilizando el oxígeno disuelto en la leche, son capaces de reducir el potencial de óxido-reducción, la reducción es catalizada por la enzima reductasa, que es una enzima respiratoria vinculada con la oxidación celular. Una vez que el oxígeno es utilizado, el azul de metileno cambia de azul a incoloro.

El tiempo requerido para la decoloración del azul de metileno es inversamente proporcional a la carga microbiana de la muestra.

El tiempo de reductasa requerido por Liconsal, es de mínimo 120 minutos.



JUSTIFICACIÓN:

La operación normal en la realización de análisis a los componentes de la leche fluida, inicia con el aviso o solicitud de análisis de leche por parte del área de producción, que puede ser en pipa o en silo, y a continuación se realizan las siguientes actividades:

- 1.- Análisis de los componentes de la leche por los métodos establecidos.
- 2.- Realización de los cálculos (calculadora).
- 3.- Registro en bitácora correspondiente.
- 4.- Llenado de la solicitud de análisis.
- 5.- Captura en el sistema SICOCA.
- 6.- Entrega de resultados.

Al término de las operaciones diarias se capturan los datos de cada uno de las solicitudes de liberación atendidas en el día y se generan concentrados de análisis de tanques silos y de producto terminado para informar al área de producción, así como también se imprimen los certificados de liberación, una hoja por cada solicitud.

Debido a la constante actualización de los requisitos a cumplir por el departamento de control de calidad de esta Gerencia Estatal, se hace necesario un cambio sustancial en el manejo de la información, referente a los análisis del área de fisicoquímicos que se practican a la leche fluida desde su recepción o reconstitución hasta el producto terminado (leche LICONSA en presentación de 2 litros).

-Uno de estos requisitos es el que se describe en el apartado 7.5.3, Identificación y trazabilidad de la norma NMX-CC-9001-IMNC-2000 (17), a través de la identificación del producto es posible relacionarlo con sus análisis correspondientes en cada etapa de la producción.

-La realización por duplicado de los análisis de los componentes de la leche a fin de garantizar la calidad de los resultados, que se describe en el apartado 5.9 Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de calibración de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 (18).

-En la emisión de los reportes, la falta de los métodos y/o normas a las que se apega cada una de las determinaciones de los componentes de la leche.

-El ahorro en el tiempo de captura y tiempo de registro en bitácoras (leche fresca fortificada, leche reconstituida fortificada y leche frisia) y de papel impreso

-y la sustitución de calculadora por la hoja electrónica de cálculo.



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



OBJETIVO:

El objetivo es el de desarrollar un sistema de cómputo para el registro de los análisis fisicoquímicos, que nos permita dar seguimiento a las determinaciones realizadas a los componentes de la leche en cada etapa del proceso (recepción de materia prima, producto en proceso y producto terminado) y demuestre de manera gráfica el control de la temperatura, densidad, grasa proteína y sólidos no grasos en el producto final.



III DESCRIPCION Y DESARROLLO DEL PROYECTO:

El sistema fue desarrollado en **Microsoft Excel** haciendo uso de macros y programación en **Visual Basic Para Excel**.

EL proyecto consiste en desarrollar un sistema de cómputo, **en el que se registren los resultados de los análisis fisicoquímicos que el Laboratorio de Control de Calidad de LICONSA, S.A. DE C.V., Michoacán, realiza a leche fluida como materia prima, producto en proceso y producto terminado (leche cruda o reconstituida, pasteurizada y envasada).**

El desarrollo del sistema inicia con el análisis de los procesos que intervienen, desde la toma de muestras de pipas, de tanques silos y de producto terminado, así como la determinación de los componentes de la leche, registro de datos resultado de los análisis y su interpretación gráfica.

Esta misma naturaleza del origen de los datos nos proporciona las necesidades de creación de catálogos, pantallas de captura, cálculos automáticos, y representación gráfica de los resultados obtenidos de forma diaria, semanal, mensual o de cualquier período.

Se consideran los nuevos requisitos a cumplir, por la aplicación de sistemas de calidad como lo son: **NMX-CC-9001-IMNC-2000** SISTEMAS DE GESTION DE LA CALIDAD-REQUISITOS (17) y **NMX-EC-17025-IMNC-2006** REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN (18).

Las tomas de muestras de leche pueden ser:

- 1.- De pipas leche cruda.
- 2.- De tanques de rehidratado o estandarizado, tk9 y tk10, en los cuales se puede rehidratar leche en polvo o estandarizar leche cruda o sea llevar a las especificaciones de Liconsa.
- 3.- De tanques de producto en proceso, en estos tanques se encuentra la leche que ha pasado por el proceso y reúne los requisitos establecidos por Liconsa y esa lista para ser envasada como producto final.
- 4.- Muestras de envasadas como producto final.

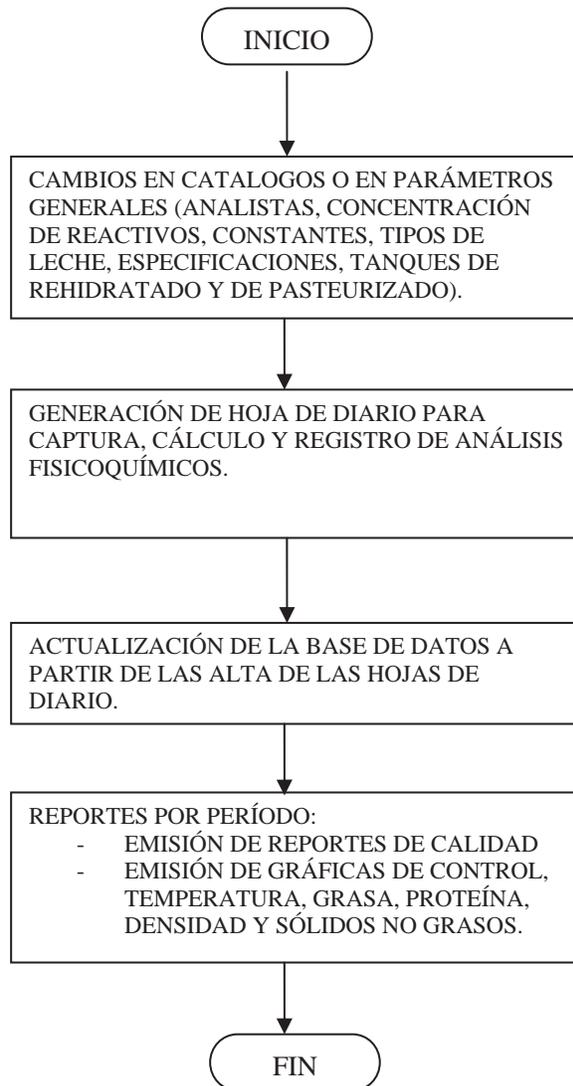
En el análisis del sistema se considero como características principales:

- 1.- Dar rastreabilidad de manera visual, clara y sencilla a los análisis practicados a la leche desde su recepción o reconstitución hasta el producto terminado.



- 2.- Registro electrónico simple y sin complicaciones de pantallas para optimizar el tiempo captura.
- 3.- Cálculos automáticos.
- 4.- Obtención de los reportes diarios de la misma información, sin necesidad de recaptura de datos.
- 5.- Generación de una base de datos a partir de la información diaria.
- 6.- Obtención de reportes de calidad por período.
- 7.- Obtención de gráficas de control, en el que se pueda observar desviaciones a los límites de control de: Grasa, Proteínas, Temperatura, Sólidos no grasos y Densidad.

DIAGRAMA FLUJO:





Definición de catálogos:

Se definieron los siguientes parámetros generales y catálogos que son necesarios para el buen funcionamiento del sistema:

Tabla 4.-PARÁMETROS GENERALES

GEROPRO	GENRENCIA ESTATAL MICHOACÁN
DIRECCION	AV. LAZARO CARDENAS No. 649 NTE.
COL.	LA SELVA
MUNICIPIO	JIQUILPAN
ESTADO	MICHOACÁN

Tabla 5.-REACTIVOS Y CONSTANTES

NOMBRE	VALOR
NNAOH	0.1
FACTLACT	0.001

Tabla 6.-CATALOGO DE ANALISTAS

CVEANA	NOMANALISTA
01	Luís Magallon
02	Eduardo Olloqui Valdovinos
03	Marco Campuzano García
04	
05	Wenceslao Vázquez Barrios
06	
07	
08	
09	

Tabla 7.-SILOS DE ESTANDARIZADO O REHIDRATADO

SILO
09
10

Tabla 8.- SILOS DE PASTEURIZADO

SILO
3
4
5
6
7
8



Tabla 9.-ORGANOLÉPTICO

CALIFICACION

- 0
- 1
- 2
- 3
- 4
- 5

Tabla 10.-TIPO DE LECHE

TIPOLECHE

- L.R.F.
- L.F.F.
- FRISIA
- L.C.

Tabla 11.-TIPO LECHE EN TANQUES DE REHIDRATADO

- L.R.F.
- L.C.

Tabla 12 .-SILOS Y PRODUCTO TERMINADO NORMAS Y EPECIFICACIONES

PARAMETRO	NORMA	ESPECIFICACIONES	UNIDADES
TEMPERATURA		0.0 a 6.0	'C
ORGANOLÉPTICO		0,1,2 Rechazado 3,4,5 Aceptado (3,4,5 Aceptado)	(0...5)
PROTEÍNA	MÉTODO 972.16 AOAC 17 EDICIÓN 1a. REVISIÓN 2002 NOM-155-SCFI-2003/FQ-50-L	Min. : 3.0	%
DENSIDAD	NOM-155-SCFI-2003 (A)	MIN. L.F.F.: 1.0290 MIN. L.R.F.:1.0293	g/mL
GRASA	NOM-155-SCFI-2003/FQ-50-L	Min. 3.0	%
SNG	Cálculo	Min. 8.3	(%)
ST	Cálculo		(%)
ACIDEZ	NOM-155-SCFI-2003 /FQ-02-L	L.F.F.: 1.3 a 1.7 L.R.F.:0.9 a 1.5	(g/L)
FOSFATASA		(POS) (NEG) (NEG)	δ
PUNTO CRIOSCÓPICO	NOM-155-SCFI-2003/FQ-02-L	-0.530 -0.560	a° H



Tabla 13.- FRISIA NORMAS Y ESPECIFICACIONES

PARAMETRO	NORMA	ESPECIFICACIONES	UNIDADES
TEMPERATURA		0.0 a 6.0	'C
ORGANOLÉPTICO		0,1,2 Rechazado 3,4,5 Aceptado (3,4,5 Aceptado)	(0...5)
PROTEÍNA	MÉTODO 972.16 AOAC 17 EDICIÓN 1a. REVISIÓN 2002 NOM-155-SCFI-2003/FQ-50-L	Min. : 3.0	%
DENSIDAD	NOM-155-SCFI-2003 (A)	Min. 1.029	g/mL
GRASA	NOM-155-SCFI-2003/FQ-50-L	Min. 3.0	%
SNG	Cálculo	Min. 8.3	(%)
ST	Cálculo		(%)
ACIDEZ	NOM-155-SCFI-2003 /FQ-02-L	1.3 a 1.7(g/L)	9mL
FOSFA-TASA		(POS) (NEG) (NEG)	δ
PUNTO CRIOSCÓPICO	NOM-155-SCFI-2003/FQ-02-L	-0.530 -0.560	a° H



ETAPA I, CAPTURA Y CÁLCULO DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS REALIZADOS DIARIAMENTE EN LOS TRES TURNOS, ASÍ COMO LA EMISIÓN DE REPORTES DE DIARIO

Desarrollo del módulo de captura:

Este módulo en su diseño reunió las características descritas en análisis del sistema y se adicionó las especificaciones, normas mexicanas o métodos a las que los análisis hacen referencia, así como también las columnas de: hora de solicitud, muestreo y liberación de análisis a fin de tener presente el cumplimiento de los estándares de servicio.

Como se puede observar este módulo, consta de cinco opciones:

- 1.- Memoria de cálculo: En esta opción el analista obtiene una de las herramientas de cálculo e información muy importantes en su jornada de trabajo ya que le permite registrar y calcular, los análisis de los componentes de muestras de la leche que provienen de pipas, de tanques de rehidratado o estandarizado, de tanques de producto terminado y de producto terminado envasado. Provee la información necesaria para dar rastreabilidad a la leche desde su recepción (pipa) o reconstitución (leche en polvo), su almacenamiento a granel y su envasado como producto terminado.
- 2.- Silos: Emite reporte de los análisis realizados a los tanques silos liberados que cumplen con los requisitos.
- 3.- Producto Liconsa: Emite reporte de los análisis realizados al producto terminado envasado.
- 4.- Producto Frisia: Emite reporte de los análisis realizados al producto terminado envasado denominado Frisia, que es un producto que elabora Liconsa y que no esta subsidiado.
- 5.- Respaldar Memoria: Esta opción permite al analista respaldar la memoria de cálculo en cualquier momento pero especialmente a finalizar su jornada de trabajo.

En acerca de se encentra el nombre del programa y el autor.



Figura 11.- Menú principal (Memoria de cálculo)

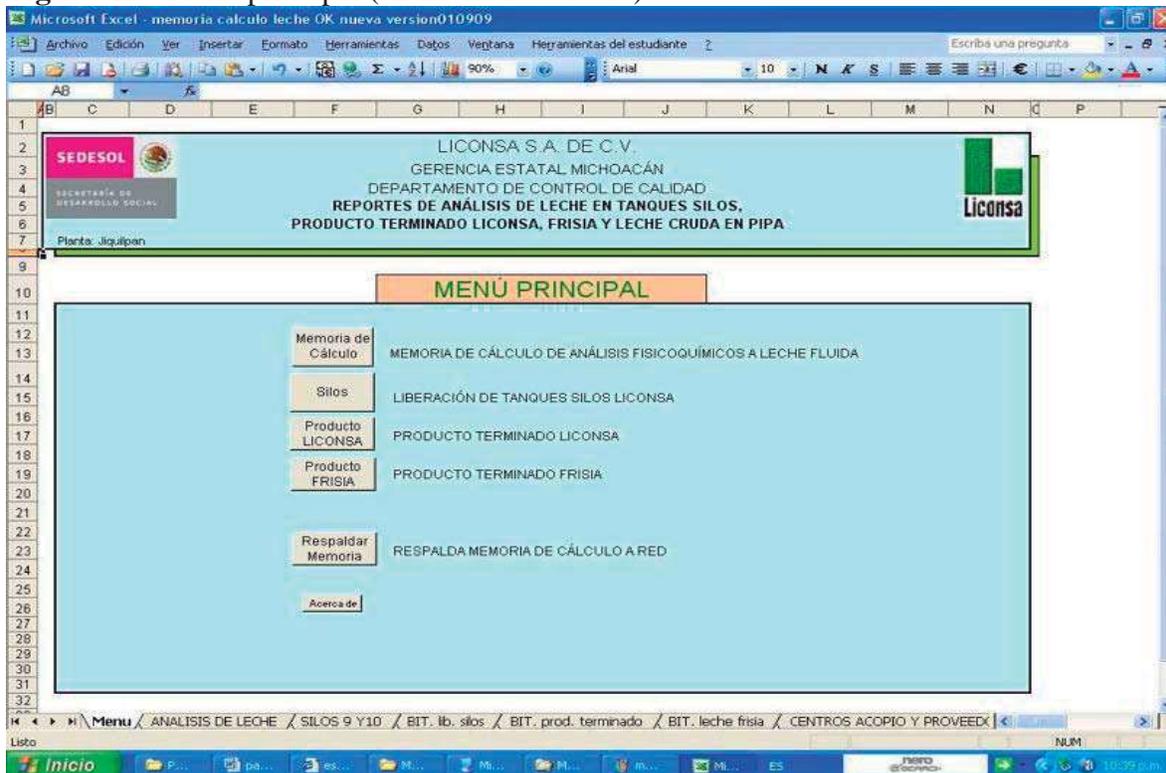


Figura 12.- Registro y Cálculo de los componentes de la leche en silos de rehidratado y estandarizado

FECHA:		22-04-09		TIPO LECHE- (L.R.-Leche Rehidratada, L.C.-Leche Cruda), SILO- (S9-silo 9, S10-silo10)				DATOS MK-SCAN				CÁLCULO DE DENSIDAD POR LACTODENSÍMETRO (LD)				DATOS CALCULADOS		
TNO	CVE. ANA-LISTA	Hrs. Meses	ORIGEN	TIPO DE LECHE	ORGANO-LEPTICO (0-5)	Silo de estandarizado o rehidratado	Silo de pasteurizado	FAT Lectura	PRO Lectura	Proteína (%)	LECTURA	CORREC. POR TEMP. (T°C)	FACTO (LD)	DENSIDAD (g/mL)	GRASA (%)	SNG (%)	ST (%)	
3	2	05:40	LA LOMA	L.C.	5	S9	0000	3.14	3.07	3.07	1.0298	15	0	0.001	1.0308	3.24	8.72	11.95
1	3	06:50	CA JAMAY	L.C.	5	S10	S7	3.28	3.10	3.10	1.0306	15	0	0.001	1.0316	3.36	8.94	12.31
1	3	08:20	AGL S.J.D' GRACIA	L.C.	5	S9	S6	3.22	3.00	3.00	1.0300	16	0.0002	0.001	1.0312	3.32	8.83	12.15
1	3	10:55	TORIBIO PROMIO	L.C.	5	S10	S5	3.35	3.10	3.10	1.0305	14	-2E-04	0.001	1.0313	3.45	8.89	12.34
2	1	21:00	CA SAN MIGUEL	L.C.	5	S9	S4	3.18	2.92	2.92	1.0294	15	0	0.001	1.0304	3.26	8.62	11.88
2					5							15	0	0.001				
2					5							15	0	0.001				
2					5							15	0	0.001				
2					5							15	0	0.001				
2					5							15	0	0.001				
2					5							15	0	0.001				
2					5							15	0	0.001				
2					5							15	0	0.001				
2					5							15	0	0.001				



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



Figura 13.- Registro y Cálculo de los componentes de la leche, pipas, silos, producto terminado y leche frisia

FECHA:		LÍNEA:		CANTIDAD:		CANTIDAD:		CANTIDAD:		CANTIDAD:		CANTIDAD:		CANTIDAD:		CANTIDAD:		CANTIDAD:					
ANO	CVE	FOLIO	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA				
10	3	2	1203	00:00	00:00	01:27	FRISA	3.0	5	ST	10000	2.55	3.00	3.01	10300	3.00	8.66	11.62	1.40	N.A.	N.A.	-0.531	
11	3	2	1204	02:00	02:00	02:00	L.F.F.	3.0	5	SA	10700	2.55	3.00	3.02	10300	3.04	8.50	11.54	1.40	N.A.	N.A.	-0.535	
12	3	2	1205	03:40	03:40	04:00	L.F.F.	3.0	5	SA	10000	2.55	3.00	3.01	10300	3.00	8.56	11.76	1.40	N.A.	N.A.	-0.538	
13	3	2	1206	04:37	04:40	05:00	L.R.F.	4.0	5	SA	10200	2.51	3.00	3.04	10300	3.02	9.01	8.52	11.53	1.40	N.A.	N.A.	-0.539
14	3	2	470	12:00	12:00	02:00	L.C.	4.0	5	SA	10000	2.51	3.00	3.04	10300	3.02	9.01	8.52	11.53	1.40	N.A.	N.A.	-0.540
15	3	2	471	12:00	12:00	02:00	L.C.	4.0	5	SA	10000	2.51	3.00	3.04	10300	3.02	9.01	8.52	11.53	1.40	N.A.	N.A.	-0.541
16	3	2	472	03:00	03:10	03:10	L.C.	4.0	5	SA	10000	2.51	3.00	3.04	10300	3.02	9.01	8.52	11.53	1.40	N.A.	N.A.	-0.542
17	3	2	473	04:10	04:20	04:20	L.C.	4.0	5	SA	10000	2.51	3.00	3.04	10300	3.02	9.01	8.52	11.53	1.40	N.A.	N.A.	-0.543
18	3	2	474	04:10	04:20	04:20	L.C.	4.0	5	SA	10000	2.51	3.00	3.04	10300	3.02	9.01	8.52	11.53	1.40	N.A.	N.A.	-0.544
19	3	2	1207	11:55	12:00	12:30	L.R.F.	4.0	4	SA	10000	2.51	3.00	3.01	10300	3.10	8.44	11.55	1.40	N.A.	N.A.	-0.545	
20	3	1	3	N.A.	04:20	04:50	FRISA	4.0	5	SA	N.A.	2.55	3.00	3.03	10300	3.00	8.64	11.63	1.40	N.A.	N.A.	-0.546	
21	3	1	3	1208	07:35	07:40	07:12	L.F.F.	2.5	5	SA	20000	2.51	3.00	3.01	10300	3.00	8.65	11.66	1.40	N.A.	NEG	-0.527
22	3	1	3	1000	N.A.	00:00	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	N.A.	2.57	3.00	3.03	10300	3.00	8.49	11.52	1.40	N.A.	N.A.	-0.528
23	3	1	3	1003	N.A.	00:00	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	N.A.	2.55	3.00	3.02	10300	3.10	8.50	11.76	1.40	N.A.	N.A.	-0.529
24	3	1	3	1000	N.A.	00:00	00:00	L.R.F.	4.5	5	SA	N.A.	2.55	3.00	3.04	10300	3.00	8.50	11.53	1.40	N.A.	N.A.	-0.530
25	3	1	3	1209	00:11	00:10	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	20000	2.51	3.00	3.01	10300	3.00	8.65	11.63	1.40	N.A.	NEG	-0.531
26	3	1	3	1001	N.A.	00:00	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	N.A.	2.54	3.00	3.02	10300	3.04	8.53	11.66	1.40	N.A.	N.A.	-0.532
27	3	1	3	1210	00:17	00:20	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	20000	2.51	3.00	3.01	10300	3.00	8.74	11.61	1.40	N.A.	NEG	-0.533
28	3	1	3	1002	N.A.	00:00	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	N.A.	2.51	3.00	3.01	10300	3.00	8.44	11.54	1.40	N.A.	N.A.	-0.534
29	3	1	3	1003	N.A.	00:00	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	N.A.	2.51	3.00	3.01	10300	3.00	8.65	11.63	1.40	N.A.	N.A.	-0.535
30	3	1	3	1211	02:02	02:00	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	10000	2.52	3.00	3.07	10300	3.10	8.69	11.82	1.40	N.A.	NEG	-0.536
31	3	1	3	1004	N.A.	00:00	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	N.A.	2.57	3.00	3.00	10300	3.00	8.75	11.81	1.40	N.A.	N.A.	-0.537
32	3	1	3	1212	02:51	03:00	03:00	L.R.F.	4.5	4	SA	10000	2.52	3.10	3.13	10310	3.01	8.76	11.76	1.40	N.A.	NEG	-0.538
33	3	1	3	1213	04:50	05:00	05:00	L.F.F.	2.5	5	SA	10000	2.55	3.00	3.00	10300	3.00	8.43	11.50	1.40	N.A.	N.A.	-0.539
34	3	1	3	1004	N.A.	00:00	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	N.A.	2.51	3.00	3.05	10300	3.10	8.68	11.76	1.40	N.A.	N.A.	-0.540
35	3	1	3	1005	N.A.	00:00	00:00	L.F.F.	2.5	5	SA	N.A.	2.51	3.00	3.00	10300	3.10	8.49	11.59	1.40	N.A.	N.A.	-0.541
36	3	1	3	1214	05:45	06:00	06:00	L.R.F.	4.5	5	SA	10000	2.55	3.00	3.01	10300	3.00	8.50	11.50	1.40	N.A.	N.A.	-0.542
37	3	1	3	1006	N.A.	00:00	00:00	L.R.F.	4.5	5	SA	N.A.	2.55	3.00	3.00	10300	3.00	8.51	11.50	1.40	N.A.	N.A.	-0.543
38	3	1	3	475	05:55	06:00	06:00	L.C.	5.5	5	SA	10000	2.51	3.00	3.00	10300	3.00	8.63	11.30	1.40	N.A.	N.A.	-0.544
39	3	1	3	476	05:55	06:00	06:00	L.C.	4.0	5	SA	10000	2.51	3.00	3.00	10300	3.00	8.75	12.76	1.40	N.A.	N.A.	-0.545
40	3	1	3	1215	05:45	06:00	06:00	L.R.F.	4.5	5	SA	10000	2.55	3.00	3.00	10300	3.00	8.41	11.56	1.40	N.A.	N.A.	-0.546
41	3	1	3	1216	05:22	05:30	05:30	L.R.F.	4.5	5	SA	10000	2.55	3.00	3.04	10300	3.40	8.67	12.07	1.40	N.A.	N.A.	-0.547
42	3	1	3	1007	N.A.	00:00	00:00	L.R.F.	4.5	5	SA	N.A.	2.55	3.00	3.11	10310	3.01	8.77	11.77	1.40	N.A.	N.A.	-0.548

Figura 14.- Reportes de liberación de silos Liconsa.

FECHA:		LÍNEA:		CANTIDAD:		CANTIDAD:													
ANO	CVE	FOLIO	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA	FECHA												
3	2	02-20	1204	L.F.F.	96	10000	3	5	3.02	1.0301	3.04	8.80	11.54	1.40	N.A.	N.A.	-0.536		
3	2	03-42	1205	L.F.F.	96	14000	3	5	3.01	1.0302	3.20	8.96	11.76	1.29	N.A.	N.A.	-0.538		
3	2	04-37	1206	L.R.F.	96	10000	4	5	3.04	1.0303	3.01	8.82	11.83	N.A.	1.00	N.A.	N.A.		
3	2	11-55	1207	L.R.F.	96	10000	6	4	3.01	1.0298	3.11	8.44	11.55	N.A.	1.00	N.A.	N.A.		
1	3	07-35	1208	L.F.F.	99	20000	2.5	5	3.01	1.0307	3.01	8.65	11.66	1.27	N.A.	NEG	-0.532		
1	3	10-11	1209	L.F.F.	99	20000	2.5	5	3.01	1.0306	3.06	8.63	11.69	1.37	N.A.	NEG	-0.528		
1	3	11-27	1210	L.F.F.	99	12000	3.5	5	3.10	1.0310	3.08	8.74	11.81	1.40	N.A.	NEG	-0.541		
1	3	12-52	1211	L.F.F.	99	13000	3.5	5	3.07	1.0308	3.12	8.69	11.82	1.34	N.A.	NEG	-0.536		
2	1	14-50	1212	L.R.F.	99	10000	4.5	4	3.13	1.0312	3.01	8.75	11.76	N.A.	1.00	N.A.	N.A.		
2	1	14-50	1213	L.R.F.	99	10000	5	5	3.00	1.0300	3.00	8.40	11.50	N.A.	1.07	N.A.	N.A.		
2	1	15-46	1214	L.R.F.	99	10000	5.5	5	3.01	1.0301	3.08	8.40	11.68	N.A.	1.06	N.A.	N.A.		
2	1	18-11	1215	L.R.F.	99	12000	5	5	3.00	1.0300	3.08	8.47	11.66	N.A.	1.06	N.A.	N.A.		
2	1	18-22	1216	L.R.F.	99	10000	5	5	3.04	1.0305	3.40	8.67	12.07	N.A.	1.07	N.A.	N.A.		



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



Figura 15.- Reporte de liberación de producto terminado Liconsa.

Inicio Anterior Zoom Imprimir... Configurar... Márgenes Saltos de página Cerrar Ayuda

SEDESOL

LICONSA S.A. DE C.V.
 COMERCIALIZADORA DE LECHE
 DEPARTAMENTO DE CONTROL DE CALIDAD
REPORTE DIARIO DE PRODUCTO TERMINADO LICONSA

FECHA: 22-04-05

L.P.F. - Lacteos Desempeñados y Liberados, L.P.F. - Lacteos Terminados y Liberados

ING.	ANA. LÍQUIDA	SE. ALIC. MEDICADO	FABRI.	TR. DE LACTE	GRASA	VALOR	MIL. L. S. E. O.		MIL. L. S. E.		MIL. L. S. E.		MIL. L. S. E.		L.P.F. - LACTE LIBERADO (KGS)	L.P.F. - LACTE LIBERADO (KGS)	L.P.F. - LACTE LIBERADO (KGS)
							1	2	1	2	1	2	1	2			
1	3	N.A.	1088	L.F.J.	PS		3.5	5	3.03	1.0300	3.05	8.40	11.53	1.30	N.A.	N.A.	N.A.
1	3	N.A.	1089	L.F.J.	PS		3.5	5	3.02	1.0303	3.18	8.50	11.76	1.30	N.A.	N.A.	N.A.
1	3	N.A.	1090	L.F.J.	PS		4.5	5	3.04	1.0301	3.03	8.50	11.53	1.30	N.A.	N.A.	N.A.
1	3	N.A.	1091	L.F.J.	PS		3	5	3.02	1.0306	3.04	8.63	11.66	1.29	N.A.	N.A.	N.A.
1	3	N.A.	1092	L.F.J.	PS		6	4	3.01	1.0298	3.10	8.44	11.54	1.30	N.A.	N.A.	N.A.
1	3	N.A.	1093	L.F.J.	PS		3	5	3.01	1.0307	3.04	8.65	11.69	1.35	N.A.	N.A.	N.A.
1	3	N.A.	1094	L.F.J.	PS		3.5	5	3.10	1.0311	3.07	8.75	11.81	1.39	N.A.	N.A.	N.A.
2	1	N.A.	1094	L.F.J.	PS		4	5	3.05	1.0308	3.10	8.66	11.78	1.35	N.A.	N.A.	N.A.
2	1	N.A.	1095	L.F.J.	PS		5.5	5	3.00	1.0300	3.10	8.40	11.59	1.35	N.A.	N.A.	N.A.
2	1	N.A.	1096	L.F.J.	PS		5	5	3.00	1.0301	3.07	8.51	11.59	1.35	N.A.	N.A.	N.A.
2	1	N.A.	1097	L.F.J.	PS		5.5	5	3.11	1.0312	3.00	8.77	11.77	1.30	N.A.	N.A.	N.A.
2	1	N.A.	1098	L.F.J.	PS		5.5	5	3.05	1.0305	3.42	8.67	12.08	1.05	N.A.	N.A.	N.A.
2	1	N.A.	1099	L.F.J.	PS		5.5	5	3.00	1.0300	3.10	8.40	11.58	1.35	N.A.	N.A.	N.A.
2	1	N.A.	1100	L.F.J.	PS		3	5	3.01	1.0307	3.01	8.65	11.66	1.29	N.A.	N.A.	N.A.

Inicio mejora presentación... Microsoft Excel - me... Documental - Micro... 08:33 Domingo

Figura 16.- Reporte diario de liberación de leche FRISIA

Inicio Anterior Zoom Imprimir... Configurar... Márgenes Saltos de página Cerrar Ayuda

SEDESOL

LICONSA S.A. DE C.V.
 COMERCIALIZADORA DE LECHE
 DEPARTAMENTO DE CONTROL DE CALIDAD
REPORTE DIARIO DE LECHE FRISIA

FECHA: 22-04-05

L.P.F. - Lacteos Desempeñados y Liberados, L.P.F. - Lacteos Terminados y Liberados

ING.	ANA. LÍQUIDA	SE. ALIC. MEDICADO	FABRI.	TR. DE LACTE	GRASA	VALOR	MIL. L. S. E. O.		MIL. L. S. E.		MIL. L. S. E.		MIL. L. S. E.		L.P.F. - LACTE LIBERADO (KGS)	L.P.F. - LACTE LIBERADO (KGS)	L.P.F. - LACTE LIBERADO (KGS)
							1	2	1	2	1	2	1	2			
3	2	00:50	1203	FRISIA	PS	19500	3	5	3.01	1.0300	3.00	8.88	11.69	1.40	N.A.	-0.531	
1	3	N.A.	N.A.	FRISIA	PS	N.A.	4	5	3.03	1.0307	3.05	8.64	11.69	1.30	N.A.	-0.531	

Inicio mejora presentación... Microsoft Excel - me... Documental - Micro... 08:34 Domingo



Figura 17.- Módulo de respaldo de información por turno.

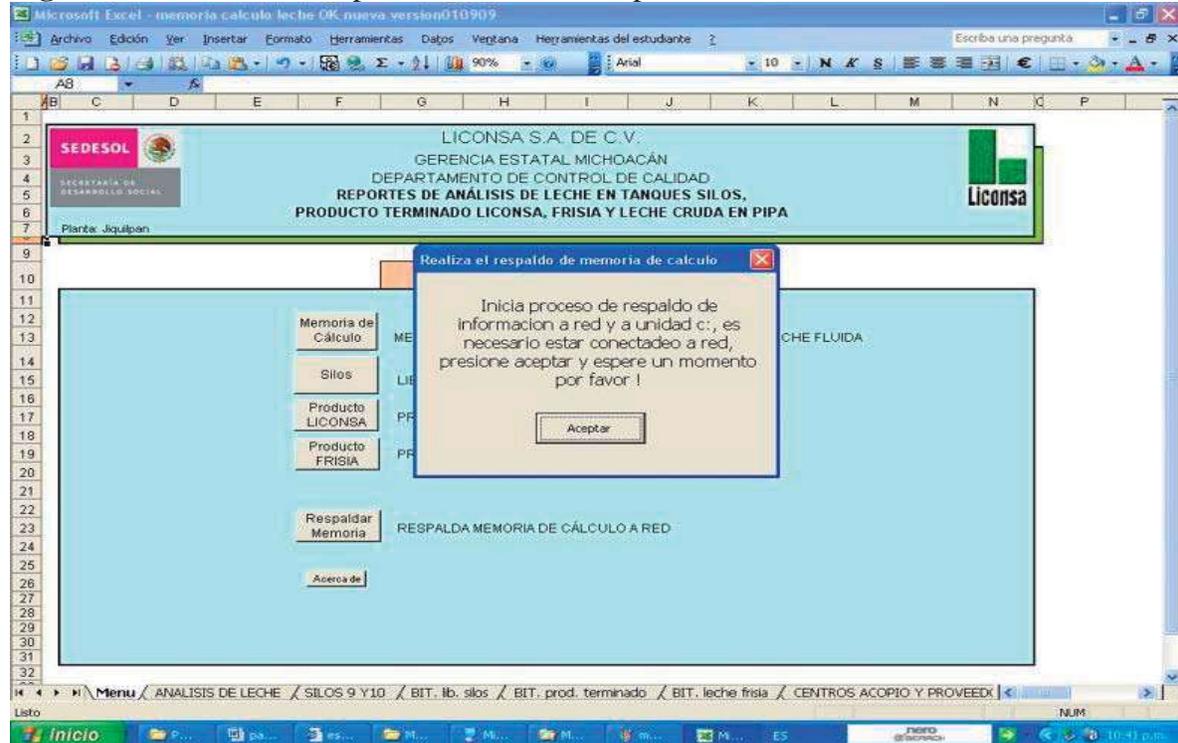
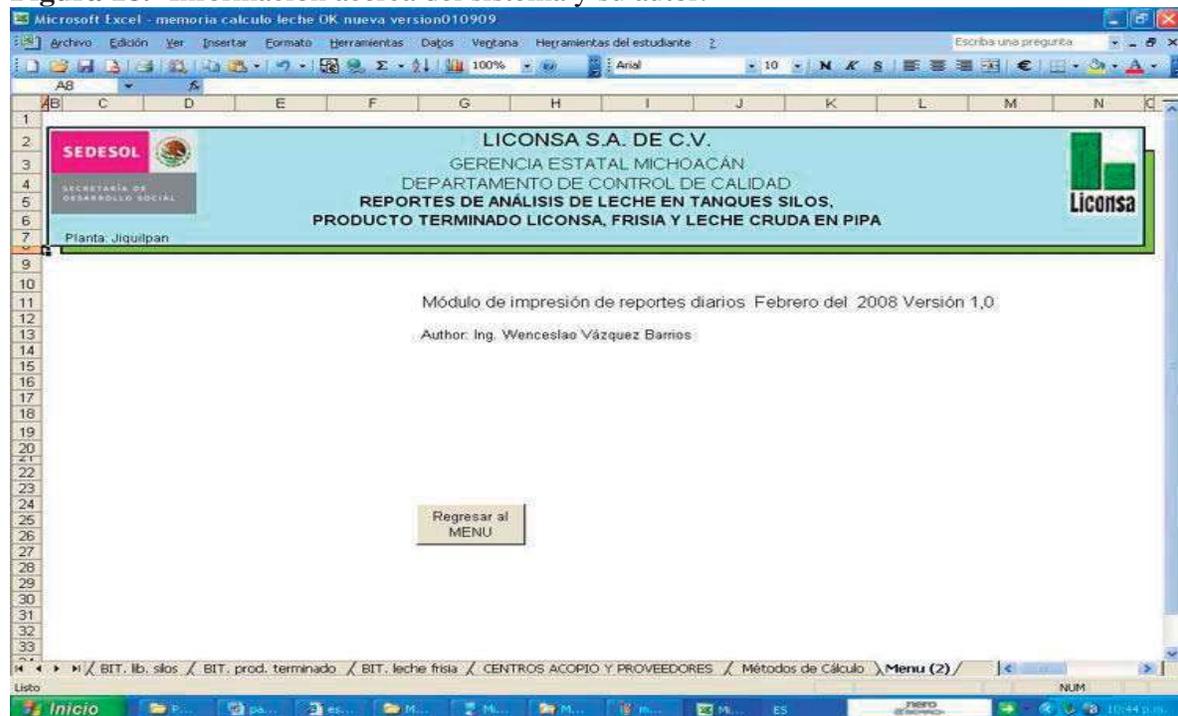


Figura 18.- Información acerca del sistema y su autor.





ETAPA II, GENERACIÓN DE LA BASE DE DATOS A PARTIR DE LAS MEMORIAS DE CÁLCULO DIARIAS, PROCESAMIENTO DE INFORMACIÓN POR PERÍODO E IMPRESIÓN DE GRÁFICAS DE PARA ANÁLISIS DE DATOS (DESVIACIONES DE LA ESPECIFICACIÓN DE ACUERDO A LOS LÍMITES DE CONTROL).

Desarrollo del módulo de Administración de la Información:

Este módulo se diseñó considerando que se cuenta con la información diaria y validada de las memorias diarias de cálculo y se dividió en:

- 1.- Altas y bajas de memoria de cálculo diaria: aquí se agrega a la base de datos las memorias de cálculo, también se pueden eliminar memorias de cálculo si hubiese necesidad de reemplazar algún día procesado.
- 2.- Procesar información por periodo: este módulo se encarga de procesar la información de un periodo específico y llena las tablas correspondientes para su posterior manejo en gráficas o reportes.
- 3.- Reportes de calidad Semanales, Mensuales: Genera el reporte de calidad.
- 4.- Gráficas de comportamiento en la determinación de los análisis: Emite Gráficas de Grasa, Proteínas, Temperatura, Sólidos no grasos y Densidad.
- 5.- Respaldo de información: respalda las bases de datos a disco local o a unidad de red.



Figura 19.- Módulo de Administración de la información

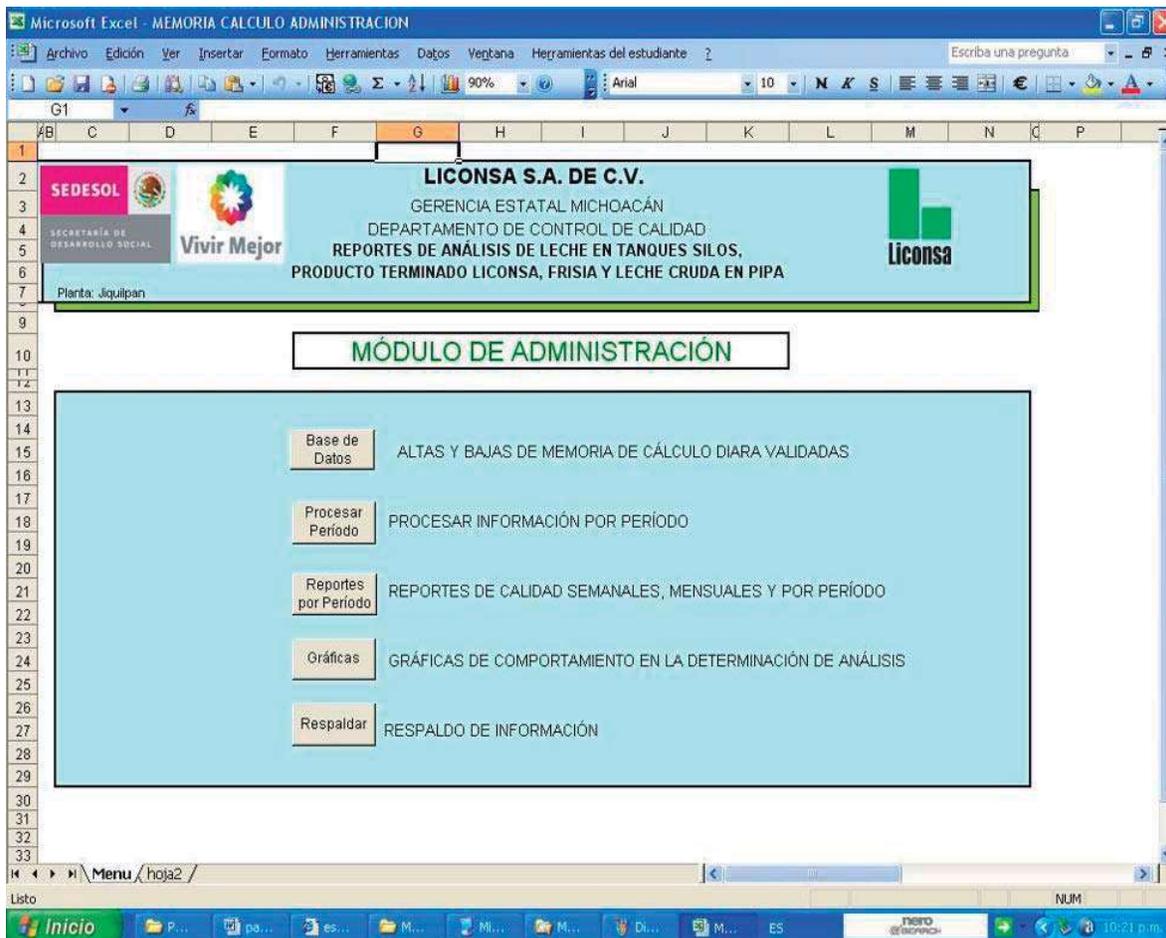




Figura 20.- Alta diaria de memoria de cálculo ya validada.

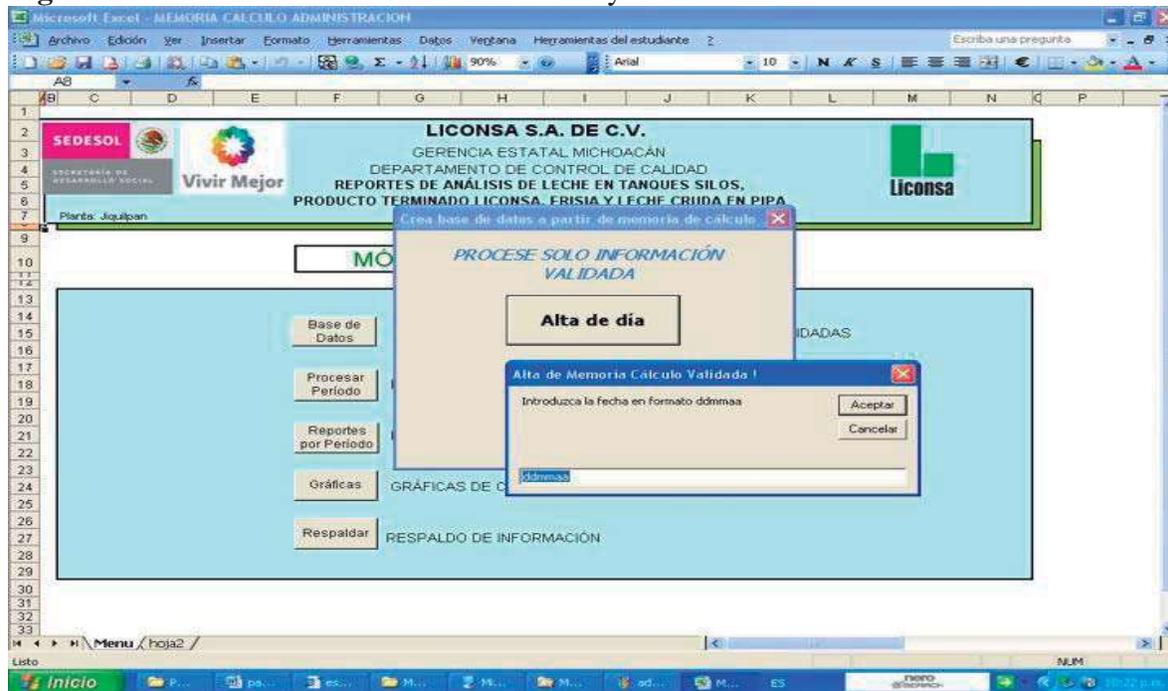


Figura 21.- Baja de memoria de cálculo.

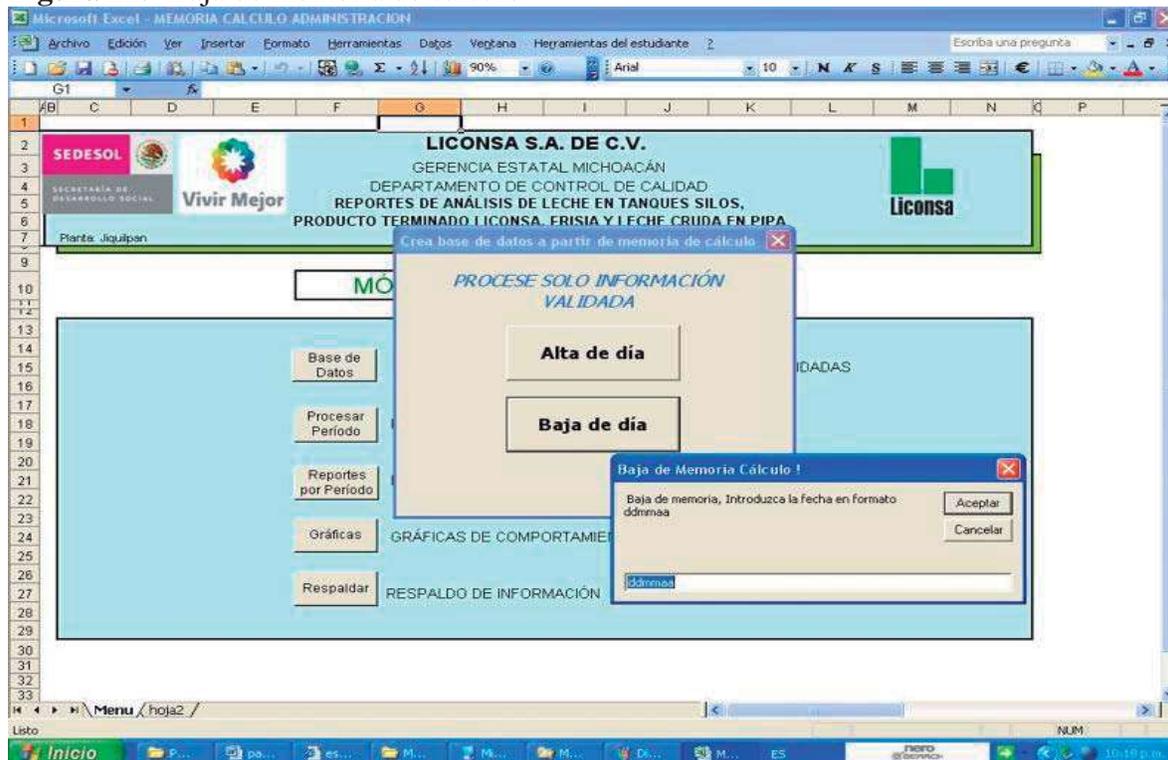




Figura 22.- Procesa información de un período de trabajo

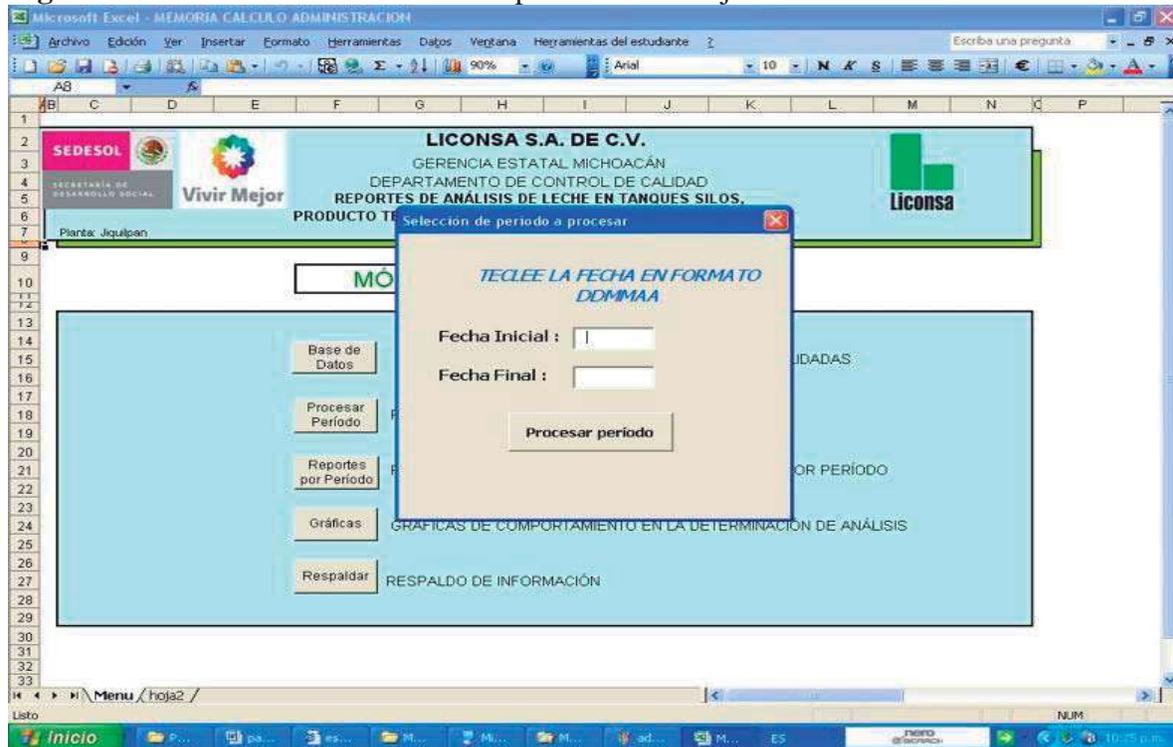


Figura 23.- Emite el reporte de calidad por período.

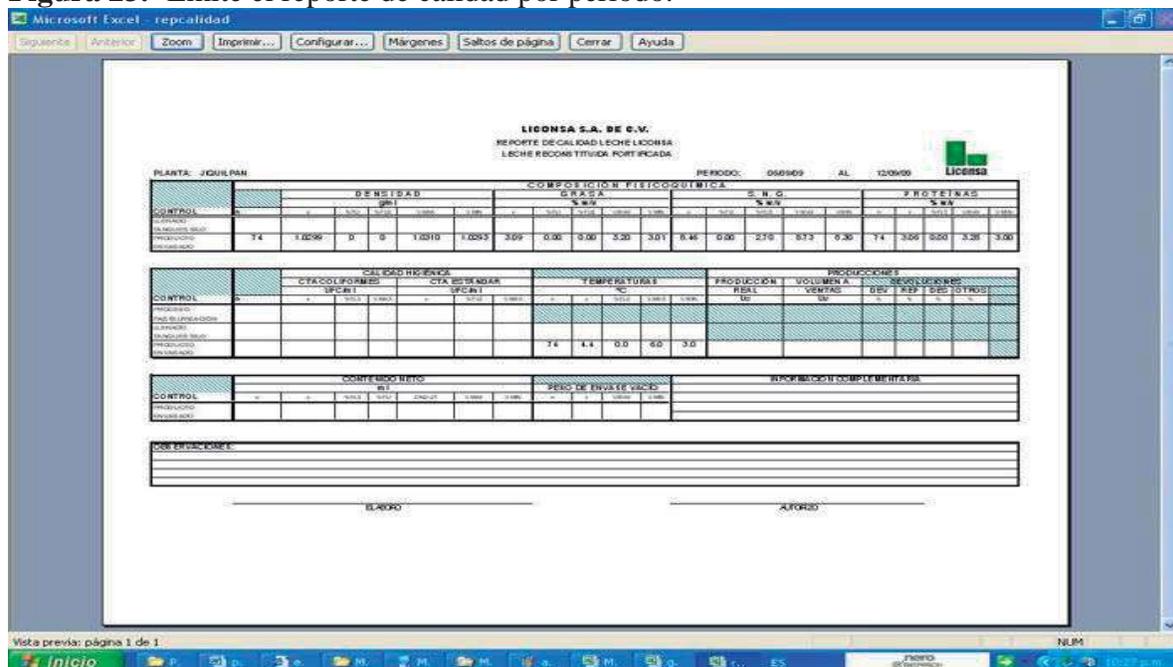




Figura 24.- Emite gráficas

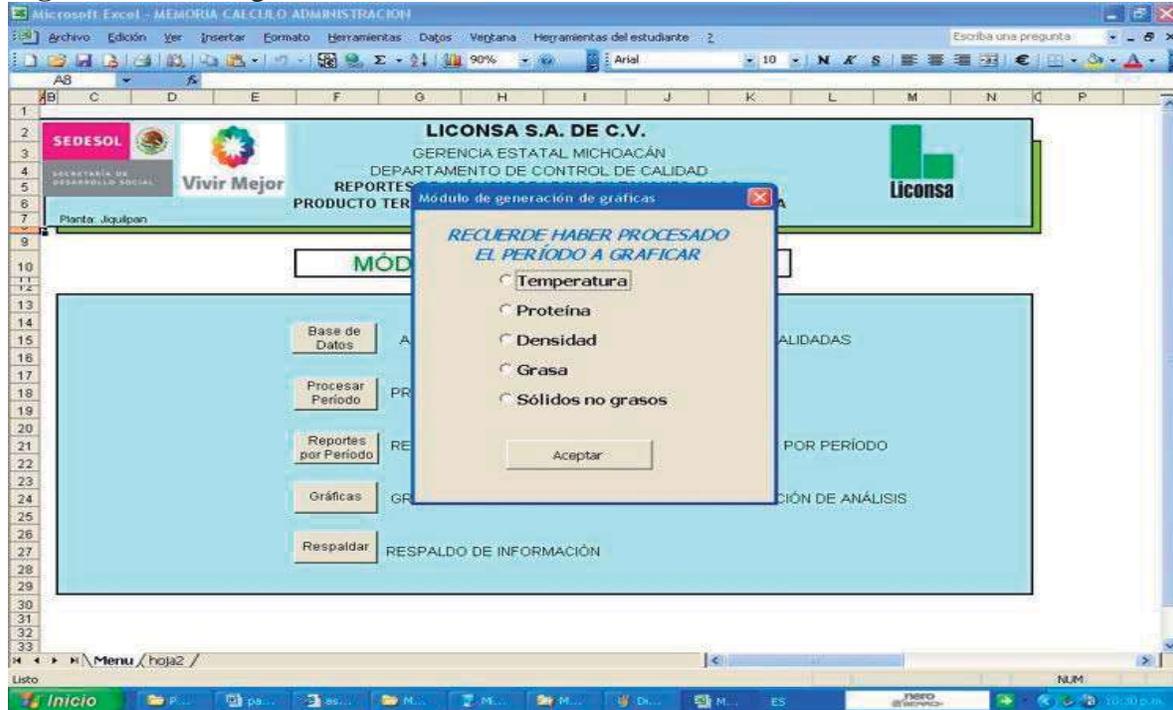


Figura 25.- Emite gráfica del comportamiento de la temperatura del producto terminado.

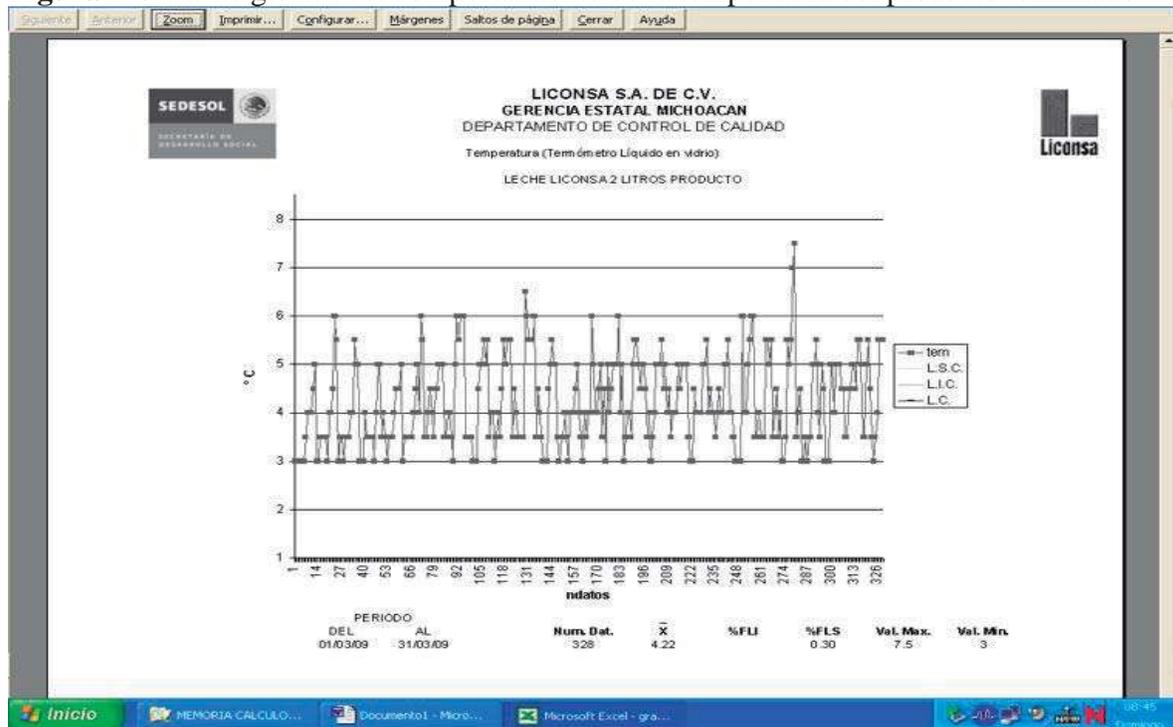




Figura 26.- Emite gráfica del comportamiento de la proteína del producto terminado

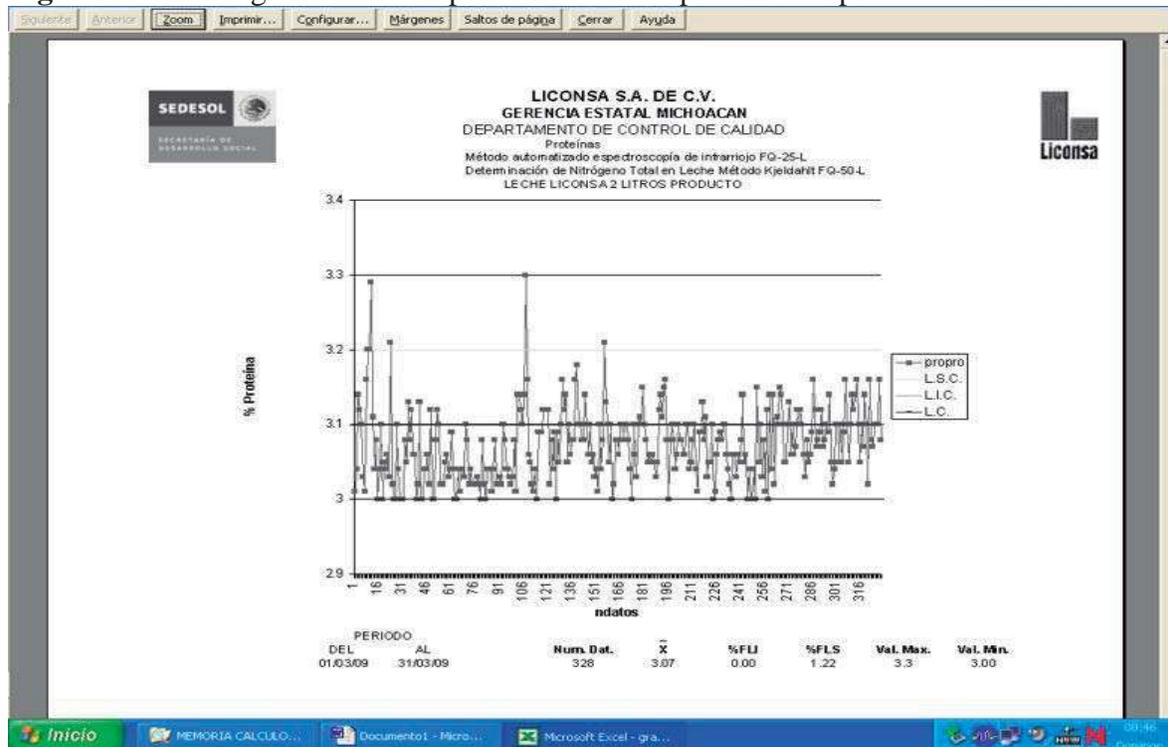


Figura 27.- Emite gráfica del comportamiento de la densidad del producto terminado

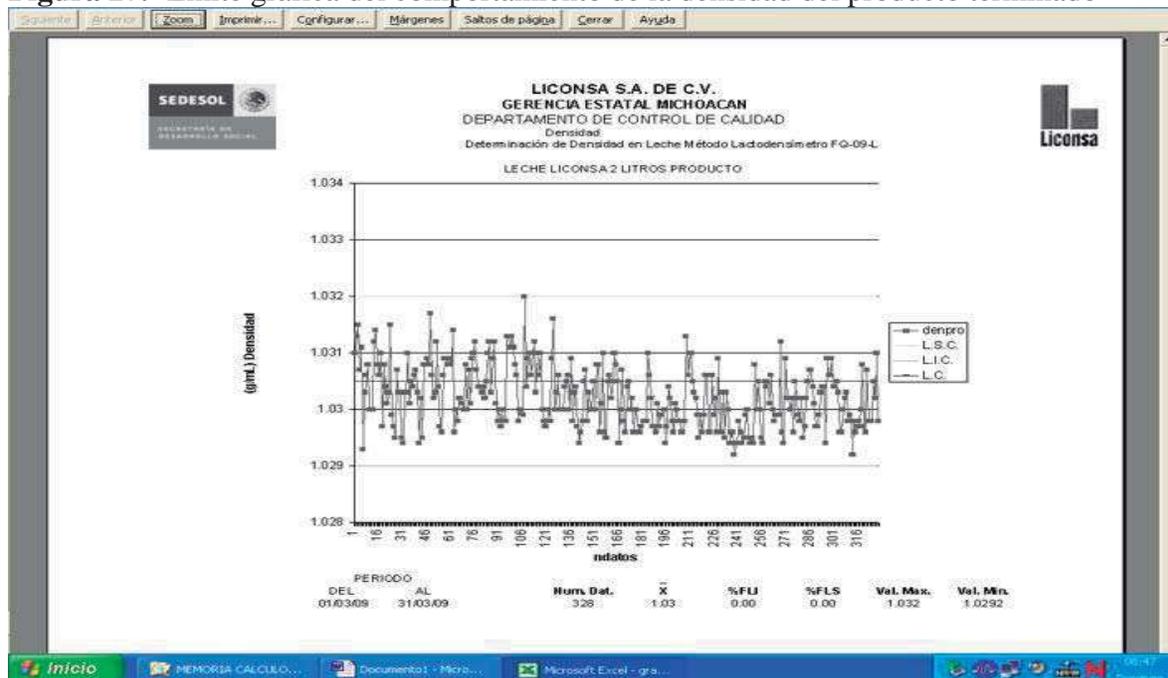




Figura 28.- Emite gráfica del comportamiento de la Grasa del producto terminado

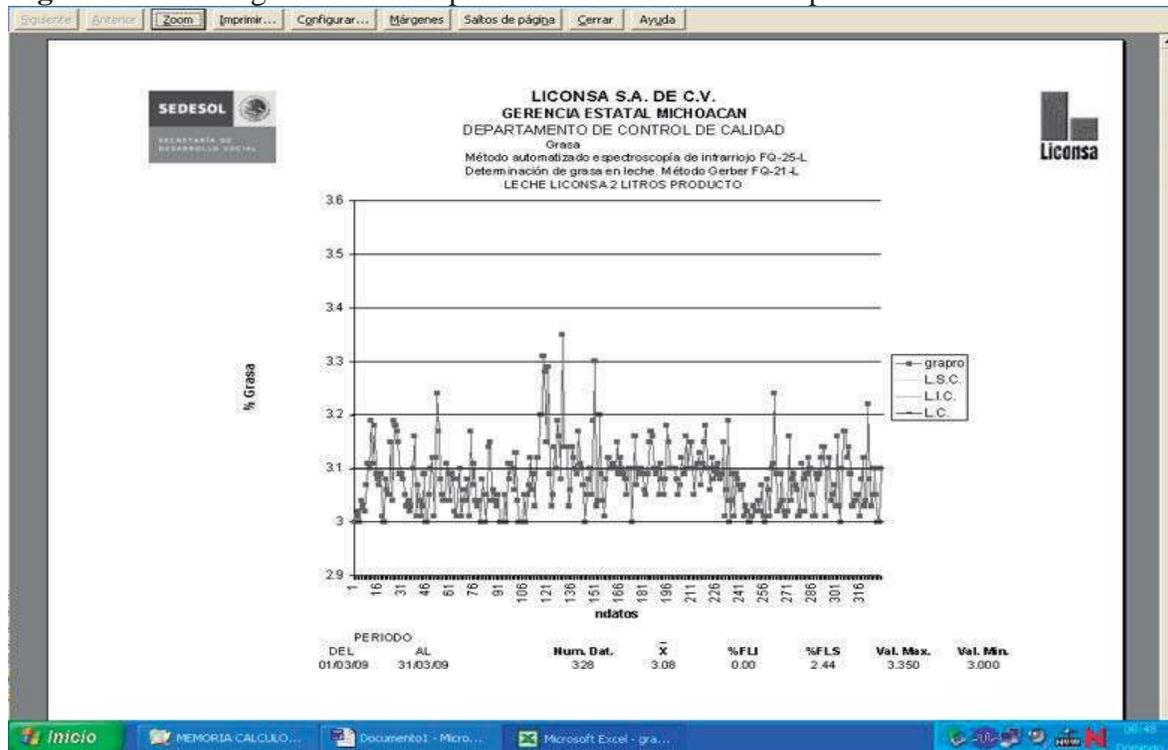
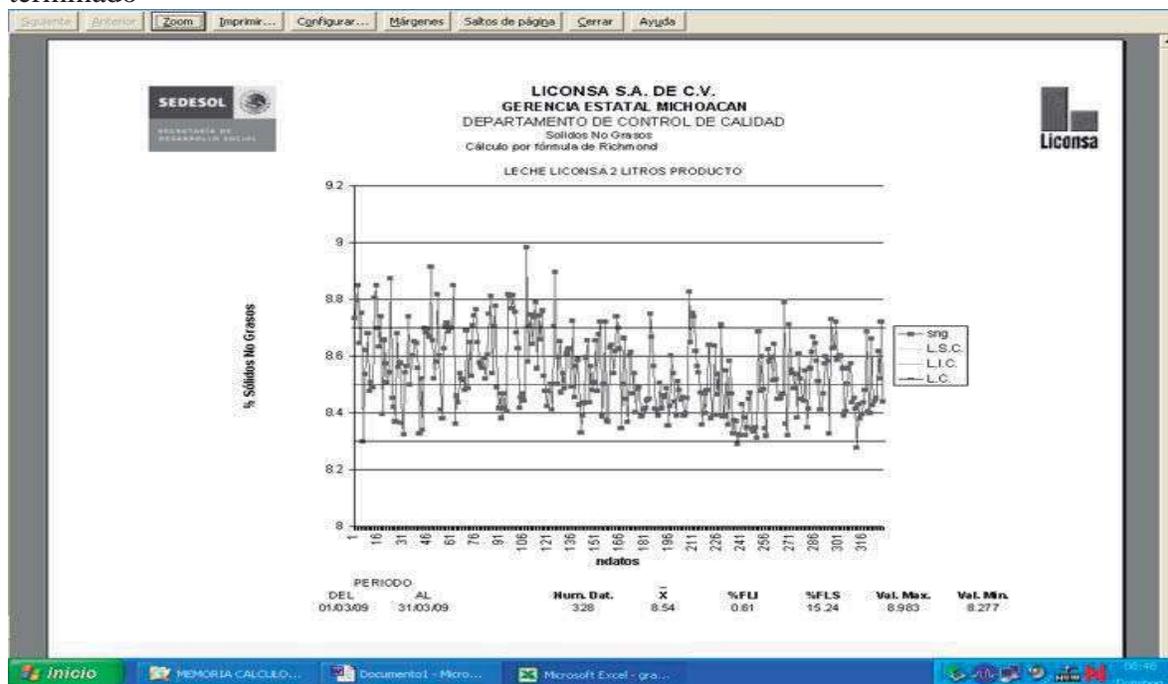


Figura 29.- Emite gráfica del comportamiento de los sólidos no grasos del producto terminado





Los límites de control de estas variables expresadas en las gráficas son:

Tabla 14.- Límites de control temperatura, proteínas, densidad, grasa y sólidos no grasos.

Componente	Límite inferior de control	Límite superior de control	Límite de control
Temperatura			Máx. 6.0 °C
Proteínas	3.0 %	3.2 %	3.1 %
Densidad	1.029 g/L	1.032 g/L	1.0305 g/L
Grasa	3.0 %	3.2 %	3.1 %
Sólidos no Grasos	8.3 %	8.7 %	8.5 %



IV. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El sistema cumple y supera las expectativas descritas en el objetivo del proyecto, en el que se plantea desarrollar un sistema de cómputo, **en el que se registren los resultados de los análisis fisicoquímicos que el Laboratorio de Control de Calidad de Liconsa, S.A. de C.V., Michoacán, realiza a leche fluida como materia prima, producto en proceso y producto terminado (leche cruda o reconstituida, pasteurizada y envasada).**

Como se observa en las gráficas mensuales de temperatura, proteínas, densidad, grasa y sólidos no grasos, los valores de estas variables se encuentran en los límites de control de acuerdo con la **tabla 14.**

Lo anterior es la evidencia documental del apego a las especificaciones establecidas por Liconsa S.A. de C.V. y se demuestra el control de los valores de los componentes de la leche Liconsa, como producto terminado.



V. CONCLUSIÓN Y SUGERENCIAS

CONCLUSIÓN:

De acuerdo con los resultados en la operación del sistema se observa las siguientes mejoras:

-Es posible la rastreabilidad de la leche desde su recepción o reconstitución hasta el producto terminado.

-Ahorro en tiempo de captura en la liberación de silos, de producto terminado, de pipas y frisia de aproximadamente 2 h/hombre por día.

-No se recaptura los resultados para el informe diario de silos y producto estos reportes se emiten en el módulo de diario.

-No es necesario que se recapturen los datos de los silos y productos en el SICOCA (Sistema de Control de Calidad), ya que el módulo de administración de información genera los informes completos y con información adicional.

-No es necesario su registro en bitácoras de los cálculos por duplicados en las bitácoras para silos, producto y leche frisia ya que toda la información de la memoria de cálculo es impresa en el reporte memoria de cálculo de liberación de silos, producto terminado, y recepción de leche fresca GEM-PCCA-02 R05 y además es cargada en la base de datos.

-La posibilidad de error de cálculo por el uso de calculadora se reduce bastante al realizar los cálculos de manera automática.

-Se apega a las normas de calidad ISO 9001:2000 (17), NMX-EC-17025-IMNC-2006 (18) y a los criterios de aplicación de la ema de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 (18).

SE SUGIERE:

-Incluir al área de producción para que registre sus solicitudes a través de la memoria de cálculo diaria, ya que los datos del total de litros a producir, hora de solicitud, tipo de leche, origen de leche, y silo de pasteurizado son determinados por esta área.

-Incluir el registro electrónico de las determinaciones microbiológicas de manera similar al registro de la memoria de cálculo de análisis fisicoquímicos.



BIBLIOGRAFÍA

- 1.- Fundamentos de Bases de Datos.
Henry F. Korth, Abraham Silberschatz.
Mc Graw Hill, Segunda Edición, 1993.
- 2.- Diseño de Sistemas de Información.
Teoría y Práctica.
Burch –Grudnitski
Editorial Limusa, 1994.
- 3.- Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003 Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado- Denominación, Especificaciones Fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.
- 4.- Oficial Méthods of Análisis of AOAC Internacional, 17^a edición, 1^a revisión, 2002.
- 5.- Norma Oficial Mexicana NOM-086-SSA1-1994, Bienes y Servicios. Alimentos y bebidas no alcohólicas con modificaciones en su composición. Especificaciones nutrimentales. APÉNDICE NORMATIVO C – DE LOS METODOS DE PRUEBA.
- 6.- Norma Mexicana NMX-F-608-NORMEX-2002, Alimentos- Determinación de proteínas en alimentos.- Método de prueba.
- 7.-Oficial Méthods of Análisis of AOAC Internacional, 17^a edición, 1^a revisión, 2002.
- 8.-Norma Oficial Mexicana NOM-131-SSA1-1995, Bienes y Servicios. Alimentos para lactantes y niños de corta edad. Disposiciones y especificaciones sanitarias y nutrimentales. APÉNDICE NORMATIVO B – DE LOS METODOS DE PRUEBA. Determinación de proteína cruda (método kjeldahl).
- 9.-Oficial Méthods of Análisis of AOAC Internacional, 18^a edición, 1^a revisión, 2006, Method 930.30.
- 10.-Norma Oficial Mexicana NOM-184-SSA1-2002, Productos y servicios. Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado. Especificaciones sanitarias.
- 11.-Norma Mexicana NMX-F-204-1986 Alimentos-Lácteos- Determinación de partículas quemadas en leche en polvo.
- 12.-Norma Mexicana NMX-F-183-1986 Alimentos-Lácteos- Determinación del Índice de insolubilidad en leche en polvo.



13.-Norma Oficial Mexicana NOM-131-SSA1-1995, Bienes y Servicios. Alimentos para lactantes y niños de corta edad. Disposiciones y especificaciones sanitarias y nutrimentales. Determinación de ácido ascórbico (vitamina C), Pág. 69.

14.-Norma Oficial Mexicana NOM-117-SSA1-1994, Bienes servicios, Métodos de prueba para la determinación de cadmio arsénico, plomo, estaño, cobre, hierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrometría de adsorción atómica.

15.-Norma Oficial Mexicana NOM-116-SSA1-1994, Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico. Método por grasa o arena.

16.- Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis. Homogenization Efficiency.
Editor by Foster Dee Snell and Leslie S. Ettre.
Interscience Publishers.
Division of John Wiley & Sons, Inc
New York. London. Sydney. Toronto 1972
Volume 16, pag. 133.

17.-NMX-CC-9001-IMNC-2000 sistemas de gestión de la calidad-requisitos IMNC, 2000.

18.-NMX-EC-17025-IMNC-2006 requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración IMNC, 2006.



APÉNDICES

APÉNDICE A)

ESPECIFICACIONES:

NORMA DE CALIDAD DE LA LECHE CRUDA

La leche cruda, debe cumplir con las siguientes especificaciones:

PARÁMETRO	ESPECIFICACIONES	
	LECHE ENTERA	LECHE DESCREMADA
Prueba de alcohol 68% a 70% en peso ó 75 -78% en volumen	Negativa	Negativa
Acidez (expresada como ácido láctico)	Mín. 1,3 – Máx. 1,6 g/L	Mín. 1,3 – Máx. 1,6 g/L
Grasa propia de la leche	Mínimo 30 g/L	0 g/L
Punto crioscópico	-0,530 a -0,560°H	-0,530 a -0,560°H
Densidad (15 °C)	Mínimo 1.0295 g/mL	Mínimo 1.031 g/mL
Reductasa	Mínimo 120 minutos	Mínimo 120 minutos
Antibióticos (Inhibidores bacterianos)	Negativo	Negativo
Proteínas	Mínimo 30 g/L	Mínimo 31 g/L
Relación caseína/proteína	Mínimo 70%	Mínimo 70%
Prueba de Limpieza	Ausente	Ausente
Prueba de cocción	Negativa, sin coagulación	Negativa, sin coagulación
Aflatoxina M 1	Máx. 0,5 µg/L	Máx. 0,5 µg/L
CONSERVADORES		
Peróxido de hidrógeno	Negativa	Negativa
Derivados clorados	Negativa	Negativa
Formaldehído	Negativa	Negativa
Sales cuaternarias de amonio	Negativa	Negativa
NEUTRALIZANTES		
Compuestos alcalinos	Negativa	Negativa
ADULTERANTES		
Suero de quesería	Ausente	Ausente
Grasas vegetales	Ausente	Ausente

Nota: En el caso de la leche de centro de acopio propiedad de LICONSA para su aceptación y procesamiento en las plantas, solo se deberá considerar la prueba de cocción.

Referencia: Considerando lo indicado en el Reglamento de Control Sanitario de Productos y Servicios, NOM-F-700-COFOCAL-EC-2004 NOM-184-SSA1-2002 y NOM-155-SCFI-2003.



NORMA DE CALIDAD	
LECHE CON GRASA VEGETAL PASTEURIZADA, FORTIFICADA CON HIERRO, ZINC, ACIDO FOLICO Y VITAMINAS	
PARÁMETROS	ESPECIFICACIONES
Características Sensoriales	
El examen organoléptico es requisito indispensable para la liberación.	
Aspecto	El aspecto de la solución debe ser homogénea sin separación de grasa, ni coagulación de proteína.
Olor y Sabor	Frescos y agradables, no ácido, ni a sebo, ni a grasa, etc.
Color	Característico.
Especificaciones Físicoquímicas	
Grasa	Mín. 30,0 g/L
Sólidos no grasos	Mín. 83,0 g/L
Proteínas	Mín. 30,0 g/L
Densidad (15°C)	Mín. 1,0293 g/mL
Acidez en leche pasteurizada (expresada como ácido láctico)	0,9 a 1,5 g/L
Punto crioscópico	-----
Lactosa	43,0 – 50,0 g/L
Relación caseína proteína	Mín. 70 %
Fosfataza	Máx 4,0 UF/mL
Metales pesados	Arsénico (As) Mercurio (Hg) Plomo (Pb)
	Máx. 0,20 mg/kg Máx. 0,05 mg/kg Máx. 0,10 mg/kg
Especificaciones de Vitaminas	
Vitamina A equivalente de retinol	600,0 µg/L
Vitamina D	5,0 µg/L
Vitamina B2/Riboflavina	1,1 – 1,5 mg/L
Vitamina B12/Cianocobalamina	1,0 - 1,3 µg/L
Ácido fólico	74,0 – 82,0 µg/L
Hierro	12,0 – 14,0 mg/L
Zinc	12,0 – 14,0 mg/L
Especificaciones Microbiológicas	
Organismos Coliformes totales (en planta)	Máx 10 UFC/mL
Organismos Coliformes totales (en punto de venta)	Máx 20 UFC/mL
Salmoneila sp	Ausente/25 mL
Enterotoxina estafilococcica	Negativa
Listeria monocitógenos	Ausente/25 mL
Aflatoxina M1	Máx. 0,5 µg/L



NORMAS DE CALIDAD

En concordancia con las Normas: NOM-155-SCFI-2003 y NOM-184- SSA1-2002

PARÁMETROS	NORMA DE CALIDAD		
	LECHE ENTERA PASTEURIZADA FRÍSA	LECHE ENTERA PASTEURIZADA FORTIFICADA CON HIERRO, ZINC, ACIDO FOLICO Y VITAMINAS	
	ESPECIFICACIONES		
Características Sensoriales			
El examen organoléptico es requisito indispensable para la liberación.			
Aspecto	El aspecto de la solución debe ser homogénea sin separación de grasa, ni coagulación de proteína.		
Olor y Sabor	Frescos y agradables, no ácido, ni a sebo, ni a grasa, etc.		
Color	Característico.		
Especificaciones Fisicoquímicas			
Grasa	Min. 30,0 g/L	Min. 30,0 g/L	
Sólidos no grasos	Min. 83,0 g/L	Min. 83,0 g/L	
Proteínas	Min. 30,0 g/L	Min. 30,0 g/L	
Densidad (15°C)	Min. 1,0290 g/mL	Min. 1,0290 g/mL	
Acidez en leche pasteurizada (expresada como ácido láctico)	1,3 a 1,7 g/L	1,3 a 1,7 g/L	
Punto crioscópico	- 0,530 a - 0,560 °H	- 0,530 a - 0,560 °H	
Lactosa	43,0 - 50,0 g/L	43,0 - 50,0 g/L	
Relación caseína proteína	Min. 70 %	Min. 70 %	
Fosfatasa	Máx. 4,0 UF/mL	Máx. 4,0 UF/mL	
Metales pesados	Arsénico (As)	Máx. 0,20 mg/kg	Máx. 0,20 mg/kg
	Mercurio (Hg)	Máx. 0,05 mg/kg	Máx. 0,05 mg/kg
	Plomo (Pb)	Máx. 0,10 mg/kg	Máx. 0,10 mg/kg
Especificaciones de Vitaminas			
Vitamina A equivalente de retinol (propia de la leche)	450,0 µg/L	450,0 µg/L	
Vitamina D (propia de la leche)	6,0 µg/L	5,0 µg/L	
Vitamina B2/Riboflavina	****	1,1 - 1,5 mg/L	
Vitamina B12/Cianocobalamina	****	1,0 - 1,3 µg/L	
Ácido fólico	****	74,0 - 82,0 µg/L	
Hierro	****	12,0 - 14,0 mg/L	
Zinc	****	12,0 - 14,0 mg/L	
Especificaciones Microbiológicas			
Organismos Coliformes totales (en planta)	Máx. 10 UFC/mL		
Organismos Coliformes totales (en punto de venta)	Máx. 20 UFC/mL		
Salmonella sp	Ausente/25 mL		
Enterotoxina estafilocócica	Negativa		
Listeria monocitógenas	Ausente/25 mL		
Aflatoxina M1	Máx. 0,50 µg/L		



APÉNDICE B)

MÉTODOS ANALÍTICOS LECHE EN POLVO:

DETERMINACIÓN DE ACIDEZ EN LECHE MÉTODO: TITULACIÓN ÁCIDO-BASE

OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para la determinación de acidez en leche, expresada como ácido láctico.

ALCANCE

Este método establece el procedimiento para la determinación en leche en polvo (materia prima y producto terminado).

FUNDAMENTO

La acidez normal de la leche se debe principalmente a su contenido de caseína (0.05 a 0.08%) y de fosfatos; también contribuyen en menor proporción, el dióxido de carbono (0.01 a 0.02%), citratos (0.01%) y albúmina (menos de 0.001%).

La acidez de la leche se determina por medio de una titulación con hidróxido de sodio 0.1N, utilizando fenolftaleína como indicador o en su caso, utilizando un potenciómetro para detectar el punto final de la titulación, pH de 8.3.

DEFINICIÓN

Acidez: Se conoce como acidez de la leche al resultado de una valoración, (mililitros de hidróxido de sodio 0.1N requeridos para neutralizar una cantidad dada de leche, usando fenolftaleína como indicador).

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

LECHE EN POLVO

En caso de requerir homogenizar la muestra de leche en polvo, trasvasarla a un recipiente o bolsa, adecuado y seco (con sierre), de capacidad aproximada del doble del volumen de la muestra. Cerrar inmediatamente el recipiente y mezclar cuidadosamente el contenido mediante agitación y giros repetidos del mismo.

Pesar 10 g de leche descremada en polvo ó 13 g de leche entera en polvo en un matraz erlenmeyer o vaso de precipitado. Adicionar 100 g de agua hervida y fría libre de CO₂ y agitar vigorosamente hasta completa disolución de la muestra.

Dejar reposar la muestra por aproximadamente 1 hora.

DESARROLLO

Leche con grasa vegetal (Ver nota)	Leche en Polvo
Medir 20 mL de muestra con pipeta volumétrica en un recipiente	De la leche rehidratada, pesar 20 g de muestra en un recipiente adecuado



adecuado para su titulación, adicionar 40 mL de agua libre de CO₂ recién preparada.

para su titulación y adicionar 40 g de agua libre de CO₂ recién preparada.

En todos los casos realizar el análisis por duplicado, adicionar 2 mL de fenolftaleína al 1%, agitar lentamente con movimientos circulares suavemente y valorar con hidróxido de sodio 0.1N hasta la aparición de un color rosado que persista cuando menos 1 minuto.

Verificar el punto final de la titulación con potenciómetro a pH de 8.3 (considerando que el pH del vire de la fenolftaleína es de 8.3). En el caso de no contar con potenciómetro, se puede preparar un control de color con cloruro ó acetato de rosanilino.

EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Leche en Polvo

$$\text{Acidez (\% de ácido láctico)} = \frac{V * N * 0.090 * 100}{M}$$

Donde:

V= mL de hidróxido de sodio gastado en la titulación de la muestra.

N= Normalidad del hidróxido de sodio.

0.090= Miliequivalente del ácido láctico.

M= Volumen de la muestra en mililitros.

El resultado de la prueba se obtiene al promediar los datos individuales del duplicado.

CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

En la expresión de g/L, la diferencia entre los duplicados no debe exceder de 0.1 mL de hidróxido de sodio gastado para titular la muestra.

En la expresión de % de ácido láctico, la diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas, no debe exceder de 0.005% de acidez titulable.

REFERENCIAS

Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003 Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado- Denominación, Especificaciones Fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.



DETERMINACIÓN DE DENSIDAD EN LECHE MÉTODO DEL LACTODENSÍMETRO

OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para determinar la densidad e la leche fluida, aplicable a la leche fluida como materia prima y producto terminado.

FUNDAMENTO

Se basa en la determinación de la densidad o peso específico de la leche utilizando el lactodensímetro. Haciendo la lectura a 15 °C, también puede efectuarse a otras temperaturas pero corrigiendo la lectura a 15 °C.

La técnica del lactodensímetro sigue el principio de Arquímedes, que indica que todo cuerpo sumergido en el seno de un líquido recibirá un empuje equivalente a su peso.

DEFINICIÓN:

La densidad o peso específico es una propiedad física de al materia y se define como la relación a una temperatura dada de la masa “m” de un sustancia a su volumen “v” (**Densidad = m/v**); es decir es el peso de un litro expresado en kilogramos.

MATERIALES:

- Probeta de vidrio, plástico o metal, de 500 mL.
- Lactodensímetro Quévenne o similar verificado.
- Termómetro calibrado o verificado.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Agitar la muestra varias veces con el fin de homogeneizar bien la leche, evitando formar espuma, verterla en un vaso de precipitados en calentarla en baño maría a 40 °C agitando la leche constantemente. Mantener esta temperatura por 5 minutos (no calentar directamente sobre la llama de gas o parrilla eléctrica), para incorporar la grasa o cualquier otro constituyente que haya podido separarse. Enfriar inmediatamente a 15 ± 2 °C.

DESARROLLO

Se vierte la muestra de leche previamente homogeneizada en la probeta (hacer pasar la muestra una o dos veces de un recipiente a otro) sobre una superficie plana y horizontal, llenándola completamente, evitando la formación de espuma. Introducir el lactodensímetro en la parte central teniendo cuidado de no tocar las paredes internas de la probeta; transcurridos aproximadamente 30 segundos hacer la lectura en la escala correspondiente, evitando error de paralaje.



Corregir la lectura del lactodensímetro de acuerdo con la temperatura de la leche al tiempo de la medición. La lectura correspondiente a la escala está considerada para determinaciones a 15 °C.

Sumar 0.0002 por cada grado mayor de 15 °C y restar 0.0002 por cada grado menor de 15 °C.

Nota: Cuando se utiliza el lactodensímetro de Quévenne, la escala de graduación indica las milésimas por agregar a la unidad (1.000) por cada grado de temperatura superior o inferior a 15 °C; sumando o restando la cifra de 0.2 a la lectura obtenida.

Por ejemplo:

CORRECCIÓN POR TEMPERATURA

- 1) Si la lectura en la escala indica 32 y la temperatura fue de 16 °C, la densidad correspondiente en este caso será:

$$1.032 + 0.0002 = 1.0322$$

- 2) Si la lectura de la escala indica 31 y la temperatura fue de 10 °C, la densidad en este caso será:

$$1.031 - (0.0002 \cdot 5) = 1.031 - 0.0010 = 1.030$$

Además de la corrección de la lectura por efecto de la temperatura de la muestra, también se deberá aplicar el factor de corrección obtenido de la verificación del lactodensímetro.

REFERENCIAS

- Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003 Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado- Denominación, Especificaciones Fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.



DETERMINACIÓN DE GRASA EN LECHE EN POLVO MÉTODO MOJONNIER MODIFICADA

ALCANCE:

Se especifica el método de referencia como un método gravimétrico exacto y preciso, aplicable en la determinación del contenido de grasa en leche en polvo (materia prima y producto terminado).

FUNDAMENTO

La técnica Mojonnier es el método aceptado internacionalmente para la determinación de grasa en leche.

Se basa en la acción de los distintos reactivos empleados para permitir la extracción cuantitativa de la grasa.

El Amoniaco tiene por finalidad disolver las proteínas, romper los conglomerados lipoproteicos, modificar la capa superior de los glóbulos grasos y facilitar la disolución de los fosfátidos y de la grasa en el éter.

El Alcohol etílico deshidrata facilitando la disolución de los fosfátidos y lípidos en el éter, ayuda a la ruptura de los conglomerados de las lipoproteínas, facilita la mezcla del éter y la capa acuosa.

El Éter etílico disuelve los lípidos y lipoides liberados por el amoniaco y el alcohol, también puede disolver otras sustancias por la presencia de agua.

La Bencina de petróleo es menos hidrófila que el éter etílico, su papel consiste en separar el agua del éter y las sustancias que lleva en la solución (lactosa, sales minerales, etc.) en tanto los lipoides no se insolubilizan; si se emplea sola, daría resultados bajos, igual ocurre si se emplean ambos éteres mezclados al mismo tiempo.

PREPARACIÓN DE LA MEZCLA

Transferir la muestra de leche en polvo, en un recipiente con capacidad mínima del doble de la alícuota, mezclar íntimamente por rotación y agitar hasta obtener un producto homogéneo pesar inmediatamente.

DESARROLLO

1.- Antes de utilizar las cápsulas, estas deben ponerse a peso constante, para lo cual colocar las capsulas todo un día o todo una noche a 100 °C ó 120 °C en la estufa de secado, transcurrido el tiempo sacarlas, enfriarlas en desecador aproximadamente 1hr y pesar en balanza analítica.

2.- Volver a colocar las cápsulas durante una 1hr. en la estufa de secado a 100-120 °C, transcurrido el tiempo sacarlas, enfriarlos en el secados aproximadamente 1hr. y pesar en la balanza analítica.

3.- Repetir el punto no.2 cuántas veces sea necesario, hasta obtener el peso constante de las capsulas, es decir, el peso de las cápsulas no debe variar en más



de 0.0005 g, al menos en las últimas dos pesadas. Registrar la información del trabajo de ensayo en la bitácora correspondiente.

EXTRACCIÓN DE GRASA

- 1.- Pesar en el tubo de extracción Mojonnier seco, con precisión de 0.1g de muestra previamente homogenizada. Realizar el análisis por duplicado.
- 2.- Adicionar 10 mL de agua y agitar vigorosamente hasta disolución completa.
- 3.- Adicionar de 1 a 1.25 mL de Hidróxido de Amonio, tapar con tapón de corcho o de baquelita y calentar en baño de agua por 15 minutos a 60-70 °C, agitando ocasionalmente, enfriar y proceder con la adición de los siguientes reactivos:

PRIMERA EXTRACCIÓN

- 3 gotas de indicador para ayudar a apreciar la interfase de las capas éteres y acuosas durante la extracción.
- 10 mL de Alcohol (agitar durante 15 s).
- 25 mL de Éter Etílico (agitar 1 min).
- 25 mL de Éter de Petróleo (Agitar 1 min).

4.- Separar la capa etérea de la acuosa por centrifugación a 600 r.p.m. por un tiempo mayor o igual a 30 segundos a temperatura 25-29 °C y observe las fases. Cuando se usa la centrifuga del aparato mojonnier, centrifugar a 30 vueltas de la muestra por minuto en tres ocasiones consecutivas.

5.- Decantar la capa etérea en una cápsula de aluminio seca y a peso constante, cuidando de no verter sólidos suspendidos a fase acuosa.

6.- Después de cada decantación, el labio del tubo de extracción debe enjuagarse con una mezcla de solventes éter-etílico/éter de petróleo 50:50 y escurrir del enjuague a la cápsula.

7.- Evaporar los éteres decantados en la placa caliente del aparato o similar a temperatura suficientemente baja para evitar salpicaduras por ebullición, (menor o igual a 100 °C).

SEGUNDA EXTRACCIÓN

- 4 mL de Alcohol (agitar durante 15 s).
- 15 mL de Éter Etílico (agitar 1 min).
- 15 mL de Éter de Petróleo (Agitar 1 min).

8.- Centrifugar y decantar en la misma cápsula que se utilizó en la primera extracción evaporar los éteres.

TERCERA EXTRACCIÓN

(La tercera es para leche entera)



9.- Omitir la adición de alcohol y repetir el mismo procedimiento que para la segunda extracción. Centrifugar y decantar en la misma cápsula que se utilizó en las extracciones anteriores, evaporar los éteres completamente.

10.- Pasar la capsula a la estufa a 100 ± 1 °C hasta peso constante. Por un tiempo ≥ 30 min o a vacío en el aparato Mojonnier por ≥ 7 min. Enfriar en desecador y pesar.

11.- Correr en paralelo con la muestra en blanco de reactivos (siguiendo el mismo procedimiento), remplazar la muestra de leche con 10 mL de agua). Registrar el peso de cualquier residuo seco colectado y utilizar el valor en el cálculo. El residuo del blanco de reactivos debe ser < 0.0020 g (Ver las notas 2, 3 y 4 en el punto 13).

12.- Analizar en forma periódica una muestra control y aplicar los lineamientos establecidos en el procedimiento de aseguramiento de la calidad de los resultados.

NOTAS:

- Comprobar la presencia de peróxidos en el éter etílico (ISO/DIS 7208:1998) mediante el siguiente Procedimiento:
- Adicionar 1 mL de solución de ioduro de potasio (recientemente preparada con agua destilada libre de CO_2) a una concentración de 100 g/L, en un matraz erlenmeyer de 250 mL con tapón esmerilado conteniendo 10 mL de éter etílico, agitar vigorosamente durante 1 min, y observar la coloración de la solución la cual en presencia de peróxidos se torna de color amarillo y en ausencia incolora. En caso de detectar presencia de peróxidos proceder de acuerdo al procedimiento.
- El valor del residuo del blanco de reactivos, se debe restar del valor de la cápsula con grasa. En el caso de que el valor del blanco de reactivos sea mayor a 0.0020 g verificar cada uno de los reactivos utilizados y eliminar el que está causando el problema.

EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

CÁLCULOS: El resultado del ensayo se obtiene del valor promedio de los resultados de los duplicados:

$$\frac{\% \text{ Grasa} = (\text{B}-\text{A}) - (\text{C}) * 100}{\text{P}}$$

Donde:

B: Peso de cápsula con grasa (g).

A: Peso de cápsula vacía (g).

C: Peso promedio del residuo del blanco de reactivos.

P: Peso de muestra (g).

CRITERIOS DE ACEPTACIÓN



- 1.- Si el valor del residuo del blanco de reactivos más el peso de la cápsula vacía es inferior al peso de la capsula vacía, se debe repetir el análisis.
- 2.- Usualmente un blanco con valor negativo, indica que las cápsulas no están completamente secas desde el inicio de la determinación o calibración de la balanza presenta variaciones que se reflejan al pesar la capsula vacía y la capsula con grasa, la causa de los blancos con valores negativos debe ser identificada y corregida.
- 3.- La diferencia entre los resultados del análisis por duplicados obtenidos simultáneamente por el mismo analista debe ser ≤ 0.2 g de grasa/100 g de producto.
- 4.- Realizar con frecuencia periódica (establecida por cada laboratorio) un gráfico de resultados de una muestra control y un gráfico de comparación de resultados de los ensayos, ambos expresados en las mismas unidades que se registran en el informe de resultados.
- 5.- Para la aplicación del trabajo de ensayo y de los criterios de aceptación se debe proceder conforme a los procedimientos "Control de trabajo de ensayo no conforme" y el de "Aseguramiento de la Calidad de los resultados de ensayo".

REFERENCIAS

- Oficial Méthods of Análisis of AOAC Internacional, 17^a edición, 1^a revisión, 2002.
- Norma Oficial Mexicana NOM-086-SSA1-1994, Bienes y Servicios. Alimentos y bebidas no alcohólicas con modificaciones en su composición. Especificaciones nutrimentales. APÉNDICE NORMATIVO C – DE LOS METODOS DE PRUEBA.



DETERMINACIÓN DE NITROGENO TOTAL EN LECHE EN POLVO MÉTODO KJELDAHL

ALCANCE:

Este método establece el procedimiento para la determinación del contenido de nitrógeno total en leche, aplicable a materia prima y producto terminado.

FUNDAMENTO:

El método Kjeldahl para la determinación de nitrógeno total, se basa en la oxidación de la materia orgánica de la muestra mediante la acción de ácido sulfúrico concentrado y calor.

La velocidad de la reacción se acelera adicionando sulfato de potasio para elevar el punto de ebullición y utilizando como catalizador sulfato de cobre.

La oxidación provoca que el nitrógeno de las proteínas y algunos otros compuestos nitrogenados formen sulfato de amonio. Posteriormente se adiciona hidróxido de sodio en solución al 50 % w/w; éste reacciona con el sulfato de amonio y libera amoníaco, que se destila y se recibe en un ácido débil, en el cual se deposita sin reaccionar y posteriormente se titula directamente el amoníaco con un ácido fuerte. Se determina la cantidad de nitrógeno total que contiene la muestra.

La proteína cruda se calcula, multiplicando el nitrógeno total por un factor empírico derivado del promedio de nitrógeno proteico en 100 g de proteína.

DEFINICIONES:

Contenido de Nitrógeno: Fracción de masa de la sustancia determinada por el procedimiento especificado en este método; el contenido de nitrógeno se expresa en porcentaje en peso.

Blanco de Reactivos: Solución que contiene todos los reactivos en los mismos volúmenes y concentraciones que la muestra y debe seguir el mismo proceso de ésta.

Material de referencia de control: Muestra de matriz similar a la muestra de ensayo, que contiene una cantidad conocida de analito.

MATERIALES

- Probeta graduada de 100 mL.
- Matraz Kjeldahl, con capacidad total de 800 o 500 mL.
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL.
- Bureta de 50 mL, con divisiones de 0.1 mL o equivalente.
- Probeta de 250 mL.
- Perlas de ebullición.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA



- Transferir la muestra de leche en polvo en un recipiente con capacidad de dos veces el volumen de la alícuota, mezclar íntimamente por rotación y agitación del recipiente hasta obtener una mezcla homogénea, pesar íntimamente.
- Analizar en forma periódica una muestra control y aplicar los lineamientos establecidos en el procedimiento de aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo.

DESARROLLO

Determinación de la Temperatura Máxima de Digestión

La temperatura máxima de digestión, será la temperatura necesaria p/q 250 mL de agua destilada a 25 °C alcancen su punto de ebullición en un tiempo de 5-6 min.

Para comprobar la temperatura, se precalientan las parrillas del digestor por 30min., aparte, en un matraz erlenmeyer de 500 mL se adicionan 250 mL de agua destilada a 25 °C y de 3 a 4 perlas de ebullición, se coloca el matraz en la parrilla precalentada y se mide el tiempo que transcurre desde el inicio hasta ebullición del agua. Este tiempo debe oscilar entre 5-6 min.

En el caso de no cumplir esta condición, se gira el controlador de temperatura según convenga y se repite la prueba hasta lograrlo. Unas veces determinada la temperatura máxima, de digestión en cada una de las unidades e identificada en cada una de los controladores, se procede a realizar el análisis.

DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO

Digestión:

Pesar en el papel filtro exento de nitrógeno 1.0 g de muestra ó (0.80 g) y transferir la muestra y el papel a un matraz Kjeldahl.

Realiza el análisis por duplicado.

Adicionar 10 g de Sulfato de Potasio, 1 g de Sulfato de Cobre, 30 mL de ácido sulfúrico concentrado y 3 o 4 perlas de ebullición (esto último si el equipo lo permite). Colocar el matraz en posición inclinada en el aparato digestor y calentar por lo menos 20 min. a baja temperatura o hasta que cese la espuma y aparezcan humos blancos; incrementar gradualmente la temperatura a la mitad del valor máximo previamente determinado hasta que el contenido del matraz esté completamente claro (aprox. 30 min.), de *color Azul o ligero verdoso* y continuar calentando a la temperatura máxima previamente establecida durante 1 a 1.5 hrs. (El tiempo total transcurrido para la digestión debe oscilar entre 1,8 y 2,25 hrs.).

Al terminar la digestión debe quedar un líquido claro libre de material orgánico. Retirar del digestor y enfriar el ácido digerido a temperatura ambiente. (Máx. 25 °C).

Digerir y destilar al mismo tiempo que la muestra, un blanco de reactivos, utilizando 5 mL de agua más 0.1 g de sacarosa y adicionar los reactivos igual que para la muestra. Registrar la información en la bitácora correspondiente.



Al enfriar, puede quedar un líquido translucido o con pocos cristales pequeños, en el caso de que se presenten los cristales en cantidades significativas, ocurre que falta ácido sulfúrico para la digestión, lo que provoca resultados falsos, inferiores a los reales. Si se presenta este carácter, es necesario adicionar más ácido sulfúrico y continuar la digestión hasta eliminar la mayoría de los cristales.

DESTILACIÓN

Antes de iniciar esta etapa, verificar la limpieza del sistema de destilación mediante la determinación del pH del agua de enjuague de las unidades utilizando papel tornasol, el cual debe permanecer neutro.

Una vez verificado el sistema de destilación enfriar la muestra digerida en baño de agua helada por 30min. o hasta asegurar que $^{\circ}T$ sea de $\leq 25^{\circ}C$ y adicionar lentamente resbalando por las paredes del matraz 300 mL de agua destilada a $25^{\circ}C$ y adicionar granallas de zinc para evitar proyecciones. (Si se utilizan matraces Kjeldahl de 800ml, la cantidad de agua a agregar es de 400 mL).

Asegurarse de que la $^{\circ}T$ de la muestra con el agua no rebase los $25^{\circ}C$ de $^{\circ}T$ antes de destilar.

Adicionar resbalando por las paredes lenta y constantemente 75 mL de NaOH al 50% w/w sin agitar para evitar pérdidas de nitrógeno. Conectar inmediatamente al sistema de destilación con el bulbo Kjeldahl, cuya salida del condensador esté sumergida en 50 mL de ácido bórico con indicador, contenido en un matraz erlenmeyer de 50 mL.

Agitar vigorosamente el matraz Kjeldahl, para mezclar perfectamente el contenido; revisar las juntas del destilador con tiras de papel tornasol para asegurar que no haya fugas de amoníaco, calentar hasta que todo el amoníaco haya sido destilado (≥ 150 mL de destilado; ≥ 200 mL del volumen total) y dejar 5 min más el matraz retirando del ácido la salida del condensador. Retirar el matraz y titular.

TITULACIÓN

Titular con ácido clorhídrico 0.1N ó 0.1M hasta el primer vire del indicador de color verde a ligero rosa (primer tono rosa que permanezca, es decir el color inicial ligero rosa o naranja).

NOTAS:

- 1.- Verificación de la recuperación de nitrógeno: Se deben realizar determinaciones de la recuperación de nitrógeno en muestras de referencia para evaluar la eficiencia del procedimiento y del equipo Kjeldahl.
 - Eficiencia de la digestión: Se usa 0.18 g de triptófano ó 0.16 g de lisina con 0.67g de sacarosa por matraz en lugar de la muestra de leche y seguir el mismo procedimiento que para la muestra. La recuperación de nitrógeno no debe ser menor del 98 %.
 - Pérdida de Nitrógeno: Se usan 0.12 g de sulfato de amonio y 0.85 g de sacarosa por matraz, siguiendo el mismo procedimiento que para la muestra, del cual se deberá obtener un mínimo de recuperación del 99 %.



- Verificar la eficiencia de todas las unidades del equipo Kjeldahl mediante el uso de triptófano y sulfato de amonio, mínimo una vez por mes.
 - En los casos en que los resultados obtenidos rebasen los rangos establecidos, las unidades Kjeldahl involucradas, deberán retirarse del servicio y acondicionarlas de tal manera que se ajusten a lo estipulado, una vez que se comporten como se señala, podrán volver a ser utilizadas.
 - La determinación de proteínas en las muestras de leche en polvo, únicamente podrán realizarse en las unidades de digestión y destilación previamente validadas que cumplan con las condiciones establecidas por porcentajes de recuperación de nitrógeno con las muestras estándar.
- 2.- Determinación del blanco de reactivos: Realizar la determinación por duplicado en cada unidad de digestión y destilación cuando se cambie de los reactivos.

EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

CÁLCULOS

El resultado del ensayo se obtiene del promedio de los valores individuales del duplicado.

$$\% \text{ de Nitrógeno} = \frac{(V_s - V_b) * N \text{ ó } M * 1.4007}{W}$$

$$\% \text{ de Proteína} = \% \text{ de Nitrógeno} * 6.38$$

En donde:

V_s= mL de ácido clorhídrico 0.1N requeridos en al titulación de la muestra.

V_b= mL de ácido clorhídrico 0.1N requeridos para la titulación del blanco.

El valor constante del blanco obtenido en varias de las unidades del equipo kjeldahl será el que se aplicará en la fórmula.

N= Normalidad del ácido clorhídrico.

1.4007= Miliequivalente del nitrógeno multiplicado por 100.

6.38= Factor de conversión de nitrógeno a proteína de la leche.

W= Peso de la muestra en (g).

CRITERIO DE ACEPTACIÓN

- La eficiencia del equipo se verifica mediante el porcentaje de nitrógeno recuperado del sulfato de amonio y triptófano, la cual debe ser de 98 a 102 %, si no se cumple con esta condición se invalida el resultado.
- La diferencia permitida entre 2 resultados al efectuar un análisis por duplicado en la misma muestra y en forma simultanea por el mismo analista, no deberá exceder 0.10 g de nitrógeno por 100 g de muestra (%de proteína



= 0.638 g/100 g de muestra), si no se cumple con esta condición se identifica como trabajo de ensayo no conforme.

- Para la aplicación del trabajo de ensayo y de los criterios de aceptación, se debe proceder conforme a los procedimientos Control de trabajo de ensayo no conforme y Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo (claves internas de cada laboratorio).

REFERENCIAS.

- Norma Mexicana NMX-F-608-NORMEX-2002, Alimentos- Determinación de proteínas en alimentos.- Método de prueba.
- Oficial Methods of Analysis of AOAC Internacional, 17^a edición, 1^a revisión, 2002.
- Norma Oficial Mexicana NOM-131-SSA1-1995, Bienes y Servicios. Alimentos para lactantes y niños de corta edad. Disposiciones y especificaciones sanitarias y nutrimentales. APÉNDICE NORMATIVO B – DE LOS METODOS DE PRUEBA. Determinación de proteína cruda (método kjeldahl).



DETERMINACIÓN DE CENIZAS MÉTODO DE INCINERACIÓN

ALCANCE:

Este método establece el procedimiento para la determinación de cenizas y es aplicable a leche en polvo, maltodextrina y azúcar refinada.

FUNDAMENTO:

La muestra seca, se carboniza y posteriormente se calcina a 500-550 °C para destruir la materia orgánica de la muestra de la misma, permitiendo así la cuantificación aproximada de sus cenizas; las cuales contienen: azufre, fósforo y óxidos de diferentes cationes (K, Na, Ca, Mg, Fe, P), así como algunos halógenos (Cl, Br, I) y trazas de carbonatos.

DEFINICIONES

Cenizas: Son aquellos componentes conocidos como minerales o nutrimentos orgánicos que contienen los alimentos, es el residuo que queda después de la combustión (incineración) completa de los componentes orgánicos de un alimento en condiciones determinadas.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Homogenizar la muestra por agitación del recipiente que la contiene hasta obtener un producto homogéneo y pesar inmediatamente.

DESARROLLO

Preparación de los crisoles

- Colocar los crisoles dentro de la mufla a 500-550 °C durante 20 minutos.
- Transcurrido ese tiempo, colocarlos en la estufa a 100 ± 5 °C por 10 minutos.
- Pasarlos al desecador y dejarlos enfriar hasta que alcancen la temperatura ambiente y pesar en balanza analítica.
- Repetir la operación cuantas veces sea necesario hasta obtener el peso constante de los crisoles, es decir, el peso no debe variar en más de 0.0005 g al menos en las últimas dos pesadas.

Determinación

- Pesar 1 g de muestra directamente en un crisol previamente puesto a peso constante y pesado. Realizar el análisis por duplicado
- Colocar con cuidado el crisol con la muestra sobre un triángulo de porcelana en posición inclinada (aproximadamente 45 °C), encima de un mechero a flama baja quemar la muestra lentamente evitando la proyección de la misma, hasta su carbonización total (observar que no se desprendan humos).



- Colocar el crisol dentro de la mufla y efectuar la calcinación completa de la muestra a 500-550 °C, durante 4 horas aproximadamente.
- Si las cenizas están blancas o ligeramente grisáceas, sacar el crisol de la mufla, colocar el crisol en la estufa a 100 ±5 °C por 10 minutos y dejarlo enfriar hasta que alcance la temperatura ambiente (30-45 minutos) y pesar.
- Si se tiene presencia de puntos negros, agregar 2 ó 3 gotas de ácido nítrico diluido y colocar el crisol en la estufa para evaporar a sequedad.
- Colocar nuevamente el crisol dentro de la mufla a 500-550 °C por 30 min.
- Obtenidas las cenizas de color blanco o gris, colocar el crisol en la estufa a 100 ± 5 °C por 10 minutos.
- Enfriar en el desecador durante 30-45 minutos o hasta temperatura ambiente y pesar.

EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Cálculos

El resultado del ensayo se obtiene del promedio de los valores individuales del duplicado

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{(P_c - P_v) * 100}{P_m}$$

En donde:

P_c= Peso del crisol con cenizas (g).

P_v= Peso del crisol vacío (g).

P_m= Peso de la muestra (g).

CRITERIO DE ACEPTACIÓN

La diferencia entre los resultados de análisis por duplicado obtenidos simultáneamente por el mismo analista, no debe exceder al 5% del valor promedio.

REFERENCIAS

-Oficial Méthods of Análisis of AOAC Internacional, 18^a edición, 1^a revisión, 2006, Method 930.30.



DETERMINACIÓN DE HUMEDAD MÉTODO DE DESECACIÓN EN ESTUFA

ALCANCE

Este método es aplicable a leche en polvo entera y descremada (materia prima y producto terminado), azúcar refinada y maltodextrina.

FUNDAMENTO

Este método se basa en la pérdida debido a la evaporación del agua a una temperatura y tiempo definidos.

DEFINICIÓN

Humedad: Pérdida en peso por evaporación del agua que sufre un alimento al someterlo a condiciones de tiempo y temperatura prescritas.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- Tomar la muestra tan rápido como sea posible.
- Evitar la absorción de humedad del medio ambiente durante la preparación de la muestra.
- Mezclar la muestra por rotación y agitación del recipiente hasta obtener una mezcla homogénea; pesar inmediatamente.

DESARROLLO

Preparación de las cápsulas.

Antes de utilizar las cápsulas, estas deben ponerse a peso constante; para lo cual hay que seguir los siguientes pasos:

- 1.- Colocar las cápsulas en la estufa a 100-102 °C el tiempo necesario, transcurrido éste, sacarlas y enfriarlas en desecador, pesar en la balanza analítica.
- 2.- Volver a colocar las cápsulas durante 1 hora en la estufa a 100-102 °C, transcurrido éste sacarlas y enfriarlas en desecador, pesar en la balanza analítica.
- 3.- Repetir el punto numero 2 cuantas veces sea necesario, hasta obtener el peso constante de las cápsulas, es decir el peso no debe variar en más de 0.0005 g al menos en las últimas dos pesadas.

Determinación

En las cápsulas previamente secas y taradas, pesar con exactitud la cantidad de muestra requerida y distribuir en todo el fondo de la cápsula. Realizar el análisis por duplicado.

Muestra	Peso de la muestra	Temperatura de secado	Tiempo de secado
LECHE EN POLVO	1 a 3 gramos	100-102 °C	4 horas



Secar en estufa a la temperatura y tiempo indicadas, dejando las cápsulas descubiertas, pero manteniendo las tapas cerca de ellas, al término del periodo tapar las cápsulas.

Colocar las cápsulas al desecador y después de enfriarlas durante 45 minutos o hasta que están a temperatura ambiente en el desecador, pesarlas.

EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Cálculos:

El resultado del ensayo se obtiene del promedio de los valores individuales del duplicado.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(a-b) * 100}{P}$$

Donde:

a = peso de la cápsula con muestra antes de secar en g.

b = peso de la cápsula con muestra después de secar en g.

P = peso de la muestra en g.

Reportar % de humedad a 100-102 °C.

CRITERIO DE ACEPTACIÓN

Leche en Polvo

La diferencia entre los resultados de análisis por duplicado obtenidos simultáneamente por el mismo analista, no debe exceder de 0.2 g de humedad /100 g de producto.

La diferencia absoluta entre dos pruebas independientes, en donde los analistas trabajan en laboratorios diferentes, no debe exceder de 0.40 g de humedad/100 de producto.

REFERENCIAS

-Norma Oficial Mexicana NOM-184-SSA1-2002, Productos y servicios. Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado. Especificaciones sanitarias. Punto 8



DETERMINACIÓN DE PARTICULAS QUEMADAS EN LECHE

ALCANCE

Este método es aplicable a leche entera y descremada en polvo (materia prima y producto terminado).

FUNDAMENTO

Esta determinación se base en la rehidratación de la muestra, filtrado de la misma a través de un disco filtrante especial para partículas quemadas y comparación del residuo con los estándares patrón.

DEFINICIÓN

Partículas quemadas. Son partículas negras, café o amarillas, insolubles, producidas en el proceso de sacado debido a sobrecalentamiento durante la atomización.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Transferir la muestra de la leche en polvo en un recipiente con capacidad mínimo del doble de la alícuota, mezclar íntimamente por rotación y agitar hasta obtener un producto homogéneo; pesar inmediatamente.

PROCEDIMIENTO

Colocar 25 g de leche descremada en polvo ó 32.5 g de leche entera en polvo, en el vaso mezclador, el cual contiene 250 mL de agua destilada a 40 °C mezclar con varilla de vidrio y después agitar durante 60 segundos a 3600rpm en el mezclador eléctrico, adicionar 0.5 mL (3 gotas) de antiespumante, filtrar toda la solución inmediatamente en el equipo a través del filtro o disco de algodón, aplicando vacío si fuera necesario.

Enjuagar el recipiente y el embudo con 50 mL de agua a 40 °C y pasar por el mismo filtro o disco, secar el filtro en una atmósfera exenta de polvo a una temperatura de 30-40 °C.

La cantidad de partículas quemadas en polvo se determina por comparación del depósito vertido en el filtro con las fotografías de los estándares ADPI "Scorched Particle Standards for Dry Milk".

CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

- 1.- Si al comparar el filtro con los estándares, el resultado está entre dos de ello, reportar el valor más alto.
- 2.- En caso de pruebas por duplicado, se debe obtener el mismo resultado.



REFERENCIAS

-Norma Mexicana NMX-F-204-1986 Alimentos-Lácteos-
partículas quemadas en leche en polvo.

Determinación de



DETERMINACIÓN DE ÍNDICE DE SOLUBILIDAD EN LECHE

ALCANCE

Este método es aplicable a leche entera en polvo y descremada en polvo (materia prima y producto terminado).

FUNDAMENTO

Se basa en la determinación del material insoluble en agua a temperatura ambiente, se expresa la solubilidad en función del volumen en sedimento en mL que se obtiene de acuerdo al procedimiento.

DEFINICIÓN

El índice de Solubilidad: Es la capacidad que tiene un polvo de disolverse en agua. Se expresa como el volumen de sedimento en mL (residuo insoluble), que se obtiene bajo las condiciones especificadas en éste procedimiento.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Transferir la muestra de leche en un recipiente con capacidad mínima del doble de la alícuota, mezclar íntimamente por rotación y agitar hasta obtener un producto homogéneo; pesar inmediatamente.

PROCEDIMIENTO

Agregar 10g de leche descremada ó 13 g de leche entera en polvo a 100 mL de agua destilada a 24 °C en el frasco del mezclador.

Agregar 3 gotas de antiespumante. Colocar el frasco en el mezclador y agitar exactamente 90 segundos.

Dejar reposar la muestra por un periodo no mayor de 15 minutos. Mezclar la muestra perfectamente con una cucharilla por 5 segundos e inmediatamente llenar el tubo de centrifuga hasta la marca de 50 mL.

Centrifugar el tubo durante 5 minutos a la velocidad indicada.

Drenar inmediatamente el líquido sobrenadante, dejando 5 mL sobre la superficie del sedimento evitando dispersarlo.

Agregar 25 mL de agua destilada a 24 °C y sacudir suavemente el tubo para dispersar el sedimento, disgregándolo si es necesario con un alambre.

Llenar el tubo hasta la marca de 50 mL con agua destilada a 24 °C, invertir el tubo varias veces para mezclar el contenido.

Centrifugar nuevamente durante 5 minutos a la velocidad requerida. Sostener el tubo en posición vertical con el sedimento al nivel de los ojos y leer a la marca más próxima el volumen de sedimento en el tubo. El sedimento se distingue fácilmente si se observa el tubo contra una fuente de luz intensa.

CRITERIOS DE ACEPTACIÓN



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



- 1.- Por una prueba estandarizada, las condiciones deben seguirse rigurosamente.
- 2.- En caso de pruebas realizadas por duplicado, la diferencia máxima permitida es de ± 0.1 mL (la división mínima) para un índice de solubilidad ≤ 1.0 mL. En caso contrario repetir la determinación.

REFERENCIAS

-Norma Mexicana NMX-F-183-1986 Alimentos-Lácteos- Determinación del Índice de insolubilidad en leche en polvo.



DETERMINACIÓN DE VITAMINA C (ÁCIDO ASCORBICO)

ALCANCE

Este método es aplicable a leche en polvo.

FUNDAMENTO

La determinación consiste en tratar la muestra con solución de ácido ortofosfórico para precipitar proteínas y facilitar la clarificación del extracto a filtrar, además que evita la oxidación del ácido ascórbico a pH alto. La vitamina C contenida en el filtrado se titula con el 2.6 diclorofenol-indofenol, el cual oxida el ácido ascórbico formando ácido dehidroascórbico, siendo el final de la titulación la presencia de un color rosa persistente al menos durante 15 segundos.

PROCEDIMIENTO

En un matraz volumétrico de 100 mL de bajo actino o forrado con papel aluminio, pesar $5\text{gr} \pm 0.1\text{g}$ de la muestra de ensayo, agregar 20 mL de la solución de ácido ortofosfórico al 10%, agitar vigorosamente, agregar 50 mL de agua destilada a 45-50 °C de temperatura, agitar suavemente, enfriar a 20 °C y aforar a 100 mL con agua destilada. Centrifugar a 3,200 r.p.m. durante 5 minutos y filtrar la solución en papel filtro whatman no.4, al abrigo de la luz; recibir el filtrado en un vaso de precipitados de 250 mL forrado con papel aluminio.

Tomar 15 mL del filtrado, añadir 5 mL de la solución de ácido acético al 10%. Titular con la solución del sal sódica de 2.6-diclorofenol-indofenol (D.I), hasta que se obtenga una coloración rosa persistente durante 15 segundos.

CÁLCULOS

Tomando en cuenta el título de la solución D.I. realizar el siguiente cálculo:

$$\text{Vitamina C (mg/100 g)} = \frac{a * T * V * 100}{v * m}$$

En donde:

a= Volumen gastado de la solución D.I. (mL).

T= Título de la solución D.I. (mg de ácido ascórbico).

V= Volumen del aforo de la solución de ensayo (mL).

v= Volumen de la alícuota de la solución del ensayo (mL).

m= Peso del ensayo (g).

Expresar el valor obtenido con precisión de 0.1 (mg).



REFERENCIAS

-Norma Oficial Mexicana NOM-131-SSA1-1995, Bienes y Servicios. Alimentos para lactantes y niños de corta edad. Disposiciones y especificaciones sanitarias y nutrimentales. Determinación de ácido ascórbico (vitamina C), Pág. 69.

DETERMINACIÓN DE LOS COMPONENTES DE LA LECHE METODO AUTOMATIZADO-ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO

FUNDAMENTO

El análisis de leche por espectroscopia de infrarrojo medio – IR, esta basado en la absorción de la energía infrarroja a longitudes de onda específicas que nos permite la identificación de los grupos funcionales de una muestra, y su caracterización por los grupos CH en las cadenas de ácidos grasos de las moléculas de grasa que se adsorben a 3.48 micrómetros, los grupos carbonilo presentes en los esteres ligados a estas mismas moléculas a 5.723 micrómetros, los enlaces entre aminoácidos en las moléculas de proteína a 6.465 micrómetros y los grupos OH en las moléculas de lactosa a 9.610 micrómetros.

El contenido de sólidos totales es estimado por la suma del contenido de grasa, proteínas y lactosa.

DETERMINACIÓN DE HIERRO Y ZINC EN LECHE POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

ALCANCE

Aplicable a premezclas de vitaminas y minerales leche en polvo y leche fluida como materia prima y producto terminado.

FUNDAMENTO

El método se basa en la propiedad que tienen los elementos en su estado atómico basal de absorber radiación electromagnética emitida por una fuente constituida por el mismo elemento de tal manera que al hacer pasar un haz de luz monocromática de una frecuencia específica pueda ser absorbido por el analito que se encuentra presente. La cantidad de radiación absorbida es proporcional a la concentración de los átomos de acuerdo a la ley de Lambert-Beer.

Este método se inicia con la calcinación de la muestra, es residuo se trata con ácido clorhídrico 1:1, la dilución y el aforo con ácido clorhídrico 0.1N y la determinación por espectrofotometría de absorción atómica de una longitud de onda de 248.3nm para hierro y 213.8 nm para zinc.

DEFINICIONES

Espectrofotometría: Rama de la espectrofotometría relacionada con la medición de espectros fotométricos.



MATERIALES:

- Matraz erlenmeyer de vidrio de 125 mL ó 250 mL.
- Matraces volumétricos de vidrio de 100, 500 y 1000 mL.
- Pipetas volumétricas de 5, 10 y 20 mL.
- Micropipeta de 1000 μ L.
- Tubos de dilución de vidrio de 10x150 y 25x250 mm.
- Pinzas para crisol.
- Cápsula de porcelana con capacidad de 250 mL.
- Contenedores de propileno.

DESARROLLO

DIGESTOR POR CALCINACIÓN DE LA MUESTRA, MUESTRA CONTROL Y BLANCO DE REACTIVOS

1.- En una capsula a peso constante pesar 1g de muestra de leche en polvo con precisión de ± 0.1 mg colocar en una parrilla de calentamiento el tiempo suficiente para secar y precalcinarse totalmente la muestra hasta que ya no desprenda humos blancos. Preparar simultáneamente la muestra control. Realizar cada ensayo por duplicado.

2.- Colocar la capsula en la mufla a una temperatura de 500-550 $^{\circ}$ C, hasta cenizas.

3.- Disolver las cenizas con 5 mL de solución de ácido clorhídrico 1:1, verter esta disolución en un matraz erlenmeyer, enjuagar la cápsula con 200 mL de la solución de ácido clorhídrico 0.1N y adicionarla al matraz, mezclar perfectamente.

4.- Evaporar hasta sequedad sobre una parrilla de calentamiento (evitar la proyección de sales).

5.- Enfriar y diluir el residuo adicionado 20 mL de la solución de ácido clorhídrico 0.1N, calentar durante 5 minutos mas hasta ebullición.

6.- Enfriar a temperatura ambiente, transvasar a un matraz volumétrico de 100 mL, diluir y aforar con la solución de ácido clorhídrico 0.1N.

7.- Correr un blanco de reactivos de acuerdo a los pasos 3, 4 y 5.

8.- Las soluciones del ensayo, control y blanco de reactivos se encuentran listas para las lecturas en el equipo.

9.- Terminando el ensayo, el material se enjuaga con agua destilada y se descontamina por inmersión en ácido nítrico al 30 %v/v durante toda la noche. Enjuagar 4 ó 5 veces con agua destilada para eliminar el exceso de ácido nítrico, escurrir y guardar para proteger del polvo.

10.- Para las mezclas vitamínicas que no requieren calcinación pesar 0.5g de muestra en un matraz erlenmeyer y adicionar 10 mL de HCl concentrado y 10 mL de HNO₃ concentrado y continuar con los pasos 4, 5, 6 y 7.

11.- Para las mezclas vitamínicas hacer una segunda dilución, pasando 1 mL de muestra con micropipeta a un matraz de 100 mL y aforar con HCl 0.1N.



EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Ingresar al equipo la información necesaria (peso de muestra y volumen de dilución) para que realiza el cálculo automático de la concentración de hierro y zinc presente en la muestra; el cual es expresado por el equipo en microgramos/gramo y deberá ser dividido entre 10 para reportarlo en mg / 100 g para el caso de la leche en polvo.

En caso de realizar el cálculo manualmente, considerar los resultados obtenidos en la curva de calibración y realizando el siguiente cálculo:

$$\text{Fe (mg /100 g) ó Zn (mg /100 g)} = \frac{(\text{Lectura de concentración}) (\text{Aforo})(100)}{(\text{Peso de la muestra}) (1000)}$$

REFERENCIAS

- Norma Oficial Mexicana NOM-117-SSA1-1994, Bienes servicios, Métodos de prueba para la determinación de cadmio arsénico, plomo, estaño, cobre, hierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrometría de adsorción atómica.



APÉNDICE C)

ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS LECHE FLUIDA:

DETERMINACIÓN DE ACIDEZ EN LECHE: MÉTODO “TITULACIÓN ÁCIDO-BASE”

OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para la determinación de acidez en leche expresada como ácido láctico.

FUNDAMENTO:

La acidez normal de la leche se debe principalmente a su contenido de caseína (0-05 a 0-08%) y de fosfatos, también contribuyen en menor proporción, el dióxido de carbono (0.01 a 0.02%), citratos (0.01%) y albúmina (0.001%).

La acidez de la leche se determina por medio de una titulación con hidróxido de sodio 0.1N, utilizando fenolftaleína como indicador o en su caso, utilizando un potenciómetro para detectar el punto final de la titulación, pH de 8.3.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Antes de proceder al análisis, homogenizar la muestra por agitación e inversión repetida del recipiente que lo contiene, evitando la formación de espuma y mantenerla a una temperatura de 20 °C.

DESARROLLO:

Para leche entera pasteurizada:

- Medir 9 mL de muestra con pipeta volumétrica y depositar en un recipiente adecuado para su titulación.
- Adicionar 2 mL de fenolftaleína al 1%, agitar lentamente con movimientos circulares suavemente.
- Valorar con hidróxido de sodio 0.1N hasta la aparición de un color rosado que persista cuando menos un minuto.
- Verificar el punto final de la titulación con el potenciómetro a pH de 8.3 (considerando que el pH del vire de la fenolftaleína es de 8.3).

Notas:

- En todos los casos realizar el análisis por duplicado.
- En caso de no contar con potenciómetro, se puede preparar un control de color con cloruro o acetato de rosanilina como sigue:
 - Medir 9 mL de muestra con pipeta volumétrica.
 - Agregar 2 mL de solución diluida de cloruro o acetato de rosanilina.
 - El color es estable y similar al que se debe llegar al final de la titulación.



EXPRESIÓN DE RESULTADOS:

Acidez (g/L ácido láctico) = $(V \times N \times 90) / M$

Donde:

V=mL de hidróxido de sodio gastado en la titulación.

N= Normalidad del hidróxido de sodio.

90= Equivalente del ácido láctico.

M= Volumen de la muestra en mL.

REFERENCIAS

- Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003 Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado- Denominación, Especificaciones Fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.



DETERMINACIÓN DE CASEÍNA EN LECHE: MÉTODO “KJELDAHL”

OBJETIVO:

Determinar el contenido de caseína en la leche.

FUNDAMENTO:

La caseína de la leche se precipita con ácido acético en su punto isoeléctrico a pH de 4.6 y posteriormente se cuantifica por el método de Kjeldahl.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Calentar la muestra a 38 ± 1 °C y agitar hasta obtener un producto homogéneo, enfriar a 20 °C e inmediatamente tomar la alícuota. Pesar 5 ± 0.1 mL de leche en un vaso de precipitado de 50 mL y adicionar 5 mL de agua a 40-42 °C, adicionar agua resbalando por las paredes y girando el vaso para arrastrar cualquier residuo de leche y dejar reposar 10 minutos.

DESARROLLO:

- Adicionar 0.3 mL de ácido acético, mezclar suavemente por rotación y dejar reposar de 3 a 5 minutos.
- Correr por triplicado la muestra para que en un vaso se verifique que el pH de la solución sea de 4.6 y los otros dos son el duplicado de la determinación, si es necesario ajustar con ácido acético o hidróxido de sodio 0.1N.
- Agitar nuevamente la mezcla, suavemente por las paredes del vaso y filtrar sobre el papel Whatman previamente humedecido en la solución del ácido acético, hasta que el filtrado sea transparente, cuidando de enjuagar con el mismo filtrado el recipiente utilizado para la filtración.
- Lavar 3 veces el precipitado con aproximadamente 2 mL de agua destilada cada vez, enjuagando cualquier precipitado que haya quedado adherido.
- Retire con cuidado el papel filtro del embudo una vez que se ha secado ligeramente y asegúrese de no perder precipitado, si se observa precipitado sobre el labio del vaso o del embudo, limpie con papel filtro.
- Transferir el papel filtro al matraz Kjeldahl y determinar el contenido de nitrógeno en el precipitado obtenido como indica el método (Determinación de nitrógeno en leche).

Notas:

- La adición del ácido acético y el proceso de filtración deberá ocurrir dentro de los 15 minutos posteriores a la preparación de la muestra, esto minimiza la degradación proteolítica de la caseína.
- Digerir y destilar un blanco incluyendo el papel filtro cada día de análisis, registrar los valores obtenidos.



- El filtrado debe estar claro y libre de partículas. Si se observan partículas, recicle el filtrado por el mismo papel filtro o repita la prueba.

CALCULOS:

$$\% \text{ de caseína} = ((V_s - V_b) \times N \times 1.4007) \times 6.38 / W$$

En donde:

V_s = mL de ácido clorhídrico 0.1 N requeridos en la titulación de la muestra.

V_b = mL de ácido clorhídrico 0.1 N requeridos en la titulación del blanco.

N = Normalidad del ácido clorhídrico.

1.4007 = miliequivalente del nitrógeno multiplicado por 100.

6.38 = factor de conversión de nitrógeno a proteína de leche.

W = Peso de la muestra en (g).

REFERENCIAS

- Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003 Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado- Denominación, Especificaciones Fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.
- Oficial Methods of análisis AOAC 16th. Edition, Vol-II Revisión 1996. Methods:927.03.



DETERMINACIÓN DE DENSIDAD EN LECHE: MÉTODO “LACTODENSÍMETRO”

OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para la determinación de densidad en leche fluida.

FUNDAMENTO:

Se basa en la determinación de la densidad o peso específico de la leche utilizando el lactodensímetro. Haciendo la lectura a 15 °C, también puede efectuarse a otras temperaturas pero corrigiendo la lectura a 15 °C.

La técnica del lactodensímetro sigue el principio de Arquímedes, que indica que todo cuerpo sumergido en el seno de un líquido recibirá un empuje equivalente a su peso.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Agitar la muestra varias veces con el fin de homogenizar bien la leche, evitando formar espuma, verterla en un vaso de precipitados y calentarla en baño maría a 40 °C agitando la leche constantemente. Mantener esta temperatura por 5 minutos (no calentar directamente sobre la llama de gas o parrilla eléctrica), para incorporar la grasa o cualquier otro constituyente que haya podido separarse. Enfriar inmediatamente a 15 ±2 °C.

DESARROLLO:

- Se vierte la muestra de leche previamente homogenizada en la probeta (hacer pasar la muestra una o dos veces de un recipiente a otro) sobre una superficie plana y horizontal, llenándola completamente, evitando formación de espuma.
- Introducir el lactodensímetro en la parte central teniendo cuidado de no tocar las paredes internas de la probeta; transcurridos aproximadamente 30 segundos hacer la lectura en la escala correspondiente, evitando error de paralaje.
- Corregir la lectura del lactodensímetro de acuerdo con la temperatura de la leche al tiempo de la medición. La lectura correspondiente a la escala esta considerada para determinaciones a 15 °C.

Notas:

- Sumar 0,0002 por cada grado mayor de 15 °C y restar 0,0002 por cada grado menor de 15 °C.
- Cuando se utiliza el lactodensímetro de Quévenne, la escala de graduación indica las milésimas por agregar a la unidad (1,000) por cada grado de temperatura superior o inferior a 15 °C; sumando o restando la cifra de 0,2 a la lectura obtenida.

Por ejemplo:



CORRECCIÓN POR TEMPERATURA

- 2) Si la lectura en la escala indica 32 y la temperatura fue de 16 °C, la densidad correspondiente en este caso será:

$$1.032 + 0.0002 = 1.0322$$

- 2) Si la lectura de la escala indica 31 y la temperatura fue de 10 °C, la densidad en este caso será:

$$1.031 - (0.0002*5) = 1.031 - 0.0010 = 1.030$$

Además de la corrección de la lectura por efecto de la temperatura de la muestra, también se deberá aplicar el factor de corrección obtenido de la verificación del lactodensímetro.

REFERENCIAS

- Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003 Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado- Denominación, Especificaciones Fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.



DETERMINACIÓN DE GRASA EN LECHE: MÉTODO “MOJONNIER MODIFICADO”

OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para determinar el contenido de grasa en leche fluida por en método Mojonnier.

FUNDAMENTO:

La técnica de Mojonnier, es el método aceptado internacionalmente para la determinación de grasa.

Se basa en la acción de los distintos reactivos empleados para permitir la extracción cuantitativa de grasa.

El amoniaco tiene por finalidad disolver las proteínas, romper los conglomerados lipoproteicos, modificar la capa superior de los glóbulos grasos y facilitar la disolución de los fosfátidos y de la grasa en el éter.

El alcohol etílico deshidrata facilitando la disolución de los fosfátidos y lípidos en el éter, ayuda a la ruptura de los conglomerados de las lipoproteínas, facilita la mezcla del éter y la capa acuosa.

El éter etílico disuelve los lípidos y lipoides liberados por el amoniaco y alcohol, también puede disolver otras sustancias por la presencia de agua.

La bencina de petróleo, es menos hidrófila que el éter etílico, su papel consiste en separar el agua del éter y las sustancias que lleva en solución (lactosa, sales minerales, etc.), en tanto los lipoides no se insolubilizan; si se emplea sola, daría resultados bajos, igual ocurre si se emplean ambos éteres mezclados al mismo tiempo.

Finalmente, se transfiere cuantitativamente a un recipiente y se determina la grasa por gravimetría, previa evaporación de los disolventes.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Atemperar la muestra a 20 °C, mezclarla agitando el recipiente que la contiene repetidamente hasta obtener un producto homogéneo, e inmediatamente pesar o medir la porción de muestra requerida para el análisis.

Si la muestra presenta separación de grasa, se calienta en baño de agua a 3 ± 1 °C homogenizando con un agitador en caso necesario, para reincorporar a la muestra cualquier residuo de grasa adherido al recipiente, enfriándola a continuación a 20 °C, pesar o medir la muestra requerida para el análisis.

PREPARACIÓN DE LAS CÁPSULAS:

- Antes de utilizar las cápsulas, éstas deben ponerse a peso constante, para lo cual coloca las cápsulas todo un día o toda una noche a 100-120 °C en la estufa de secado, transcurrido el tiempo sacarlas, enfriarlas en desecador aproximadamente a 1 hora y pesar en la balanza analítica.



- Volver a colocar las cápsulas durante 1 hora en la estufa de secado a 100-120 °C, transcurrido el tiempo sacarlas, enfriarlas en desecador aproximadamente 1 hora y pesar en la balanza analítica.
- Repetir el paso anterior cuantas veces sea necesario, hasta obtener el peso constante de las cápsulas, es decir el peso de las cápsulas no debe variar en más de 0.0005 g al menos en las últimas dos pesadas.

DESARROLLO:

Extracción de grasa:

- Pesar en el tubo de extracción Mojonnier seco, con precisión de 0.1 mg, 10 g de leche evitando que el producto se adhiera al cuello del tubo. Realizar el análisis por duplicado.
- Adicionar 1.5 mL de hidróxido de amonio, tapar el tubo de extracción con un tapón de corcho mojado y agitar vigorosamente hasta disolución completa y proceder con la adición de los siguientes reactivos:
- Primera extracción:
 - ✓ 3 gotas de indicador para ayudar a apreciar la interfase de las capas etéreas y acuosas durante la extracción.
 - ✓ 10 mL de alcohol etílico y agitar durante 15 segundos.
 - ✓ 25 mL de éter etílico y agitar vigorosamente por 1 minuto.
 - ✓ 25 mL de éter de petróleo y agitar vigorosamente por 1 minuto.
- Separar la capa etérea de la acuosa por centrifugación a 600 r.p.m. por un tiempo de \geq a 30 segundos y se observe claramente la separación de las fases. Cuando se use la centrífuga del aparato Mojonnier, centrifugar a 30 vueltas de la manivela por minuto, en tres ocasiones consecutivas.
- Decantar la capa etérea en una cápsula de aluminio seca y a peso constante, cuidando de no verter sólidos suspendidos o fase acuosa.
- Después de cada decantación, el labio del tubo de extracción debe enjuagarse con una mezcla de solventes éter etílico/éter de petróleo 50:50 y escurrir el enjuague en la cápsula.
- Evaporar los éteres decantados en la placa caliente del aparato Mojonnier o similar, a temperatura suficientemente baja para evitar salpicaduras por ebullición (\leq a 100 °C).
- Segunda extracción:
 - ✓ 5 mL de alcohol y agitar vigorosamente por 15 segundos.
 - ✓ 15 mL de éter etílico y agitar por 1 minuto.
 - ✓ 15 mL de éter de petróleo y agitar por 1 minuto.
- Centrifugar a 600 r.p.m. por un tiempo de \geq a 30 segundos y se observe claramente la separación de las fases. Si la interfase está debajo del cuello del tubo, agregue agua lentamente sin afectar la separación de las fases para subir el nivel y facilitar la decantación. Decantar en la misma cápsula que se utilizó en la primera extracción, evaporar los éteres.



- Tercera extracción:
 - Omitir la adición de alcohol y repetir el mismo procedimiento que para la segunda extracción. Centrifugar y decantar en la misma cápsula que se utilizó en las extracciones anteriores, evaporar completamente los éteres.
 - Secar la grasa extraída pasando la cápsula a la estufa a 100 ± 1 °C hasta peso constante por un tiempo ≥ 30 minutos o a vacío en el aparato Mojonnier por 7 minutos, enfriar en desecador y pesar.
 - Correr en paralelo con la muestra un blanco de reactivos, (siguiendo el mismo procedimiento, reemplazar la muestra de leche por 10 mL de agua). Registrar el peso de cualquier residuo seco colectado y utilizar el valor en el cálculo. El residuo del blanco de reactivos debe ser <0.0020 gramos. (Ver nota).

Notas:

- Para determinar la presencia de peróxidos en el éter etílico (ISO/DIS 7208:1998) seguir el siguiente procedimiento: Adicionar 1 mL de solución de ioduro de potasio (recientemente preparada con agua destilada libre de CO_2) a una concentración de 100 g/L, en un matraz Erlenmeyer de 250 mL con tapón esmerilado conteniendo 10 mL de éter etílico, agitar vigorosamente durante 1 minuto y observar la coloración de la solución, la cual en presencia de peróxidos se torna color amarillo y en ausencia incolora.
- El valor del residuo del blanco de reactivos, se debe restar del valor de la cápsula con grasa. En el caso de que el valor del blanco de reactivos sea mayor a 0.0020 g, verificar cada uno de los reactivos y utilizados y eliminar el que esta causando problema.
- Si el valor del residuo del blanco de reactivos más el peso de la cápsula vacía es inferior al peso de la cápsula vacía, se debe repetir el análisis.
- Usualmente un blanco con valor inferior al valor establecido indica que las cápsulas no están completamente secas desde el inicio de la determinación o la calibración de la balanza presenta variaciones que se reflejan al pesar la cápsula vacía y la cápsula con grasa. La causa de blancos con valores negativos debe ser identificada y corregida.

CÁLCULOS: El resultado del ensayo se obtiene del valor promedio de los resultados de los duplicados:

$$\% \text{ Grasa} = \frac{(B-A) - (C) * 100}{P}$$

Donde:

B: Peso de cápsula con grasa (g).

A: Peso de cápsula vacía (g).

C: Peso promedio del residuo del blanco de reactivos (g).

P: Peso de muestra (g).



CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

- 1.- Si el valor del residuo del blanco de reactivos más el peso de la cápsula vacía es inferior al peso de la capsula vacía, se debe repetir el análisis.
- 2.- Usualmente un blanco con valor negativo, indica que las cápsulas no están completamente secas desde el inicio de la determinación o calibración de la balanza presenta variaciones que se reflejan al pesar la cápsula vacía y la cápsula con grasa, la causa de los blancos con valores negativos debe ser identificada y corregida.
- 3.- La diferencia entre los resultados del análisis por duplicados obtenidos simultáneamente por el mismo analista debe ser ≤ 0.2 g de grasa/100 g de producto.
- 4.- Realizar con frecuencia periódica (establecida por cada laboratorio) un gráfico de resultados de una muestra control y un gráfico de comparación de resultados de los ensayos, ambos expresados en las mismas unidades que se registran en el informe de resultados.
- 5.- Para la aplicación del trabajo de ensayo y de los criterios de aceptación se debe proceder conforme a los procedimientos "Control de trabajo de ensayo no conforme" y el de "Aseguramiento de la Calidad de los resultados de ensayo".

REFERENCIAS

- Oficial Methods of Analysis of AOAC Internacional, 18^a edición, 1^a revisión, 2006.



DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL EN LECHE: MÉTODO “KJELDAHL”

OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para determinar el contenido de nitrógeno total de la leche por el método Kjeldahl.

FUNDAMENTO:

El método Kjeldahl para la determinación del nitrógeno total, se basa en la oxidación de la materia orgánica de la muestra mediante la acción del ácido sulfúrico concentrado y calor.

La velocidad de la reacción se acelera adicionando sulfato de potasio para elevar el punto de ebullición y utilizando como catalizador sulfato de cobre. La oxidación provoca que el nitrógeno de las proteínas y algunos otros compuestos nitrogenados formen sulfato de amonio.

Posteriormente se adiciona hidróxido de sodio en solución al 50 %w/w, éste reacciona con el sulfato de amonio y libera amoníaco, que se destila y se recibe en un ácido débil, en el cual se deposita sin reaccionar y posteriormente se titula directamente el amoníaco con un ácido fuerte. Se determina la cantidad de nitrógeno total que contiene la muestra.

La proteína cruda se calcula, multiplicando el nitrógeno total por un factor empírico derivado del promedio de nitrógeno proteico en 100 g de proteína.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Calentar la muestra a 38 °C y agitar hasta obtener un producto homogéneo, enfriar a continuación a 20 °C, inmediatamente pesar.

DESARROLLO:

Determinación de la temperatura máxima de digestión.

La temperatura máxima de digestión es la temperatura necesaria para que 250 mL de agua destilada a 25 °C alcance su punto de ebullición en un tiempo de 5 a 6 minutos.

Para comprobar la temperatura, se precalientan las parrillas del digestor por 30 minutos; aparte, en un matraz Erlenmeyer de 500 mL se adicionan 250 mL de agua destilada a 25 °C y de 3 a 4 perlas de ebullición, se coloca el matraz en la parrilla precalentada y se mide el tiempo que transcurre desde el inicio hasta la ebullición del agua. Este tiempo debe oscilar entre 5 y 6 minutos.

En caso de no cumplir esta condición, se girara el controlador de temperatura según convenga y se repetirá la prueba hasta lograrla. Una vez determinada la temperatura máxima de digestión en cada una de las unidades e identificada en cada uno de los controladores de temperatura, se procederá a realizar el análisis.

Determinación de nitrógeno.

Digestión:



- Una vez homogenizada y atemperada a 20 °C la muestra, pesar 5 ±0.1 mL en un vaso de precipitados de 5.0 mL, transferir la muestra y el vaso a un matraz Kjeldahl conteniendo 15 g de sulfato de potasio, 1.0 mL de la solución de sulfato de cobre y 3 o 4 perlas de ebullición. Realizar el análisis por duplicado.
- Adicionar 25 mL de ácido sulfúrico resbalando por las paredes y girando el matraz para arrastrar hacia el bulbo cualquier residuo de leche que haya permanecido adherido al cuello del matraz.
- Colocar el matraz previamente preparado, en posición inclinada en el aparato digestor y calentar por aproximadamente 20 minutos (mínimo) a baja temperatura o hasta cese la espuma y aparezcan humos blancos en el matraz; incrementa gradualmente la temperatura hasta la mitad del máximo previamente determinado hasta que el contenido del matraz esté completamente claro (aprox. 30 min.), de color azul o ligero verdoso y continuar calentando llevando a la temperatura máxima previamente establecida durante 1 a 1.5 horas. (El tiempo transcurrido durante la digestión debe oscilar entre 1.8 y 2.25 horas).
- Al terminar la digestión debe quedar un líquido claro libre de material orgánico. Retirar del digestor y enfriar el ácido digerido a temperatura ambiente. (Máximo 25 °C).
- Al enfriar puede quedar un líquido translúcido o con pocos cristales pequeños; en el caso de que se presenten los cristales en cantidades significativas, ocurre que falta ácido sulfúrico para la digestión, lo que provocaría resultados falsos, inferiores a los reales.
- Si se presenta esta característica, es necesario adicionar ácido sulfúrico y continuar la digestión hasta eliminar la mayoría de los cristales.
- Digerir y destilar al mismo tiempo que la muestra, un blanco de reactivos utilizando 5.0 mL de agua, 0.1 g de sacarosa y adicionar los reactivos igual que para la muestra.

Destilación:

Antes de iniciar ésta etapa, se deberá verificar la limpieza del sistema de destilación mediante la verificación del pH del agua de enjuague de las unidades utilizando papel tornasol, el cual no debe virar (debe permanecer neutro).

- Una vez verificado el sistema de destilación enfriar la muestra digerida en baño de agua helada por 30 minutos o hasta asegurar que la temperatura sea de 25 °C, adicionar lentamente resbalando por las paredes de matraz 300 mL de agua destilada a 25 °C para disolver completamente el residuo, enfriar a una temperatura inferior de 25 °C y adicionar granallas de zinc para evitar proyecciones. (En caso de utilizar matraces Kjeldahl de 800 mL la cantidad de agua por agregar será de 400 mL).
- Asegurarse de que la temperatura de la muestra con el agua no rebase los 25 °C de temperatura antes de destilar.



- Adicionar resbalando por las paredes lenta y constantemente 75 mL de hidróxido de sodio al 50 %w/w sin agitar para evitar perdidas de nitrógeno.
- Conectar inmediatamente el sistema de destilación con el bulbo Kjeldahl, cuya salida del condensador esté sumergida en 50 mL de ácido bórico con indicador, contenido en un matraz Erlenmeyer de 500 mL.
- Agitar vigorosamente el matraz Kjeldahl para mezclar perfectamente el contenido, revisar las juntas del destilador con tiras de papel tornasol para asegurar que no haya fugas de amoniaco, calentar hasta que todo l amoniaco haya sido destilado (\geq de 150 mL de destilado; \geq de 200 mL de volumen total) y dejar 5 minutos más el matraz retirando del ácido la salida del condensador, retirar el matraz y titular.

Titulación:

- Titular con ácido clorhídrico 0.1N ó 0.1M hasta el primer vire del indicador de color verde a ligero rosa (primer tono rosa que permanezca, es decir el color inicial ligero rosa o naranja).

Determinación de blanco de reactivos:

- Realizar la determinación por duplicado en cada unidad de digestión y destilación cuando se cambie alguno de los reactivos.

Notas:

- Verificación de la recuperación del nitrógeno: Se debe realizar determinaciones de la recuperación de nitrógeno en muestras de referencia para evaluar la eficiencia del procedimiento y del equipo Kjeldahl.
- Eficiencia de la digestión: Se usan 0.18 g de triptófano ó 0.16 g de lisina con 0.67 g de sacarosa por matraz en lugar de la muestra de leche y seguir el mismo procedimiento que para la muestra. La recuperación de nitrógeno no debe ser menor del 98%.
- Pérdida de nitrógeno: Se usan 0.12 g de sulfato de amonio y 0.85 g de sacarosa por matraz, siguiendo el mismo procedimiento que para la muestra, del cual se deberá obtener un mínimo de de recuperación del 99%.
- Verificar la eficiencia de todas las unidades del equipo Kjeldahl con estándares de referencia, (triptófano y sulfato de amonio) mínimo una vez por mes.
- En los casos en que los resultados obtenidos rebasen los rangos establecidos, las unidades Kjeldahl involucradas, deberán retirarse de servicio y acondicionarlas de tal manera que se ajusten a lo estipulado, una vez que se comporten como señala, podrán volver a ser utilizadas.
- La determinación de proteínas únicamente podrán realizarse en las unidades de digestión y destilación previamente validadas que cumplan con las condiciones establecidas para porcentajes de recuperación de nitrógeno con las muestras estándar.



EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

CÁLCULOS

El resultado del ensayo se obtiene del promedio de los valores individuales del duplicado.

$$\% \text{ de Nitrógeno} = \frac{(V_s - V_b) * N \text{ ó } M * 1.4007}{W}$$

$$\% \text{ de Proteína} = \% \text{ de Nitrógeno} * 6.38$$

En donde:

V_s= mL de ácido clorhídrico 0.1N requeridos en la titulación de la muestra.

V_b= mL de ácido clorhídrico 0.1N requeridos para la titulación del blanco.

El valor constante del blanco obtenido en varias de las unidades del equipo kjeldahl será el que se aplicará en la fórmula.

N= Normalidad del ácido clorhídrico.

1.4007= Miliequivalente del nitrógeno multiplicado por 100.

6.38= Factor de conversión de nitrógeno a proteína de la leche.

W= Peso de la muestra en (g).

CRITERIO DE ACEPTACIÓN

- La eficiencia del equipo se verifica mediante el porcentaje de nitrógeno recuperado del sulfato de amonio y triptófano, la cual debe ser de 98 a 102%, si no se cumple con esta condición se invalida el resultado.
- La diferencia permitida entre 2 resultados al efectuar un análisis por duplicado en la misma muestra y en forma simultánea por el mismo analista, no deberá exceder 0.10 g de nitrógeno por 100 g de muestra (%de proteína = 0.638 g/100 g de muestra), si no se cumple con esta condición se identifica como trabajo de ensayo no conforme.
- Para la aplicación del trabajo de ensayo y de los criterios de aceptación, se debe proceder conforme a los procedimientos Control de trabajo de ensayo no conforme y Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo (claves internas de cada laboratorio).

REFERENCIAS.

- Norma Mexicana NMX-F-608-NORMEX-2002, Alimentos- Determinación de proteínas en alimentos.- Método de prueba.
- Oficial Methods of Analysis of AOAC Internacional, 17^a edición, 1^a revisión, 2002.



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



- Norma Oficial Mexicana NOM-131-SSA1-1995, Bienes y Servicios. Alimentos para lactantes y niños de corta edad. Disposiciones y especificaciones sanitarias y nutrimentales. APÉNDICE NORMATIVO B – DE LOS METODOS DE PRUEBA. Determinación de proteína cruda (método kjeldahl).



DETERMINACIÓN DE PUNTO CRIOSCÓPICO

OBJETIVO:

Determinar el contenido de agua agregada a la leche, mediante un crioscopio.

FUNDAMENTO:

El principio en el cual se basa la técnica de la crioscopía, es la Ley de Raoult, que señala que tanto en el punto de congelación como en el punto de ebullición están determinados por la concentración molecular de las sustancias disueltas. La leche tiene un rango de congelación determinado, el cual está en función de la alimentación, raza, etapa de lactancia del ganado y época del año; si se adiciona agua a la leche, el punto de congelación se eleva del valor normal y tiende a acercarse a 0 °C, esta elevación de la temperatura es proporcional al porcentaje de agua adicionada.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Antes de proceder al análisis, homogeneizar la muestra por agitación e inversión repetida del recipiente que lo contiene evitando la formación de espuma, las pruebas siempre se deben iniciar con la muestra a temperatura ambiente y las soluciones patrón también deben estar a la misma temperatura.

DESARROLLO:

- Antes de iniciar las determinaciones verificar el nivel del líquido en el baño y la temperatura a -7.0 °C.
- Verificar la calibración del equipo con las soluciones patrón siguiendo las instrucciones del manual de operación del fabricante.
- Enjuagar el tubo con la muestra a analizar y medir 2 mL de muestra dentro del tubo del crioscopio.
- Colocar el tubo en la sección correspondiente del aparato y operar el equipo siguiendo las instrucciones del fabricante. (Realizar por duplicado).
- Leer y registrar la lectura que aparece en la pantalla (resultado). Si hay duda en alguna lectura obtenida, repetir la determinación.
- Retirar el tubo y limpiar perfectamente el sensor, el alambre, el mandril y la parte superior del elevador antes de cada determinación.
- Al terminar todas las determinaciones, colocar un tubo vacío en el contenedor para evitar la evaporación en el baño de congelación. Bajar el cabezal y apagar el equipo.

EXPRESIÓN DE RESULTADOS

La temperatura se reporta en °C, si la lectura se obtiene en °H, convertir las unidades aplicando la siguiente fórmula:

$$^{\circ}\text{C} = (0.1915) \times ((-L) - (0.00047851)) / 0.199$$



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



En donde L=Lectura directa del aparato en °H.

REFERENCIAS

- Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003 Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado- Denominación, Especificaciones Fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.



DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES EN LECHE FLUIDA: MÉTODO “SECADO EN ESTUFA”

OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para determinar los sólidos totales de la leche fluida por secado en estufa.

FUNDAMENTO:

El contenido de sólidos totales de la muestra, se obtiene por evaporación del agua a 100-102 °C hasta alcanzar el peso constante. La muestra se distribuye sobre una cama de arena, lo cual incrementa la superficie de contacto y la circulación del aire, favoreciendo la evaporación del agua y evitando puntos de sobrecalentamiento de la muestra.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Homogeneizar la muestra antes de tomarla, si es necesario colocar el envase original en baño maría a no más de 40 °C para incorporar la grasa o cualquier otro constituyente que haya podido separarse. Enfriar a temperatura ambiente antes de pesar.

PREPARACIÓN DE LAS CÁPSULAS:

Preparar las cápsulas a utilizar, conteniendo 25 g de arena y una varilla de vidrio de longitud aproximada para reposar oblicuamente en la cápsula a peso constante (la variación máxima entre pesada y pesada no debe ser más de 0.0005 g, al menos en dos pesadas consecutivas), secando en la estufa durante un mínimo de 2 horas a 100 ±2 °C, sacarlas de la estufa y colocarlas en el desecador, dejar enfriar a temperatura ambiente y pesar. Para cada muestra preparar las cápsulas por duplicado.

DESARROLLO:

- Pesar con precisión de 0.1 mg hasta 10 g de leche (5 g) y mezclar bien con la varilla.
- Evaporar a sequedad completa en baño maría a ebullición (aprox. 20 min.), colocando la cápsula sobre un triangulo de sílica o de material refractario.
- Durante la evaporación, el contenido de la cápsula debe removerse de vez en cuando al principio y más a menudo al final; evitar las pérdidas de producto y arena.
- Secar en una estufa por 4 horas a 100 ±2 °C, transcurrido el tiempo, enfriar en un desecador durante 45 minutos o hasta alcanzar la temperatura ambiente y pesar.

Nota:



- El método original indica secar la estufa a 100 ± 2 °C durante un período de 2 a 4 horas.
- Repetir el secado hasta que la diferencia entre dos pesadas sucesivas, no exceda de 0.5 g.

EXPRESIÓN DE RESULTADOS:

$$\% \text{Sólidos Totales} = (b-a) \times 100 / p$$

Donde:

a= peso de la cápsula + arena + varilla (g).

b= peso de la cápsula + arena + varilla + leche secada (g).

b= peso de la leche (g).

BIBLIOGRAFÍA:

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



DETERMINACIÓN DEL GRADO DE HOMOGENEIZACIÓN: MÉTODO “OCULAR MICROMÉTRICO”

OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para determinar el grado de homogeneización de la leche pasteurizada.

FUNDAMENTO:

La aplicación de una presión constante (80-120 kg /cm²) sobre una leche fluida, garantiza una dispersión y un tamaño de glóbulos grasos homogéneos en la misma. Mediante un microscopio equipado con un ocular micrométrico calibrado, se determina el tamaño de los glóbulos grasos, el cual puede ser correlacionado directamente con la presión de homogeneización y su distribución en la muestra. La determinación del grado de homogeneización permite ajustar la operación del homogeneizador.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

De la leche homogeneizada que se va a analizar, separar 200 mL aproximadamente y dejarla en reposo durante una hora en el refrigerador.

DESARROLLO:

- Tomar 1 mL de la muestra de leche fluida y mezclar con 25 mL de una solución de glicerina acuosa.
- Colocar en un portaobjetos limpio y seco una gota de la muestra (preparada en la solución de glicerina acuosa).
- Colocar un cubreobjetos y depositar sobre este una gota de aceite de inmersión.
- Bajar el objetivo de inmersión lentamente hasta que quede en contacto con el cubreobjetos, mover lentamente el objetivo observando en el ocular hasta que el campo se presente visible. Hacer el ajuste común y corriente por medio del tornillo micrométrico.
- Seleccionar 5 campos diferentes al azar, realizar en cada uno de los campos 5 mediciones diferentes para tener una estimación total con 25 medidas de glóbulos por muestra.

RESULTADOS:

La observación microscópica permite clasificar el grado de homogeneización en tres categorías:

- 1.- Homogeneización buena.
- 2.- Homogeneización regular.
- 3.- Homogeneización ineficaz.



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



REFERENCIAS

Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis. Homogenization Efficiency.
Editor by Foster Dee Snell and Leslie S. Ettre.
Interscience Publishers.
Division of John Wiley & Sons, Inc.
New York, London, Sydney, Toronto 1972,
Volume 16, pag. 133



PRUEBA DE ALCOHOL EN LECHE CRUDA

OBJETIVO:

Determinar la acidez de la leche a través de la estabilidad de las proteínas a la prueba de alcohol.

FUNDAMENTO:

Cuando se mezcla un volumen dado de alcohol etílico con leche, provoca una deshidratación parcial de ciertos coloides hidrofílicos presentes en la muestra, desnaturalizándolos y alcanzando un estado de desequilibrio entre sus dos fases discontinuas (emulsión grasa y suspensión coloidal).

PREPARACIÓN DEL ALCOHOL:

Alcohol etílico de 75% en volumen – 68% en peso, ó 77% en volumen – 70% en peso correspondientes a un peso específico de 0.8741 ó 0.8680 a 20/20 °C respectivamente, según se requiera.

- Medir en una probeta de 1000 mL, la cantidad de alcohol etílico de 96° y agua destilada necesarios para preparar la concentración deseada.
- Mezclar y verificar con el alcoholímetro la concentración del alcohol preparado, a la temperatura indicada en éste.
- Si la lectura es mayor a la concentración deseada, adicionar el agua poco a poco, mezclar y leer nuevamente hasta obtener la lectura deseada.
- Si la lectura es menor a la concentración deseada, adicionar alcohol poco a poco, mezclar y leer nuevamente hasta obtener la lectura deseada.
- Guardar en un frasco limpio y seco e identificar el reactivo preparado.
- La concentración del alcohol se debe verificar el día de uso con el alcoholímetro antes de iniciar labores.

DESARROLLO:

Agitación de la leche:

- Agitar manualmente la leche hasta obtener un producto homogéneo, introduciendo el agitador hasta el fondo del recipiente evitando que se derrame y con movimientos verticales para asegurar que la leche se mezcle perfectamente.

Toma de muestra:

- La muestra debe ser tomada inmediatamente después del mezclado mientras la leche esta aún en movimiento.

Procedimiento:

- Se sumerge el tubo recogedor del acidímetro SALUT en la muestra y se invierte 180°, automáticamente se dosifican 2 mL de leche y 2 mL de alcohol en el vaso de precipitados adaptando al equipo.



- En caso de carecer de este equipo, tomar 2 mL de leche con pipeta y vaciar en un tubo de ensayo, adicionar 2 mL de alcohol de la concentración indicada.
- Mezclar el contenido por rotación sin agitar.
- Examinar la muestra, observando la presencia o ausencia de grumos o coágulos.

Notas:

- En el caso de que se observe una reacción positiva en la muestra, repetir el análisis, si se confirma el resultado, se rechaza la leche.
- Considerar los casos en los cuales la leche no coagula al contacto con el alcohol, pero tiene mal olor, mal sabor, color anormal, etc. Estas leches deben ser rechazadas.

EXPRESIÓN DE RESULTADOS:

Expresar el resultado como positivo o negativo:

Positivo: Presencia de grumos o coágulos.

Negativo: Ausencia de grumos o coágulos.



DETERMINACIÓN DE LA SOLUBILIDAD EN PREMEZCLA DE VITAMINAS Y MINERALES PARA FORTIFICACIÓN DE LECHE FLUIDA

OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para la determinación de la solubilidad de la premezcla de vitaminas y minerales utilizadas para fortificar la leche fluida.

FUNDAMENTO:

Se basa en la determinación del grado de disolución y de formación de sedimentos de componentes no solubles en agua destilada a una temperatura de 60 °C, y con tiempos de agitación predeterminados.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

La premezcla de vitaminas y minerales se presenta como un polvo fino compuesto de vitaminas hidrosolubles y minerales, adicionada de un vehículo apropiado para estandarizar su composición, por lo que es necesario homogeneizar adecuadamente el polvo mediante agitación antes de tomar la alícuota para el ensayo.

DESARROLLO:

- Pesar con precisión 2.5 g de premezcla (concentración al 5%) ó 5 g (concentración al 10%) en dos matraces Erlenmeyer.
- Agregar a cada matraz 50 mL de agua destilada previamente calentada a una temperatura de 60-62 °C.
- Tapar el matraz y disolver agitando vigorosamente por un período mínimo de 3 minutos, utilizar guantes aislantes o franela para evitar quemaduras.
- Transcurrido el tiempo de agitación, trasvasar inmediatamente el contenido de cada matraz a una cuba de centrifuga cónica.
- Centrifugar las cubas a una velocidad de 600 r.p.m. \pm 50 por un mínimo de 3 minutos.

Nota:

- La presencia de un ligero precipitado color amarillo suspendido o en el fondo del matraz se considera normal.
-

EXPRESIÓN DE RESULTADOS:

Solubilidad de la premezcla evaluada.- Reportar el volumen de sedimento contenido en las cubas de la centrífuga, proveniente de 50 mL de solución de premezcla al 10%, valor máximo permisible concentración al 10% 0.2 mL.

BIBLIOGRAFÍA:

Método interno de Liconsa



APÉNDICE D)

DETERMINACIÓN GRÁFICA DE NEUTRALIZANTES, ADULTERANTES Y CONSERVADORES EN LECHE CRUDA

Investigación de la presencia de Neutralizantes

Método: Ácido Rosólico

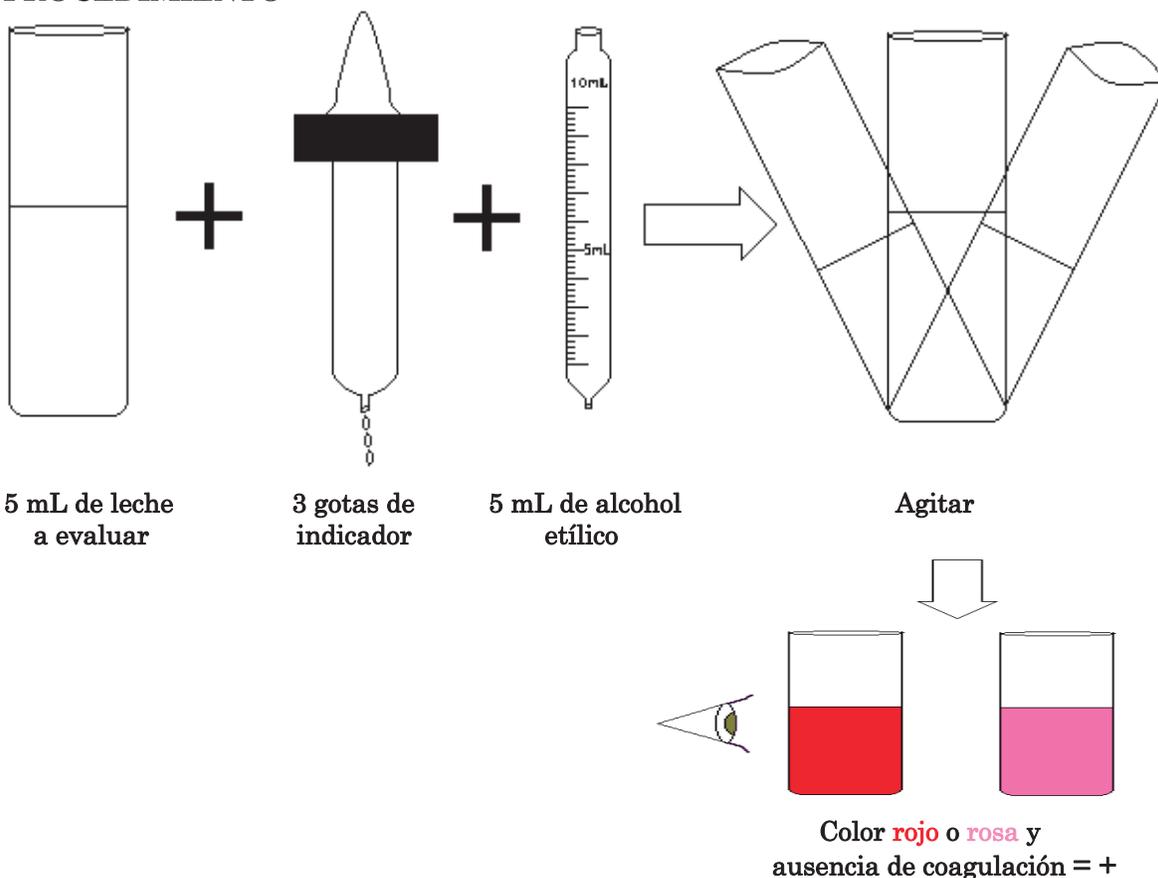
MATERIAL Y EQUIPO

- ↳ Pipeta serológica de 5 mL.
- ↳ Tubo de ensayo de 16 x 160 mm.

REACTIVOS

- ↳ Alcohol etílico 96%.
- ↳ Solución alcohólica de ácido rosólico al 1 %.

PROCEDIMIENTO





Investigación de la presencia de Neutralizantes

Método: Azul de Bromotimol

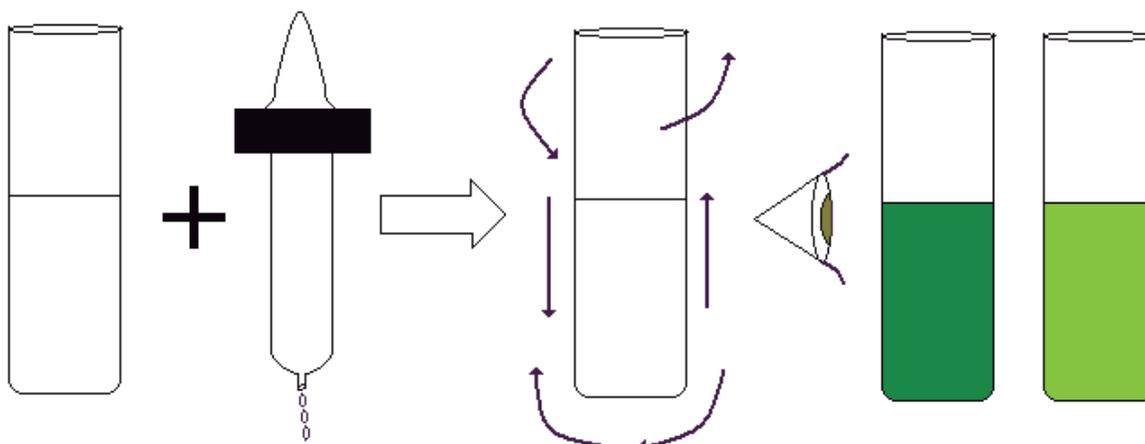
MATERIAL Y EQUIPO

- ‡ Pipeta serológica de 10 mL.
- ‡ Tubo de ensayo de 16 x 160 mm.

REACTIVOS

- ‡ Azul de Bromotimol sigma No. 962.
- ‡ Alcohol etílico 96%.
- ‡ Solución alcohólica de azul de Bromotimol al 1 %.

PROCEDIMIENTO



10 mL de leche a evaluar + 5 gotas de azul de Bromotimol al 1%

Verde intenso = + Verde amarillo = Normal



Investigación de la Adición de Formaldehído Reactivo de Schiff

MATERIAL Y EQUIPO

- ‡ Pipeta serológica de 10 mL.
- ‡ Tubo de ensayo de 16 x 160 mm.

REACTIVOS

- ‡ Reactivo de Schiff.
- ‡ Ácido clorhídrico al 25% v/v.
- ‡ Formaldehído en solución (mín. 37 %).

PROCEDIMIENTO

10 mL de
leche + 1 mL Reactivo
de Schiff → **Rojo carmín** + 1 mL de HCl → **Azul = +** Incoloro = -

INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

- ‡ En presencia de Formaldehído aparece una coloración **rojo carmín**, que puede pasar al **azul**, al añadir el ácido clorhídrico.
- ‡ Si no hay formol, la adición del HCl forma el líquido incoloro.



Investigación de la presencia de Hipocloritos

Método: Yoduro de Potasio

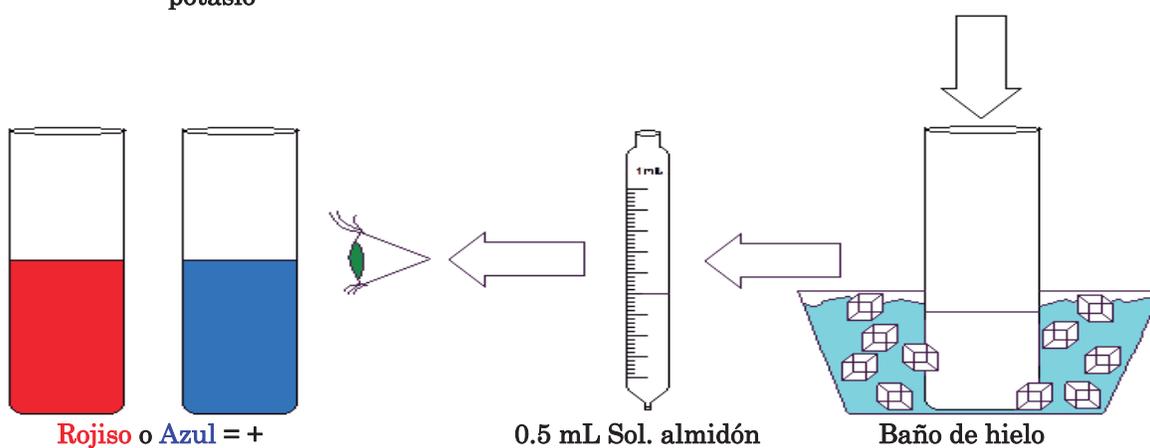
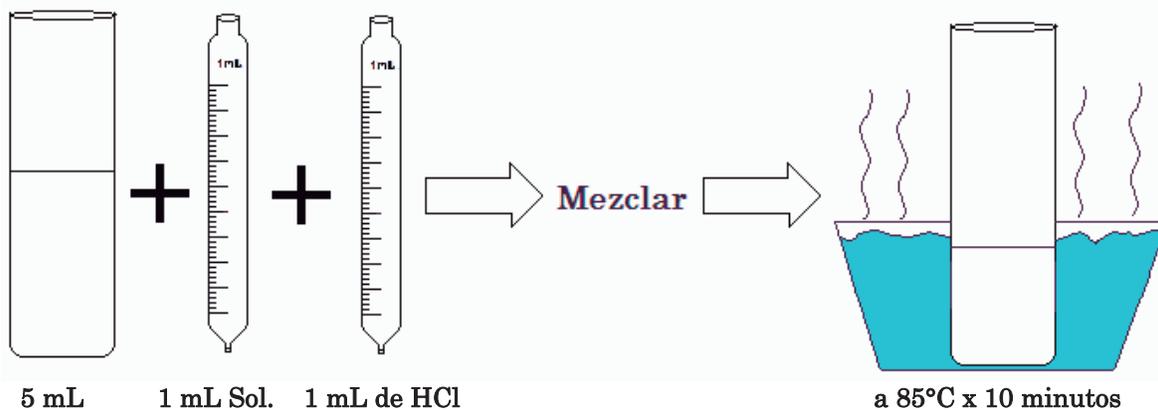
MATERIAL Y EQUIPO

- ⌋ Pipeta serológica de 10 mL.
- ⌋ Tubo de ensaye de 16 x 160 mm.
- ⌋ Baño maría de 85°C.
- ⌋ Baño de hielo.

REACTIVOS

- ⌋ Solución acuosa de Yoduro de Potasio al 7% w/v.
- ⌋ HCl diluido 1:3 v/v.
- ⌋ Solución de almidón al 1% (reactivo No. 1).
- ⌋ Hipoclorito de sodio, dilución 1:100.

PROCEDIMIENTO





Investigación de la adición de Almidón

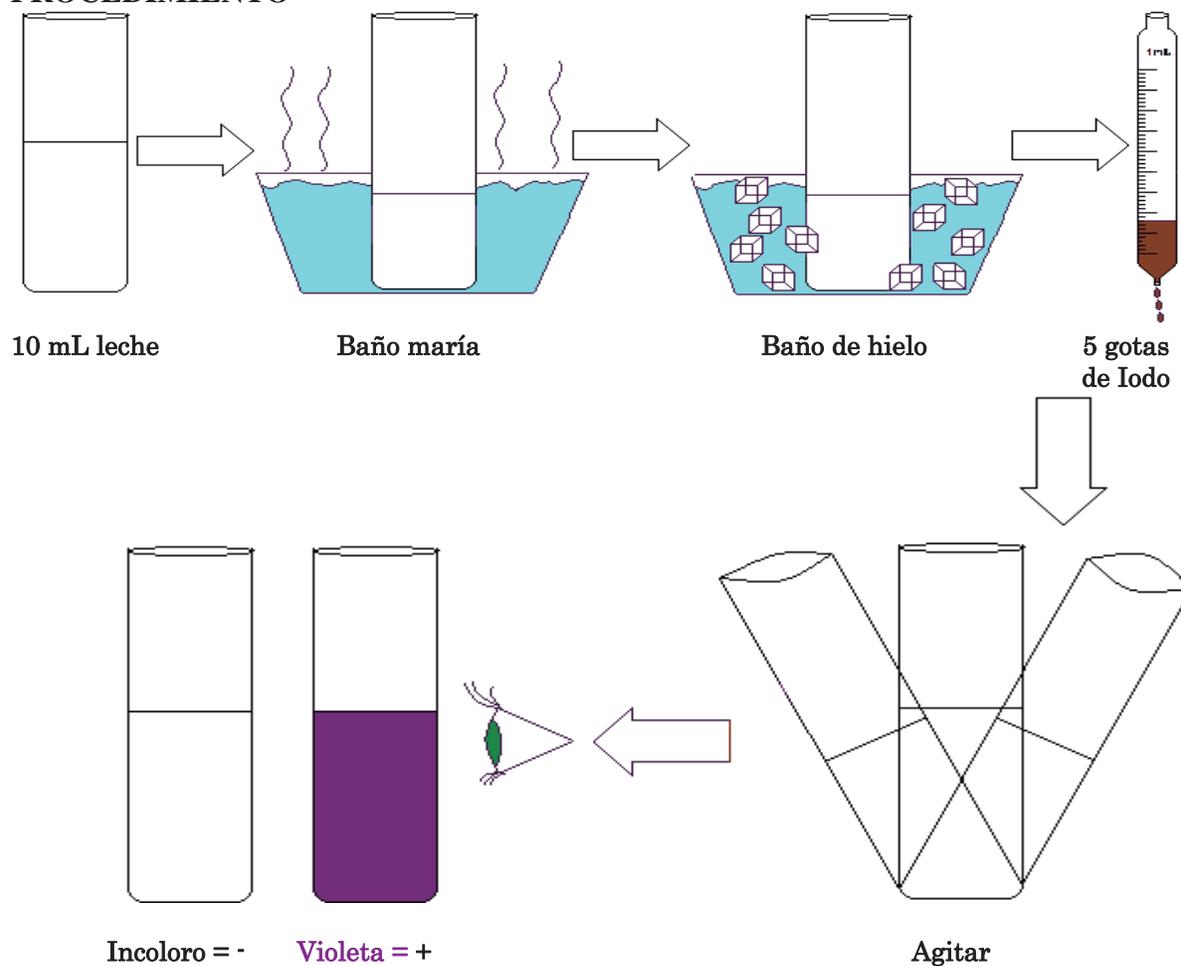
MATERIAL Y EQUIPO

- ⌋ Pipeta serológica de 10 mL.
- ⌋ Tubo de ensaye de 16 x 160 mm.
- ⌋ Baño maría.
- ⌋ Baño de hielo.

REACTIVOS

- ⌋ Solución saturada de Iodo.

PROCEDIMIENTO





Investigación de la adición de Almidón

MATERIAL Y EQUIPO

- ⌋ Pipeta serológica de 10 mL.
- ⌋ Tubo de ensaye de 16 x 160 mm.
- ⌋ Baño maría.
- ⌋ Baño de hielo.

REACTIVOS

- ⌋ Solución saturada de Iodo.

PROCEDIMIENTO

