

DETERMINACIONES ANALÍTICAS EN LECHE Y PRODUCTOS LÁCTEOS



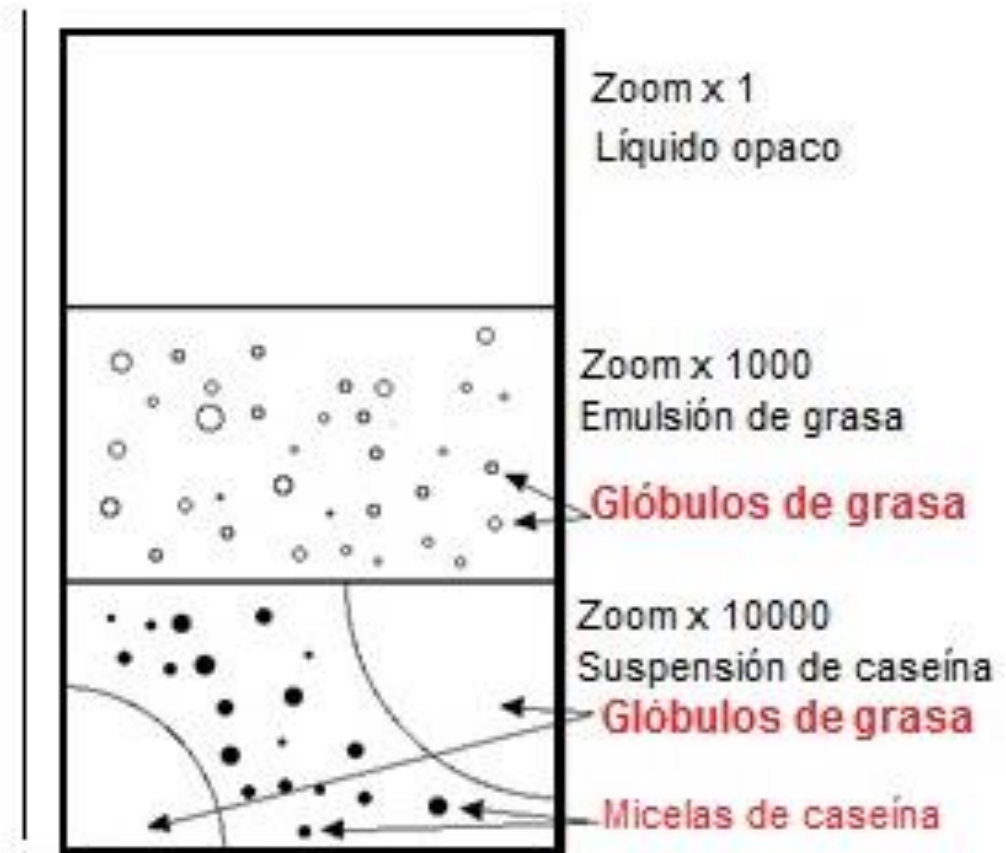
LECHE Y DERIVADOS = ALIMENTOS o PRUCTOS LÁCTEOS

La leche es **EMULSIÓN** blanquecina que produce una sensación suave en la boca con un especial sabor entre dulce y salado.



La leche entera de consumo habitual está constituida por un **elevado porcentaje de agua**, en la cual se encuentran **disueltos** lípidos, proteínas y otras sustancias nitrogenadas, **carbohidratos y sales**.

Figura 2: Estructura de la leche



PRODUCTOS LÁCTEOS

Los productos lácteos se obtienen a partir de **modificaciones** realizadas a la **materia prima**, basadas tanto en la **eliminación parcial de agua** así como la **modificación en su contenido de grasas y proteínas**.

CUALES SON :



YOGURT

- El yogurt preparado con leche de vaca parcialmente descremada contiene 88,50% de agua, 3,50% de proteínas, 1,80% de lípidos, 5,00% de glúcidos y un aporte energético de 49 Kcal cada 100 gramos.

ANÁLISIS

Leche de MALA CALIDAD podría:

- ✓ estropear la fabricación de LOS PRODUCTOS LACTEOS,
- ✓ ser impropia para el consumo, al grado de ser causante infecciones o enfermedades crónicas.

Es por eso que, con el fin de **validar su buena calidad**, se han determinado algunos **análisis** como indicadores para conocer más acerca de su **procedencia, tratamiento, procesamiento e inclusive su precio.**



ANÁLISIS

Los productos lácteos se pueden analizar por **métodos químicos, físicos, microbiológicos y sensoriales**.

- 1. Las técnicas físicas y químicas** se utilizan con frecuencia para:
 - Determinar la composición y calidad de la leche,
 - Determinar la presencia o ausencia de adulterantes.
- 2. Los métodos microbiológicos :** la **calidad sanitaria de la leche**.
- 3. Las técnicas sensoriales :** calidad de la leche, la **aceptabilidad de los productos**.

Las técnicas físicas y químicas

Incluye:

- sólidos en suspensión
- proteínas
- grasas
- energía
- cenizas
- niveles de acidez,
- gravedad específica, y
- los elementos últimos (específicos) : lactosa, sodio, potasio, **calcio**, cloro, fosfatos, citrato, conservantes y antibióticos, microorganismos añadidos, residuos de detergente, residuos orgánicos y microorganismos.

Algunas determinaciones son exclusivas de ciertos lácteos, por ejemplo,

- la medida de contenido graso de la mantequilla,
- el análisis físico de quesos,
- la determinación de humedad en los yogures, etc.

LECHE

Composición química de la leche



PROPIEDADES FÍSICAS DE LA LECHE

Densidad de la leche entera (15°C g/cm³)	1.032
Densidad de la leche descremada	1.036
Densidad materia grasa (15°C g/cm³)	0.940
pH	6.6 - 6.8
Acidez en Ácido Láctico (gr/100ml)	0.13- 0.18
Punto de congelación en °C	- 0.55
Índice de refracción	1.34 – 1.35
Viscosidad absoluta a 15°C	0.0212- 0.0354
Poder calórico por litro (cal)	700

MINERALES IMPORTANTES EN LECHE

	mg /100 ml
CALCIO	123
MAGNESIO	12
FÓSFORO	95
SODIO	58
POTASIO	141
CLORO	119
AZUFRE	30

TABLA 1. Requisitos fisicoquímicos de la leche cruda.

REQUISITOS	UNIDAD	MIN.	MAX.	MÉTODO DE ENSAYO
Densidad relativa: a 15 °C A 20 °C	-	1,029 1,028	1,033 1,032	NTE INEN 11
Materia grasa	% (fracción de masa) ⁴	3,0	-	NTE INEN 12
Acidez titulable como ácido láctico	% (fracción de masa)	0,13	0,17	NTE INEN 13
Sólidos totales	% (fracción de masa)	11,2	-	NTE INEN 14
Sólidos no grasos	% (fracción de masa)	8,2	-	*
Cenizas	% (fracción de masa)	0,65	-	NTE INEN 14
Punto de congelación (punto crioscópico) **	°C °H	-0,536 -0,555	-0,512 -0,530	NTE INEN 15
Proteínas	% (fracción de masa)	2,9	-	NTE INEN 16
Ensayo de reductasa (azul de metileno)***	h	3	-	NTE INEN 018
Reacción de estabilidad proteica (prueba de alcohol)	Para leche destinada a paturización: No se coagulará por la adición de un volumen igual de alcohol neutro de 68 % en peso o 75 % en volumen; y para la leche destinada a ultrapasteurización: No se coagulará por la adición de un volumen igual de alcohol neutro de 71 % en peso o 78 % en volumen			NTE INEN 1500
Presencia de conservantes ¹⁾	-	Negativo		NTE INEN 1500
Presencia de neutralizantes ²⁾	-	Negativo		NTE INEN 1500
Presencia de adulterantes ³⁾	-	Negativo		NTE INEN 1500
Grasas vegetales	-	Negativo		NTE INEN 1500
Suero de Leche	-	Negativo		NTE INEN 2401
Prueba de Brucelosis	-	Negativo		Prueba de anillo PAL (Ring Test)
RESIDUOS DE MEDICAMENTOS VETERINARIOS ⁵⁾	ug/l	---	MRL, establecidos en el CODEX Alimentarius CAC/MRL 2	Los establecidos en el compendio de métodos de análisis identificados como idóneos para respaldar los LMR del codex ⁶⁾

* Diferencia entre el contenido de sólidos totales y el contenido de grasa.

** °C= °H · f, donde f= 0,9656

*** Aplicable a la leche cruda antes de ser sometida a enfriamiento

1) Conservantes: formaldehído, peróxido de hidrógeno, cloro, hipocloritos, cloraminas, lactoperoxidasa adicionada y dióxido de cloro.

2) Neutralizantes: orina, carbonatos, hidróxido de sodio, jabones.

3) Adulterantes: Harina y almidones, soluciones azucaradas o soluciones salinas, colorantes, leche en polvo, suero de leche, grasas vegetales.

4) "Fracción de masa de B, W_B": Esta cantidad se expresa frecuentemente en por ciento, %. La notación "% (m/m)" no deberá usarse.

5) Se refiere a aquellos medicamentos veterinarios aprobados para uso en ganado de producción lechera.

6) Establecidos por el comité del Codex sobre residuos de medicamentos veterinarios en los alimentos

REQUISITOS	UNIDAD	ENTERA MIN. MAX.		SEMIDESCREMADA MIN. MAX.		DESCREMADA MIN. MAX.		MÉTODO DE ENSAYO	
Densidad Relativa a 15°C a 20°C	- -	1,029 1,028	1,033 1,032	1,030 1,029	1,033 1,032	1,031 1,030	1,036 1,035	NTE INEN 11	
Contenido de grasa	% (fracción de masa)	3,0	-	≥ 1,0	< 3,0	-	< 1,0	NTE INEN 12	
Acidez titulable, expresada como ácido Láctico	% (fracción de masa)	0,13	0,18	0,13	0,18	0,13	0,18	NTE INEN 13	
Sólidos totales	% (fracción de masa)	11,30	-	8,80	-	8,30	-	NTE INEN 14	
Sólidos no grasos	% (fracción de masa)	8,30	-	8,20	-	8,20	-	*	
Ceniza	% (fracción de masa)	0,65	0,80	0,70	0,80	0,70	0,80	NTE INEN 14	
Punto de congelación (punto crioscópico)**	°C °H	-0,536 -0,555	-0,512 -0,530	-0,536 -0,555	-0,512 -0,530	-0,536 -0,555	-0,512 -0,530	NTE INEN 15	
Proteínas	% (fracción de masa)	2,9	-	2,9	-	2,9	-	NTE INEN 16	
Ensayo de fosfatasa	-	Negativo		Negativo		Negativo		NTE INEN 19	
Ensayo de Peroxidasa	-	Positivo		Positivo		Positivo		NTE INEN 2334	
Presencia de conservantes ¹⁾	-	Negativo		Negativo		Negativo		NTE INEN 1500	
Presencia de neutralizantes ²⁾	-	Negativo		Negativo		Negativo		NTE INEN 1500	
Presencia de adulterantes ³⁾	-	Negativo		Negativo		Negativo		NTE INEN 1500	
Grasa Vegetal	-	Negativo		Negativo		Negativo		NTE INEN 1500	
Suero de Leche	-	Negativo		Negativo		Negativo		NTE INEN 2401	
RESIDUOS DE MEDICAMENTOS VETERINARIOS ⁵	ug/l	-	LMR, establecidos en el CODEX Alimentarius CAC/MLR2	-	LMR, establecidos en el CODEX Alimentarius CAC/MLR 2	-	LMR, establecidos en el CODEX Alimentarius CAC/MLR 2	Los establecidos en el compendio de métodos de análisis identificados como idóneos para respaldar los LMR del codex ⁶	
Reacción de estabilidad proteica (prueba de alcohol)	No se coagulará por la adición de un volumen igual de alcohol neutro de 68 % en peso o 75 % en volumen								NTE INEN 1500
Cuando el producto haya sido reducido en su contenido de lactosa									
Lactosa en el producto parcialmente deslactosado	% (fracción de masa)	--	1,4	--	1,4	--	1,4	AOAC 984.15.15 Edc. Vol. 2	
Lactosa en el	% (fracción	--	0,7	--	0,7	--	0,7	AOAC	

TOMA DE MUESTRAS

- De la toma de muestras depende los resultados del análisis.
- La muestra tomada es generalmente muy pequeña **(200 a 500 ml-FQ y 150 ml-Microbiológico)** comparada con el volumen con que trabajan las plantas lecheras; por ende un **pequeño error** puede **representar grandes pérdidas** económicas.

Lugar de toma demuestra

- a. De los tanques de transporte con leche cruda, antes del despacho a la planta; tomar la muestra a la llegada a la planta de la misma.
- b. Individual en porongos o tarros, provenientes directamente de los porongos de cada proveedor. Antes de despachar la leche, se procede a tomar una muestra y en el momento de llegar a la planta.



Figura 1. El transporte de la leche se realiza mediante cisternas homologadas

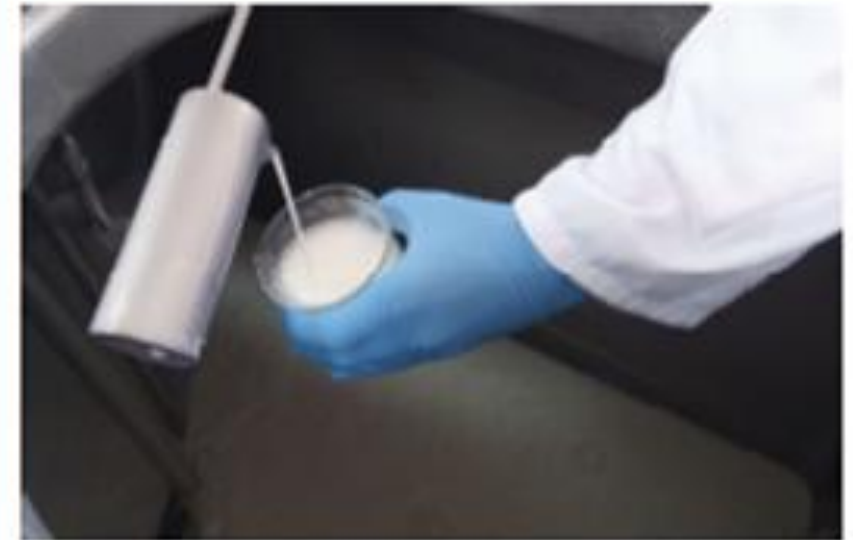


Figura 2. Toma de muestras en el centro lácteo

TOMA DE MUESTRAS

- La Muestra **debe ser representativa** para que los resultados sean los más aproximados a la realidad; para lograr esto se debe considerar :
- Cuando las **lotes son grandes**, deben ser agitadas con **medios mecánicos** adecuados **durante 5 a 10 minutos**.
- Cuando la muestra va a representar al **contenido de varios tarros**, tome
 - dos muestras por cada 2 a 5 tarros,
 - tres por 6 a 60 tarros,
 - cuatro por 61 a 80,
 - cinco por 81 a 100 y
 - finalmente una muestra más por cada 100 tarros adicionales o fracción de ella
- Las muestras para análisis grasa, pueden ser individuales o compuestas;
- las muestras individuales son aquellas tomadas en cantidades iguales a 100 - 125 mL y que provienen de una sola fuente.
- Las muestras compuestas son las formadas por la mezcla de muestras individuales tomadas en cantidades proporcionales al total del producto que representan;

ANALISIS

EXAMEN Y PRUEBAS DE PLATAFORMA O ANDÉN DE RECEPCIÓN.

Determinamos las pruebas aplicadas al momento de la recepción de la leche cruda.

Las pruebas de recepción permiten tomar decisiones acertadas para la aceptación o rechazo de la leche.

Las pruebas empleadas en la recepción garantizan la calidad de la leche para ser procesada

- Temperatura
- Examen Sensorial de la leche, y de presencia de Calostro.
- Examen de Acidez, pH.
- Prueba de Estabilidad al alcohol
- Lactofiltración

Bacteriológicas

- Reducción del Azul de metileno a 37°C y 20°C.

PRUEBAS DE LABORATORIO

Control de calidad y cumplimiento con normativa

GRASA

Sólidos no grasos (SNF)

Densidad

Proteína

Lactosa

Sales

agua añadida

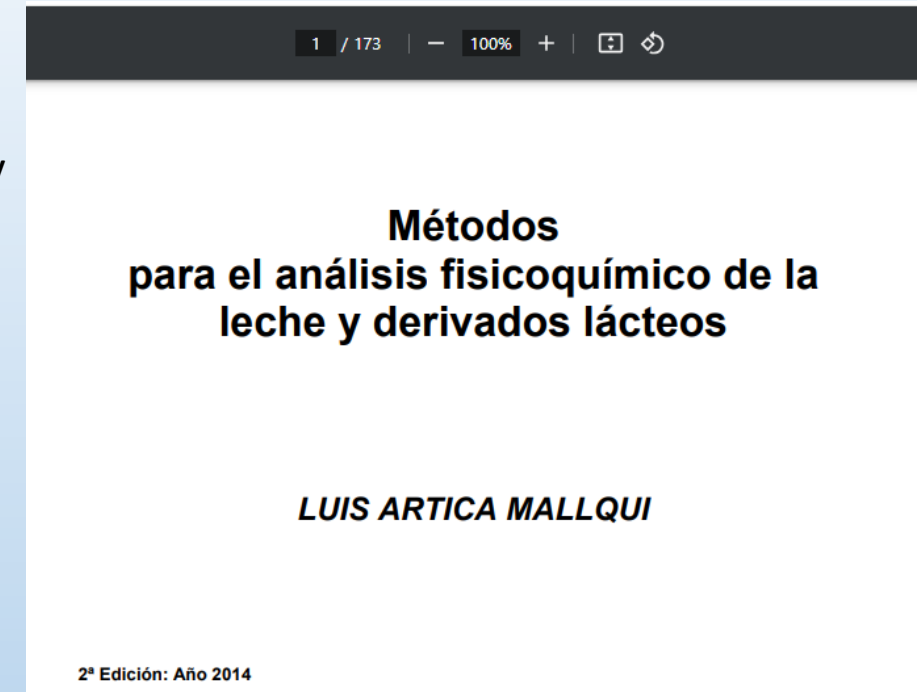
Punto de congelación

pH

Índice de refracción

Ensayos fisicoquímicos realizados por métodos de referencia u oficiales

- Materia grasa por gravimetría
- Sólidos totales por gravimetría
- Proteína por volumetría (Kjeldahl)
- Materia grasa, proteína, lactosa, sólidos totales, cenizas por gravimetría y volumetría
- pH por potenciometría
- Punto crioscópico en leche por método crioscópico
- Estabilidad en leche mediante la prueba del alcohol
- Densidad a 20°C en leche por densitometría
- Acidez oleica en nata y mantequilla por valoración
- Acidez Thorner en leche por valoración
- Humedad en mantequilla por gravimetría
- Sólidos no grasos y grasa en mantequilla por gravimetría/Cálculo
- Materia grasa y sólidos totales en nata cruda o pasteurizada por espectroscopía infrarroja (NIR)
- Materia grasa, sólidos totales, proteína y cenizas en leche evaporada por espectroscopía infrarroja (NIR)
- Materia grasa, humedad, proteína y cenizas en leche en polvo por espectroscopía infrarroja (NIR)



<https://luisartica.files.wordpress.com/2011/11/metodos-de-analisis-de-leche-2014.pdf>

PROCEDIMIENTOS

PARÁMETROS DE CALIDAD ORGANOLÉPTICA

Color: La leche es un líquido opaco de color blanco amarillento.

Sabor y olor

El sabor es ligeramente dulce y el olor es inespecífico

Color: Blanco grisáceo a amarillento

Variaciones en el color sabor y olor:

- ☐ Alteraciones fisiológicas
- ☐ Estados patológicos.
- ☐ Crecimiento microbiano
- ☐ La alimentación.
- ☐ Tratamiento térmico.



EXAMEN ORGANOLÉPTICO

COLOR :

la **leche** tiene un color **blanco aporcelanado**, debido a los pigmentos que aportan el color amarillo suave característico de la grasa por los carotenoides que provienen del forraje

La **leche descremada**, tiene una leve **coloración azul** porque se retira la grasa, aparte de que, terminando la fase de lactancia, se puede presentar una variación en el color de la leche, relacionado con la concentración de minerales.

Leche Mastítica de color amarillenta

OLOR:

El olor característico de la leche es suave debido a la presencia de ácidos, aldehídos, cetonas y trazas de sulfato de metilo, siendo estos compuestos orgánicos de bajo peso molecular

SABOR:

Normalmente la leche tiene un sabor suave, agradable y, debido al contenido de lactosa, el sabor de la leche es ligeramente dulce; se puede alterar por el desarrollo de algunos gérmenes psicotrofos y, finalizando el ciclo de lactancia, se presenta un sabor salado, debido a la presencia de cloruros.

DETERMINACIÓN DE TEMPERATURA

la leche debe refrigerarse a $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ inmediatamente después del ordeño o entregarse a las plantas de acopio o procesamiento en el menor tiempo posible, garantizando la conservación e inocuidad.

Se determina con un termómetro



Procedimiento

- Calibrar y graduar los termómetros con escala entre -10 a $+100^{\circ}\text{C}$, y con divisiones no menores de 1°C .
- Dar el tiempo suficiente para estabilizar la temperatura del termómetro a la del producto.
- Efectuar la lectura de la temperatura evitando la contaminación de las muestras, por medio de la limpieza y desinfección previa a los termómetros.
- Separar las muestras de análisis microbiológico en recipientes separados para no medir la temperatura directamente.

DETERMINACION DE LA SEDIMENTACION O LACTOFILTRACION

- El objetivo de esta prueba es establecer la presencia **de sustancias o materiales extraños en la leche**. Tales como las impurezas recogidas durante el ordeño, derivados del establo, utensilios del ordeño, presencia de pelos, excremento, fragmentos diversos, tierra, insectos etc.
- Indican si la leche ha sido producido o procesada bajo condiciones inadecuadas de limpieza y saneamiento.



Procedimiento:

- a.-colocar el disco de algodón en el sedimentador
- b.-Verter la muestra de leche homogénea a través del disco
- c.- Retirar el disco del equipo y colocarlo en el desecador y colocarlo sobre el papel transparente encerado de una tarjeta especial para registrar resultados
- d.-Comparar el disco muestra con los patrones fotográficos



PRUEBA LACTOMÉTRICA, DENSIDAD O PESO ESPECIFICO

La leche es una emulsión grasa - agua; consecuentemente su densidad es una función de la densidad de la grasa y del agua, así como de las proporciones de estos componentes.

La densidad de la grasa es de aproximadamente 0.93 y de los SNG (proteínas, sales minerales y lactosa) 1.5; cuando el **contenido de grasa** en la leche **aumenta**, la **densidad disminuye**; cuando los **SNG de la leche aumentan**, la **densidad también se incrementa**.

La leche tiene un peso específico de 28 a 34 °Q o 1,028 a 1,034 a 15° C la variación de este rango puede ayudar a detectar rápidamente adulteraciones como el aguado y el descremado

✓ <1,028 = Se presume Aguado o Se presume Descremado

Relación=Punto Crioscópico.

Procedimiento

Generalmente la densidad de la leche se determina utilizando el **LACTODENSÍMETRO** de gerber o quevenne, especialmente diseñado para determinar el peso específico (Pe) de la leche a una determinada temperatura (15°C o 20°C), aunque también puede efectuarse a otras temperaturas pero corrigiendo la lectura a 15°C o 20°C

El lactodensímetro de gerber tiene un vástago con escala graduada que va de Campo de medición (kg/m³): 1025-1036

El lactodensímetro de Quevenne tiene un vástago con escala graduada que va de 15 a 40 °Q y corresponden a valores de la milésima de la unidad.

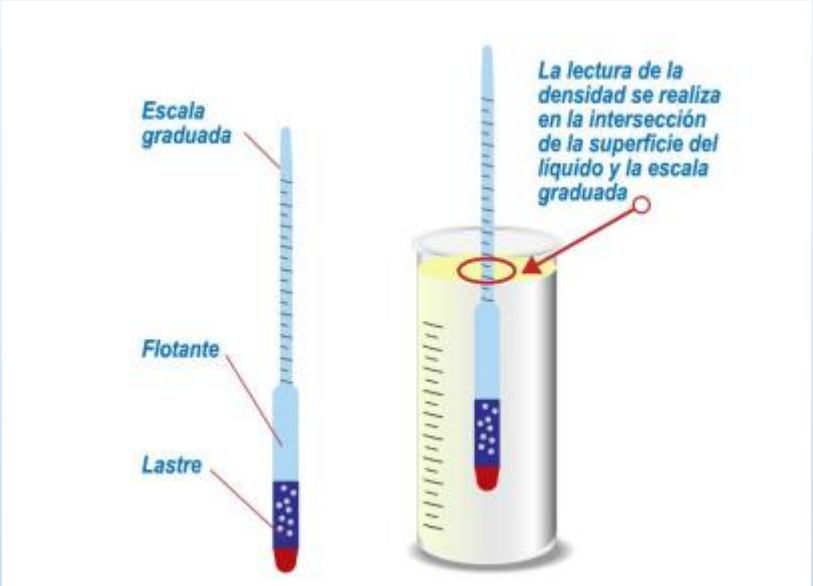
Así, una lectura de 33 indica una densidad de 1,033 g/ml.



DENSIDAD

Procedimiento

- Llenar la probeta con leche fresca, evitando la espuma.
- Introducir el lactodensímetro, girarlo y dejar que se estabilice unos segundos.
- Tomar la lectura de la densidad y la temperatura que determina el vástago.
- Corregir la densidad. La lectura de la densidad se corrige teniendo en cuenta si la temperatura de la leche está por encima o por debajo de la temperatura de **referencia del lactodensímetro** a 15°C, esta corrección se hace con la siguiente formula:



La densidad relativa a [20/20°C] de la leche, se calcula mediante la ecuación siguiente:

$d_{20} = d + 0,0002 (t - 20)$

Siendo: d_{20} = densidad relativa a 20/20°C;
d = lectura leída durante la determinación
t = temperatura de la muestra durante la determinación, en °C

La densidad relativa a [15/15°C] de la leche,

$d_{15} = d + 0,0002 (t - 15)$

Siendo: d_{15} = densidad relativa a 15/15°C;
d = lectura leída durante la determinación
t = temperatura de la muestra durante la determinación, en °C

REQUISITOS	UNIDAD	MIN.	MAX.	MÉTODO DE ENSAYO
Densidad relativa:				
a 15 °C	-	1,029	1,033	NTE INEN 11
A 20 °C		1,028	1,032	

Ejemplo 28Q a 18°C en lactodensímetro calibrado a 15°C

$$D = L + 0.2*(T - 15)$$

$$D = 28 + (0.2* (18-15))$$

$$D = 28 + 0.2*3 = 28 + 0,6 = 28,6 = 1,0286$$

28Q a 13°C en lactodensímetro calibrado a 15°C

$$D = L + 0.2*(T - 15)$$

$$D = 28 + (0.2* (13-15))$$

$$D = 28 + 0.2*-3 = 28 - 0,6 = 27,4 = 1,0274$$

Prueba de estabilidad proteica

Antes de someter una leche cruda a un **tratamiento térmico** es preciso asegurarse de su estabilidad al calentamiento que va a sufrir.

Existen diversas pruebas que permiten determinar la estabilidad de la leche cruda y seleccionarla para un determinado tratamiento térmico:

- ✓ Prueba del Alcohol,
- ✓ Prueba de la Ebullición y
- ✓ Prueba del Fosfato

PRUEBA DEL ALCOHOL

Fundamento

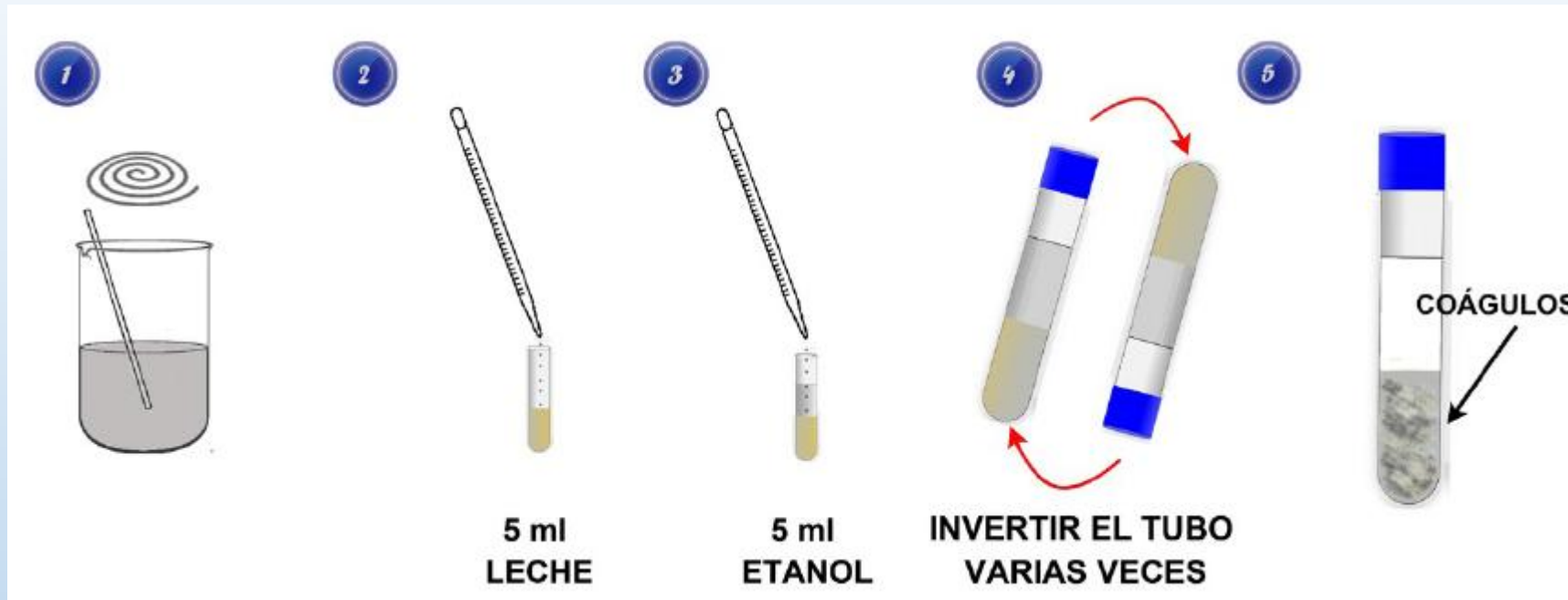
Al añadir una cierta cantidad de alcohol etílico a la leche se **produce una parcial o total deshidratación de ciertos coloides hidrófilos**, lo que puede conducir a su **desnaturalización y a la pérdida del estado de equilibrio seguida de floculación**.

Dicha desnaturalización sólo ocurre cuando se llega a un cierto grado de alcohol en la mezcla final, por debajo del cual las leches estables no floculan.

La graduación del alcohol a utilizarse:

SEGÚN PROCESO	SEGÚN ESPECIE
PASTERIZACIÓN → 67 - 68 %	 → 67 - 68 %
ESTERILIZACIÓN → 72 - 74 %	
UPERIZACIÓN O ULTRAPASTEURIZACIÓN → 76 %	
	 → 56 - 57 %

Procedimiento.



- 1) Homogeneizar la leche agitándola con una varilla agitadora.
- 2) En un tubo de ensayo, depositar 5 ml de la leche problema.
- 3) Añadir 5 ml de etanol con la gradación correspondiente.
- 4) Mezclar invirtiendo el tubo varias veces
- 5) examinar la mezcla

COÁGULOS = LECHE INESTABLE

Si no se observan coágulos en las paredes del tubo, la leche es estable
Si se percibe la formación de coágulos en las paredes del tubo, indica que la leche **no es estable**

Discusión de los resultados

Cuando se mezcla la leche con igual volumen de Etanol de 72º, se presenta la coagulación o precipitación del producto; ocurre con una acidez igual o superior a 22,5 ml NaOH 0,1 N/100 ml. Así mismo, nos indica que una prueba de alcohol positiva también muestra poca estabilidad de la leche al calor, hecho muy importante si el producto ha de ser pasteurizado o esterilizado. De igual manera, es útil para detectar si la leche es inadecuada para su procesamiento y consumo, como es el caso de la leche calostro o leches con alteraciones en el balance salino, que las hacen más susceptibles a la coagulación.



REDUCCION DEL AZUL DE METILENO (PRUEBA DE REDUCTASA)

Fundamento

La mayoría de los gérmenes de la leche elaboran reductasas que modifican el potencial de óxido-reducción de la misma.

El método consiste **en añadir a la leche una sustancia que se decolore** al pasar de la forma oxidada a la forma reducida. La rapidez con que cambia de color está en **función de la población bacteriana** y, por ello, puede ser un índice del grado de contaminación de la leche.

El colorante más empleado es el **azul de metileno**, pero también se pueden utilizar la resazurina y el cloruro de 2, 3, 5, trifeniltetrazolium, ya que son colorantes fácilmente absorbibles por las células vivas.

CLASE DE LECHE	TIEMPO DE REDUCCIÓN DEL AZUL DE METILENO	CONTENIDO MICROBIANO UFC/mL
(I) Buena calidad	5 horas (300 minutos)	100 000 – 200 000
(II) Buena a Regular calidad	2 - 4 horas (120 a 240 minutos)	200 000 a 2 millones
(III) Mala calidad	Menor 2 horas (120 minutos)	2 a 10 millones



Reactivo de azul de metileno.

Preparar una solución madre diluyendo unos gramos de azul de metileno en alcohol de 96° hasta conseguir la saturación. • Para preparar la solución de trabajo tomar 2.5 mL de la solución madre y adicionar 97.5 mL de agua destilada estéril.

Procedimiento

- ✓ Agitar la leche y agregar 10 mL de leche a un tubo de ensayo.
- ✓ Añadirle 0.5 mL azul de metileno, evitar el contacto con la leche
- ✓ Tapar los tubos e introducirlos en baño maría a 37°C.
- ✓ Realizar dos ensayos simultáneos para cada muestra.
- ✓ Leer los resultados al cabo de 10 minutos y a la hora

Observaciones e Interpretación

La presencia de microorganismos en la leche y por su acción reductora, se produce una modificación del color del azul de metileno, pasando de color azul intenso a azul claro, pudiendo desaparecer totalmente de acuerdo a la carga microbiana presente.

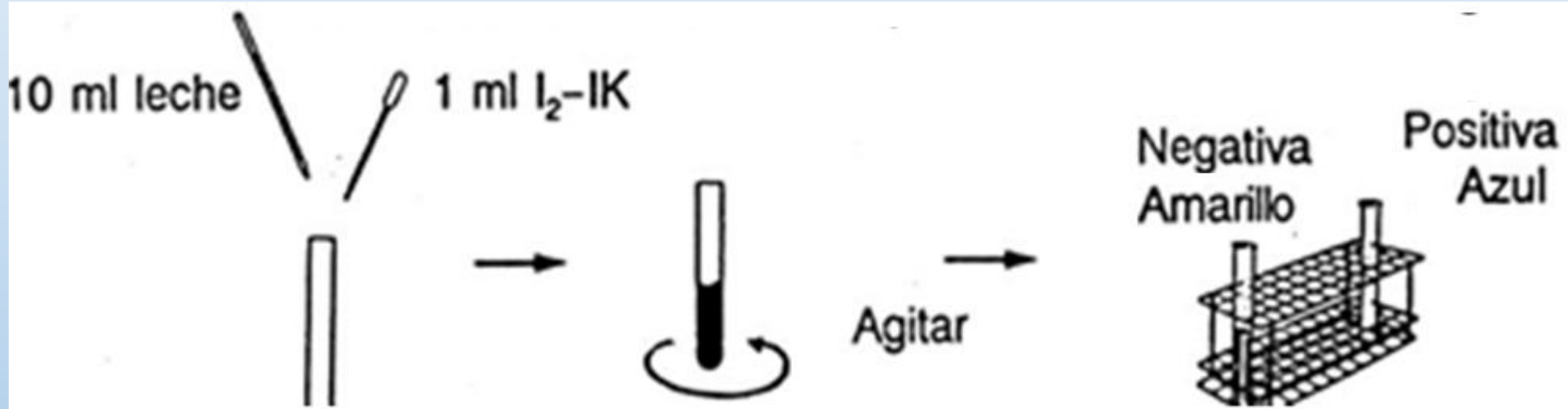
En la leche natural fresca el tiempo de decoloración debe ser superior a las dos horas, mientras que en la certificada debe ser superior a las cinco horas,

En general se admite que la decoloración es más rápida cuanto mayor es el número de microorganismos en la leche. Sin embargo, las bacterias presentan distinta habilidad para reducir el azul de metileno, así el *Streptococcus liquefaciens*, los gérmenes del grupo coliaerógenos y los de la putrefacción (*Bacillus subtilis*) se muestran muy activos. Las células somáticas presentes en la leche también influye mucho en la velocidad de decoloración, sobretodo los leucocitos.

DETECCIÓN DE ALMIDÓN Y FÉCULAS

La adición de sólidos como féculas (almidón) es una forma de enmascarar la adición de agua en la leche

La prueba del yodo, es decir, la reacción entre el yodo y el almidón, es la que nos permite detectar la presencia de almidón en algunos alimentos. Esta reacción es el resultado de la formación de cadenas de poliyoduro (generalmente triyoduro, I_3^-) que se enlazan con el almidón en las hélices del polímero dando una coloración azul



SOLUCIÓN DE YODO: 1 gramo de yodo y 1 g de yoduro de potasio

DETERMINACIÓN DEL pH

Las diferentes leches tienen un balance iónico cercano a la neutralidad.

La leche de vaca tiene una relación débilmente ácida, con un pH entre 6.6 y 6.8, como consecuencia de la presencia de caseína y de los iones fosfórico y cítrico principalmente

Las mediciones se expresan en unidades de pH a 20°C, con dos cifras decimales y precisión de 0,10 .

El pH de una leche es inversamente proporcional a la acidez; es decir, a mayor acidez menor pH.



Si el valor de pH es diferente, puede deberse a:

- Un deficiente estado sanitario de la glándula mamaria incrementa el pH de la leche.
- El desarrollo de microorganismos que degradan la lactosa en ácido láctico hace disminuir el pH de la leche.
- Desarrollo de microorganismos alcalinizantes que hacen aumentar el pH de la leche

ACIDEZ EN LA LECHE

Lo que habitualmente se denomina acidez de la leche involucra la **acidez actual o de origen** y la **potencial o desarrollada**.

La acidez actual representa a los grupos H^+ libres, mientras que la acidez potencial incluye todos aquellos componentes de la leche que por medio de la titulación liberan grupos H^+ al medio.

La **acidez de origen** se debe a:

- acidez debida a la caseína: representa 2/5 de la acidez natural,
- acidez debida a sustancias minerales y a los indicios de ácidos orgánicos: 2/5 de la acidez natural,
- reacciones secundarias debidas a los fosfatos “over run”: 1/5 de
- la acidez natural.

La **acidez desarrollada** es debida al ácido láctico y a otros ácidos de origen procedentes de la degradación microbiana de la lactosa, y eventualmente de los lípidos, en leches en vías de alteración.

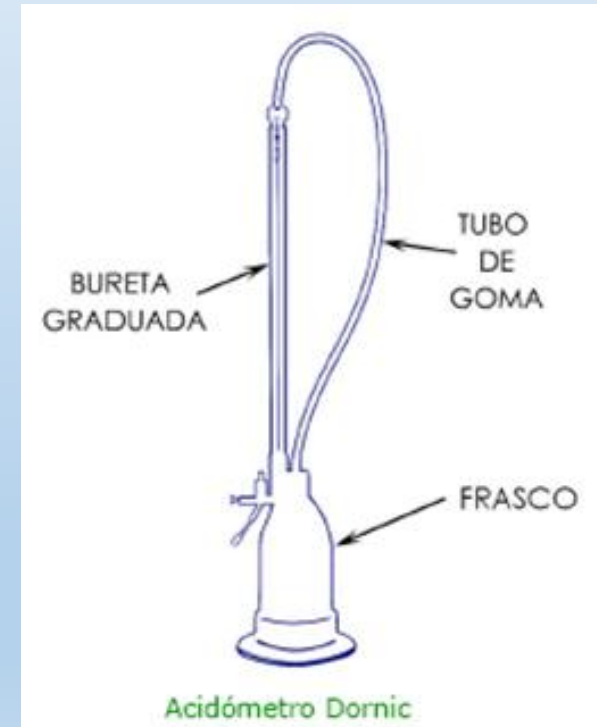
La **acidez total titulable** es la suma de la **acidez de origen** más la **acidez desarrollada**.

Determinación de la Acidez

Fundamento

Se entiende por acidez en la leche natural, higienizada, pasteurizada, esterilizada y uperizada, al **contenido aparente de ácido**, expresado en gramos de ácido láctico por 100 ml de leche (%), grados SOXHLET-HENKEL (S-H) y en Grados Dornic.

- En "**grados Dornic**" ($^{\circ}\text{D}$) que corresponde al volumen de solución de hidróxido de sodio N/9 utilizada para titular 10 ml de leche en presencia de fenolftaleína. Este resultado expresa el contenido en ácido láctico.
- Un grado Dornic equivale a 0,1 g/l de ácido láctico ó 0,01% en gramos de ácido láctico por litro
- Si se utiliza hidróxido de sodio 0,100N con 9 ml de leche, el volumen de reactivo en ml da directamente el resultado en grados Dornic
- En "**grado Soxhlet-Henkel**" (S.H.), Equivale a 1 ml de hidróxido de sodio N/4 utilizado para titular 100 ml de leche; se comprueba que $1^{\circ}\text{SH} = 2,25^{\circ}\text{D}$
- En Porcentaje %



Discusión de Resultados

- Valores menores pueden deberse a la mastitis bovina, a la presencia de antibióticos o gérmenes patógenos que compiten con las bacterias lácticas.
- Valores mayores pueden deberse a la actividad bacteriana que refleja pocos cuidados después del ordeño y temperatura de conservación inadecuada, al exceso de sólidos totales que ejercen efecto regulador (fosfato, caseína).

SÓLIDOS TOTALES Y NO GRASOS

- Más del 60% de del contenido de sólidos totales en la leche corresponde a la suma de grasa y proteína. La cantidad de una y de otra está directamente relacionada con factores como la alimentación y la genética del animal, la estación del año y la localización geográfica en la que se produjo la leche.
- La importancia de la determinación de sólidos radica en que, es la relación entre grasa y proteína la determina su valor como materia prima para la elaboración de productos derivados. El impacto que tiene un punto de proteína en el precio de la leche puede llegar a ser el triple de lo que representa un punto en grasa.

Extracto seco

Los sólidos totales de la leche son lactosa, minerales, proteínas y grasa.

- Extracto seco total: 11 - 12,5 %.
- Extracto seco no graso: establece un mínimo de 8,2%.
- Extracto seco sin grasa ni caseína: $4,5 \pm 0,2$ % dependiendo de la raza del animal, pero la variación es mucho menor que para extracto seco total.
- **Falsos valores normales de extracto seco pueden deberse a aguado y agregado de aditivos**, por ej. NaHCO_3 como conservante.
- El extracto seco total **se determina a $102 \pm 2^\circ \text{C}$,**
- **Extracto seco no graso se calcula por diferencia entre el extracto seco total y el contenido de grasa.**

PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR LOS SÓLIDOS TOTALES O EXTRACTO SECO

- Tarar el crisol con tapa en una estufa y enfriar en un desecador y pesar
- Colocar 3 mL. de leche y pesar nuevamente.
- Colocar en el baño maría, hirviendo por 30 minutos para una desecación previa.
- Luego someter a una desecación real durante dos horas en la estufa a $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- Enfriar en el desecador durante 30 minutos.
- Pesar y colocar en la estufa por una hora; luego se vuelve a enfriar y se vuelve nuevamente a pesar hasta peso constante. La diferencia máxima entre dos determinaciones debe ser de 0.05%.

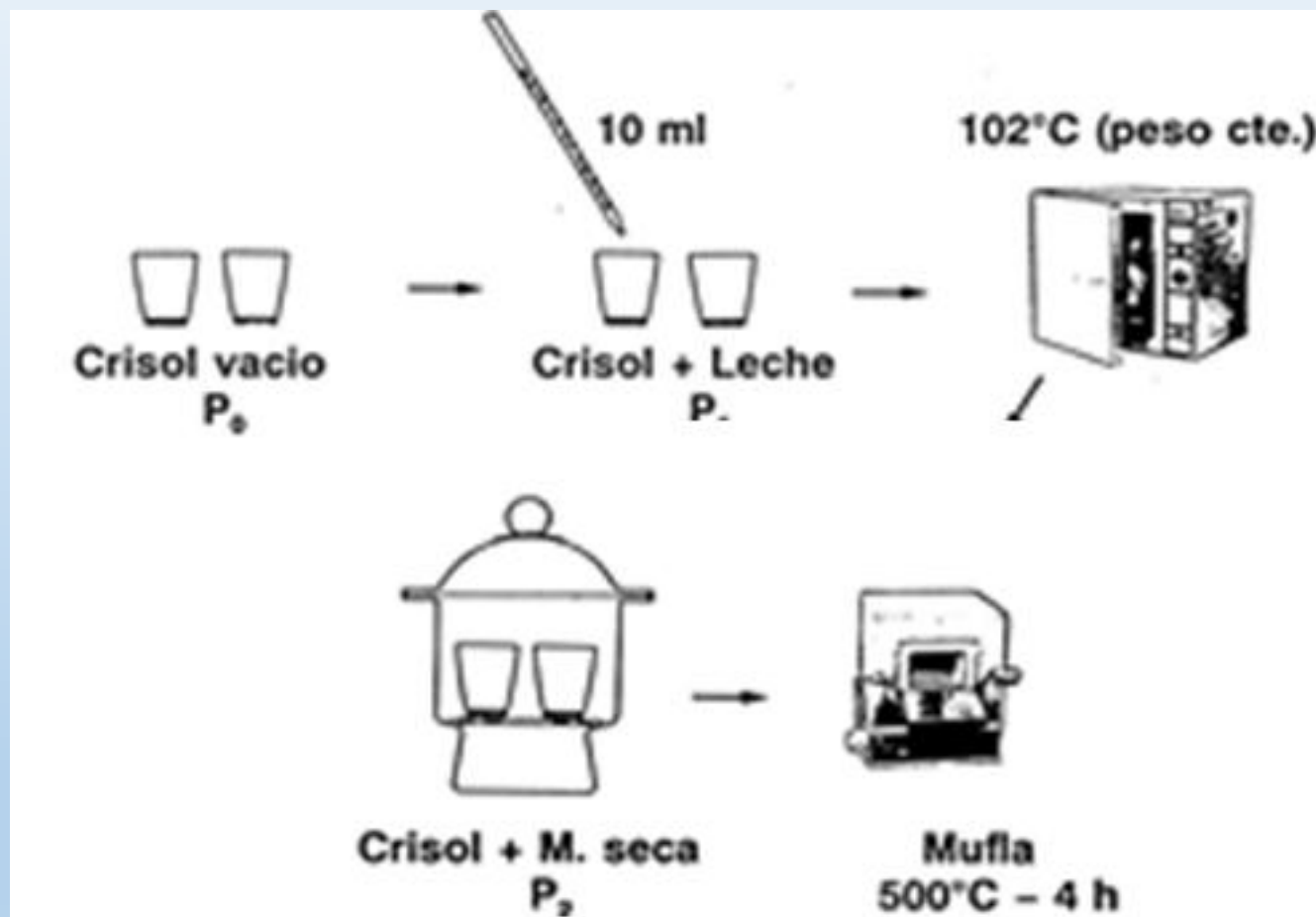
Resultados

Los sólidos totales en leche se determinan por diferencia de pesos

El porcentaje de sólidos no grasos, se determina con la diferencia del porcentaje de sólidos totales menos el % de grasa.

DETERMINACIÓN DE CENIZAS

El contenido normal de sales en la leche, expresado como porcentaje de cenizas debe ser mayor de 0.64% (con un valor alrededor de 7 g/litro). Del total de sales minerales el cloruro sódico es uno de los componentes mayoritarios con un valor que oscila entre 1.5 y 1.8 g/L (que se corresponde con 1 g de Cl/L y de 0.5 g de Na/L).



Índice de refracción

- En la industria lechera es de gran ayuda que se halle el índice de refracción, ya que con esta medida se determina el grado de concentración de la leche en los procesos de evaporación, ultrafiltración y ósmosis inversa.
- Así mismo, ayuda a valorar la autenticidad de la materia grasa.
- Su valor fluctúa entre 1.3440 y 1.3485;
- Cuando existe alteración en alguno de los componentes de la leche, cambia el valor del índice de refracción, debido a que se modifica la concentración de los solutos por el aguado; el valor del índice de refracción se acercará al del agua, detectando de esta manera el fraude.
- Para la determinación del índice lacto métrico de refracción, se utilizan instrumentos como el refractómetro de Abbé, que se usa para productos descremados y leches concentradas azucaradas, o refractómetros de inmersión como el lactómetro “Bertuzzi”, para medir el índice de refracción del suero obtenido de la coagulación de la caseína.

DETERMINACIÓN DEL PUNTO CRIOSCÓPICO

- ✓ La leche se congela por debajo de 0°C ; porque las sustancias disueltas rebajan el punto de congelación de disolventes puros (crioscopia). El punto de congelación de la leche varía muy poco: es de -0.555°C para la leche de vaca. Es una de las características más constantes de la leche y su determinación se utiliza para revelar fraude, sin embargo se ha señalado, variaciones normales entre 0.530 y 0.575; esta diferencia de 0.045 se explica por las variaciones estacionales por zonas y esta dada en función de la alimentación, raza y etapa de lactancia.
- ✓ La determinación del punto crioscópico o punto de congelación de la leche es un análisis generalizado para supervisar en la leche la **presencia de agua agregada**.

- Las determinaciones que se realizan comúnmente en el análisis químico de la leche, permiten comprobar si sus valores responden a los característicos de composición genuina, poner al descubierto alteraciones, adulteraciones o fraudes e indicar (entre ciertos límites) el estado de conservación.
- En general se requiere determinar
 - % de aguado
 - % de descremado
 - Si se verificara aguado, recalcular % de grasa
 - Si se verificara aguado, recalcular acidez

- El aguado puede calcularse a partir de ESNG, tal como se hace en trabajos prácticos o por la variación del punto de congelación.

$$\% \text{ de agua} = \frac{T - T'}{T} * 100$$

- T = punto de congelación de la leche normal -0,550°C
- T' = punto de congelación de la muestra

- **Extracto seco no graso** Se determina por diferencia de los valores porcentuales de extracto seco total y de grasa, obtenidos anteriormente.
- El valor del extracto seco no graso (ESNG) constituye un valor bastante constante para todas las leches, debido a que dentro del conjunto de sustancias que forman el extracto seco total, el tenor graso es el más variable.
- Si el valor de % ESNG hallado resultara inferior al especificado en el CAA, deberá calcularse el % de aguado como:

$$\% \text{ de aguado} = (\% \text{ ESNG}_{\text{CAA}} - \% \text{ ESNG} / \% \text{ ESNG}_{\text{CAA}}) \times 100$$

DETERMINACION DEL CLORURO SODICO EN LA LECHE

Fundamento

Para analizar los cloruros, la muestra, a un pH neutro o ligeramente alcalino, se titula con nitrato de plata (AgNO_3), usando como indicador cromato de potasio (K_2CrO_4). El cloruro de plata AgCl , precipita primero cuantitativamente con los cloruros presentes en la muestra dando lugar a un precipitado blanco. Al terminarse los cloruros el AgNO_3 reacciona con el K_2CrO_4 formando un precipitado rojo ladrillo de Ag_2CrO_4

Procedimiento

- En un vaso de precipitado se vierten 10 ml de leche exactamente medidos.
- Añadir 2ml del indicador (solución de dicromato potásico).
- Valorar hasta la coloración anaranjada, con la solución de nitrato de plata 0.1 N.

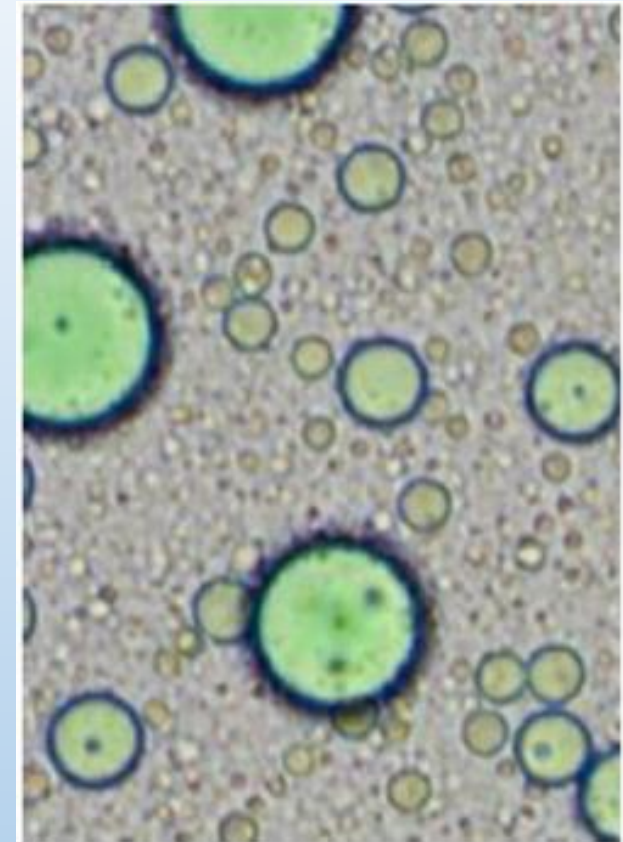
DETERMINACIÓN DE LA MATERIA GRASA O CONTENIDO BUTÍRICO

El contenido de grasa es un parámetro muy importante para determinar tanto la calidad de la leche como su valor nutricional, siendo además muy importante su determinaciones en la industria láctea para cuantificar la calidad del producto y detectar cualquier adulteración.

La cantidad de materia grasa presente en cualquier leche varía en función de:

La alimentación del animal ,la estación del año, el estado de lactación del animal y el número de partos, la raza y la genética , manejo y estado sanitario del animal.

Para la determinación de la materia grasa de la leche debemos medir la grasa una vez separada del resto de componentes de la leche, después de destruir su estado globular (MÉTODO DE GERBER) o bien extraerla mediante un disolvente (MÉTODO ROESSE GOTTLIEB).



Glóbulos de grasa de leche de vaca al microscopio

DETERMINACIÓN DE LA MATERIA GRASA O CONTENIDO BUTÍRICO

DIFERENTES MÉTODOS

PONDERALES O GRAVIMÉTRICOS

- Rose Göttlieb (Método de referencia)
- Metil Metanol
- SBR

Método **Röse-Gottlieb**: Ataque del producto lácteo por medio de una solución concentrada de hidróxido de amonio, alcohol, dietil y éter de petróleo, evaporación del disolvente y pesado del residuo.

VOLUMÉTRICOS

- Gerber
- Babcock

Método **Gerber** Las proteínas de la leche y los productos lácteos se disuelven con ácido sulfúrico con concentración definida en butirómetro y la grasa se separados bajo la influencia de alcohol amílico, calentamiento y centrifugación en una forma de capa densa y transparente. El volumen de esta capa se mide en la parte dividida del butirómetro.

INSTRUMENTALES

- Milkotester (Turbidimetría)
- IRMA (Espectrofotometría)
- Daryson (propagación de ondas ultrasonoras)

Milkotester

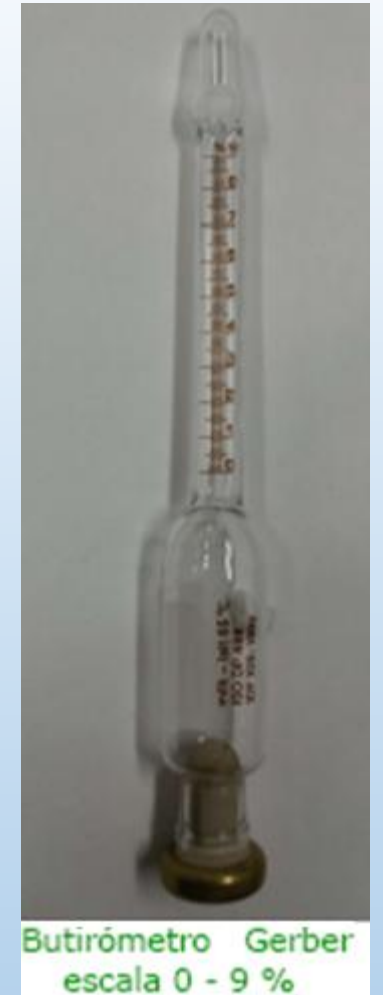
Se basa en la medición de la turbidez - Rayos luminosos atraviesan los GG e inciden en una fotocélula - Se mide la luz transmitida

MÉTODO DE GERBER.

Es una técnica volumétrica de rutina, rápida y precisa que se basa en medir el volumen de la fase grasa, separada de la acuosa por centrifugación en aparatos especialmente graduados (butirómetro)

Consiste en la liberación total de la grasa por disolución de las sustancias proteicas con ácido sulfúrico al 90-91% y alcohol isoamílico que facilita la separación de la grasa y, mediante la centrifugación, se consigue la separación total de la grasa.

La lectura obtenida en el butirómetro Gerber, expresa el contenido en materia grasa de la leche en porcentaje en volumen, es decir, % de materia grasa en 100 ml de leche.



Butirómetro Gerber
escala 0 - 9 %

ESQUEMA DETERMINACIÓN DE LA MATERIA GRASA

1

10 ml de ácido
sulfúrico 90-91 %

2

11 ml de
leche

Tapar e invertir
5 a 6 veces
hasta la
disolución del
coagulo

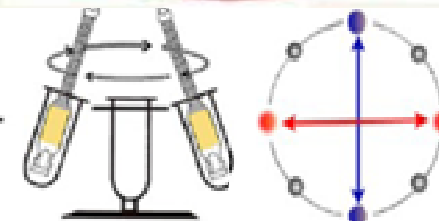
3

1 ml de alcohol
isoamilico

tener cuidado es
un reacción
exotérmica 80°C

Centrifugar por 5-7 minutos a 1000 -
1200 rpm y 60-65 °C.

5



6

Lectura
directa %

La grasa
queda en la
parte
superior

% de
grasa

Procedimiento

- 1) Homogenizar la leche evitando la formación de espuma.
- 2) Depositar en el butirómetro 10 ml de ácido sulfúrico 90-91 % según Gerber, con cuidado de no manchar el cuello del butirómetro.
- 3) Tomar 11 ml de la leche problema y depositarlos en el butirómetro, dejándola caer por las paredes del mismo. La posición correcta de la pipeta y el cuello del butirómetro sería formando un ángulo de 45° .
- 4) Añadir 1 ml de alcohol isoamílico, procurando no manchar el cuello del butirómetro.
- 5) Cerrar el butirómetro ayudándonos con el empujador.
- 6) Agitar con cuidado el butirómetro hasta conseguir la total disolución de las fases.
- 7) Colocar los butirómetro en la centrífuga en posiciones opuestas y con los tapones hacia abajo.
- 8) Centrifugar durante 5-7 minutos entre 1000-1200 rpm y $60-65^{\circ}\text{C}$.
- 9) La lectura debe realizarse a una temperatura de $60-65^{\circ}\text{C}$, y siempre manteniendo el butirómetro en posición vertical. Si la centrífuga no tiene calefacción, debemos mantener los butirómetro antes y después de la centrifugación, durante 5 minutos en el baño maría programado a 65°C .
- 10) La lectura se lleva a cabo, haciendo coincidir uno de los extremos de la columna de grasa con una unidad entera de la escala del butirómetro, y posteriormente contando el número de grados.

MÉTODO ROESE GOTTLIEB

- **SE BASA** en la extracción de la grasa con una mezcla de éter etílico y éter de petróleo en presencia de una solución concentrada de amoníaco y alcohol etílico.
- La solución de amoníaco disuelve las proteínas y la grasa de la leche, alcohol etílico rompe la emulsión y combinación de las grasas y proteínas, impidiendo la formación de una mezcla gelatinosa, el éter etílico actúa como disolvente de la grasa, pero para evitar que además disuelva otros componentes presentes en fase acuosa, se combina con éter de petróleo para disminuir la solubilidad de la fase acuosa en el éter etílico. Finalmente se extrae la grasa, se seca y posteriormente se determina por pesada.

MÉTODO

- El método aquí descrito se basa en el método gravimétrico de Roese Gottlieb, descrito en la norma venezolana COVENIN 931-1997.

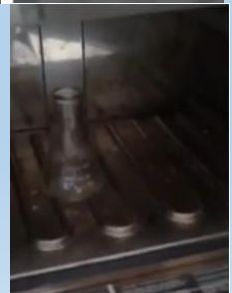
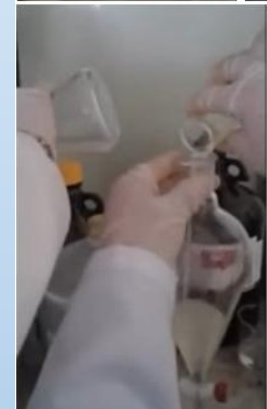
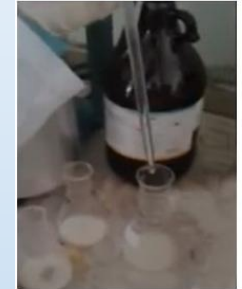
MATERIALES Y REACTIVOS

- Hidróxido de amonio (NH_4OH), Éter de petróleo, Éter etílico. Alcohol etílico al 95%
- Balanza analítica. Embudo de separación. Estufa
- Material volumétrico común de laboratorio.



Procedimiento

1. Pesar 10 g de la muestra a un Erlenmeyer seco y previamente pesado
2. Añadir 1,5 mL de hidróxido de amonio (2 mL si la leche es muy ácida).
3. Añadir 10 mL de alcohol etílico, mezclar bien y agitar durante 30 segundos.
4. Agregar 25 mL de éter etílico y agitar vigorosamente durante un minuto. Luego agregue 25 mL de éter de petróleo y agite nuevamente. Se pueden añadir unas gotas de solución de fenoltaleína si se desea visualizar mejor la separación de las dos fases.
5. Transferir al tubo de extracción. Según el tipo de este se puede centrifugar o dejar en reposo durante 30 minutos.
6. Decantar la fase solvente (capa transparente) a un Erlenmeyer previamente tarado.
7. Repetir la extracción de la fase acuosa remanente en el tubo dos veces consecutivas, utilizando solamente 5 mL de alcohol y 15 mL de éter etílico en la segunda, y 15 mL de cada solvente en la tercera.
8. Evaporar el contenido del Erlenmeyer sobre una plancha de calentamiento hasta completa sequencia, luego desecar en la estufa a 102 °C durante una hora.
9. Dejar enfriar el Erlenmeyer en un desecador y repetir el secado hasta observar un peso constante. Este residuo representa la cantidad de grasa de la muestra.
10. Calcular el porcentaje de grasa contenido en la muestra por diferencia de peso entre el Erlenmeyer vacío y con el residuo graso.



Expresión de los resultados

El contenido de grasa se expresa en %p/py se determina mediante la siguiente expresión:

$$\%grasa = \frac{(P1 - P)}{M} * 100$$

Donde:

P = masa del Erlenmeyer vacío en gramos.

P1 = masa del Erlenmeyer más el residuo graso, en gramos.

M = masa de la muestra, en gramos

Analizador de leche MilkoTester
velocidad de Prueba 60 segundos



Componente	Rango	Precisión
GRASA	0,01% – 25%	±0.1%
SNF	3% – 15%	±0.15%
Densidad	1000 – 1160 kg/m³	±0,3 kg/m³
Proteína	2% – 7%	±0.15%
Lactosa	0,01% – 6%	±0.2%
Sales	0,4% – 4%	±0.05%
agua añadida	0% – 70%	±3%
Temperatura de la muestra	5°C – 42°C	±1°C
Velocidad de muestra	60/30 seg.	±0,1 seg.
Punto de congelación	-0,4 °C a -0,7 °C	±0.005°C
pH	0-14	±0,05

Milkoscan (espectrofotometría)

Es un espectrofotómetro FTIR (infrarrojo con transformada de Fourier) de gran capacidad, IDF totalmente automático y compatible AOAC

https://cdn.shopify.com/s/files/1/0036/6012/0173/files/milk_analyzer_Master_Eco-operating_instructions.pdf?1357

DETERMINACION DEL CONTENIDO EN PROTEINAS (Método Sorensen-Walker)

- **Fundamento:** Esta técnica determina el contenido en proteínas de la leche mediante una valoración ácido-base, ya que tras la adición de formol a la muestra, el formaldehído se une a los grupos amino de los aminoácidos de las proteínas dejando los grupos carboxilos libres. Este hecho produce cambios en la acidez titulable de la leche siendo valorada con hidróxido sódico. La cantidad de hidróxido sódico utilizado en la neutralización es utilizado para calcular la cantidad de proteínas presente en la muestra.
- Material : Bureta graduada en 0.1 mL. Matraz erlenmeyer de 100 mL. Pipetas de 10 mL y 5 mL.
- Reactivos
- Solución de hidróxido sódico (0.1N).
- Solución comercial de formol (40%).
- Indicador: solución de fenoltaleína al 1 %.

Procedimiento

- Tomar 10 mL de leche problema en un matraz erlenmeyer.
- Añadir 20 mL de agua destilada y adicionar unas gotas de fenoltaleína.
- Neutralizar la acidez titulable natural de la leche con la solución de hidróxido sódico hasta la aparición de un color rosa.
- Añadir posteriormente a la leche neutralizada 2 o 3 mL de formol para dejar libres los grupos carboxilos de los aminoácidos. Tras la adición del formol la muestra se vuelve a acidificar y se muestra nuevamente de color blanco.
- Añadir unas gotas de fenoltaleína y valorar la acidez con hidróxido sódico, hasta la aparición nuevamente del color rosa.
- Cálculo : La cantidad de hidróxido sódico 0.1N gastados en la segunda valoración se multiplican por 2.24, y el resultado se expresa como porcentaje de proteínas.
- El contenido de caseína en la leche lo podemos calcular a partir de una regla de tres, teniendo en cuenta que la cantidad de caseína en la leche de vaca es aproximadamente del 78.5 %.

DETERMINACIONES ANALÍTICAS EN QUESO

- ✓ Determinación de materia grasa
- ✓ Determinación de extracto seco
- ✓ Determinación de pH 5.
- ✓ Determinación de cloruro sódico



Materia Grasa en Quesos

• Determinación:

• Método de VAN- GULIK

• Butirómetro para queso



• Pesaje de la muestra de queso (3 grs)



• Acido Sulfúrico: $D=1.525$



• Lectura



Procedimiento

- Se ralla o tritura el queso con un rallador o un mortero, o mediante otro sistema (con un cuchillo), para obtener una muestra homogénea finamente dividida. Introducir la muestra en un recipiente con cierre hermético, para evitar que pierda o absorba humedad. Realizar tan pronto como sea posible el análisis de la muestra preparada.
- En la copa de vidrio con tapón se pesan exactamente 3 g (con una precisión de 5 mg) de la muestra rallada o triturada.
- Introducir la copa de vidrio en el cuello del butirómetro.
- Añadir por la abertura pequeña del butirómetro ácido sulfúrico (unos 15 ml) con pipeta y pera de goma o con dosificador, hasta que recubra completamente la copa de vidrio que contiene el queso.
- Llevar el butirómetro al baño María a 65-70 °C hasta obtener una completa disolución del queso, agitando de vez en cuando.
- Una vez disuelto el queso, retirar el butirómetro del baño María y añadir, por la abertura pequeña, 1 ml de alcohol isoamílico.
- Tapar el butirómetro y agitar.
- Añadir la cantidad necesaria de ácido sulfúrico para que el nivel del líquido coincida aproximadamente con el 30-35% de la escala.

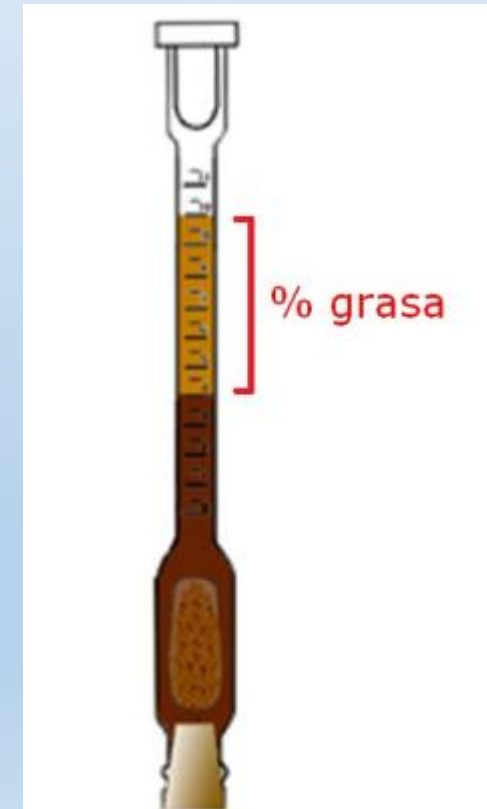


Procedimiento

- Cerrar el butirómetro con el tapón pequeño y agitar.
- Colocar el butirómetro en la centrífuga con la copa de vidrio hacia abajo. Centrifugar durante 5-7 minutos a 1.200 r.p.m. y 60-65° de temperatura.
- Terminada la centrifugación sacar el butirómetro de la centrífuga con cuidado para no mover la capa superior de la grasa ya separada.
- Realizar la lectura inmediatamente antes de que el butirómetro se enfríe (debe hacerse a 60-65 ° C).
- Leer el contenido de grasa sobre el menisco a la altura de los ojos.

NOTA: Si no se dispone de centrífuga con calefacción, antes de realizar la lectura de la grasa, colocar el butirómetro en un baño María a 65 ° C de temperatura durante 5 minutos.

2.4. Resultados El contenido en materia grasa del queso analizado se lee directamente en la escala del butirómetro y se expresa en %, es decir, materia grasa en 100 g de queso.



Determinación de extracto seco en queso

Fundamento

El extracto seco del queso es la masa expresada en porcentaje, que queda después de un proceso de desecación. El método empleado es el de desecación en estufa. Este método consiste en someter una cantidad conocida de queso a una temperatura de 102 °C hasta obtener un peso constante. El peso obtenido después del proceso de desecación representa la materia seca del queso.

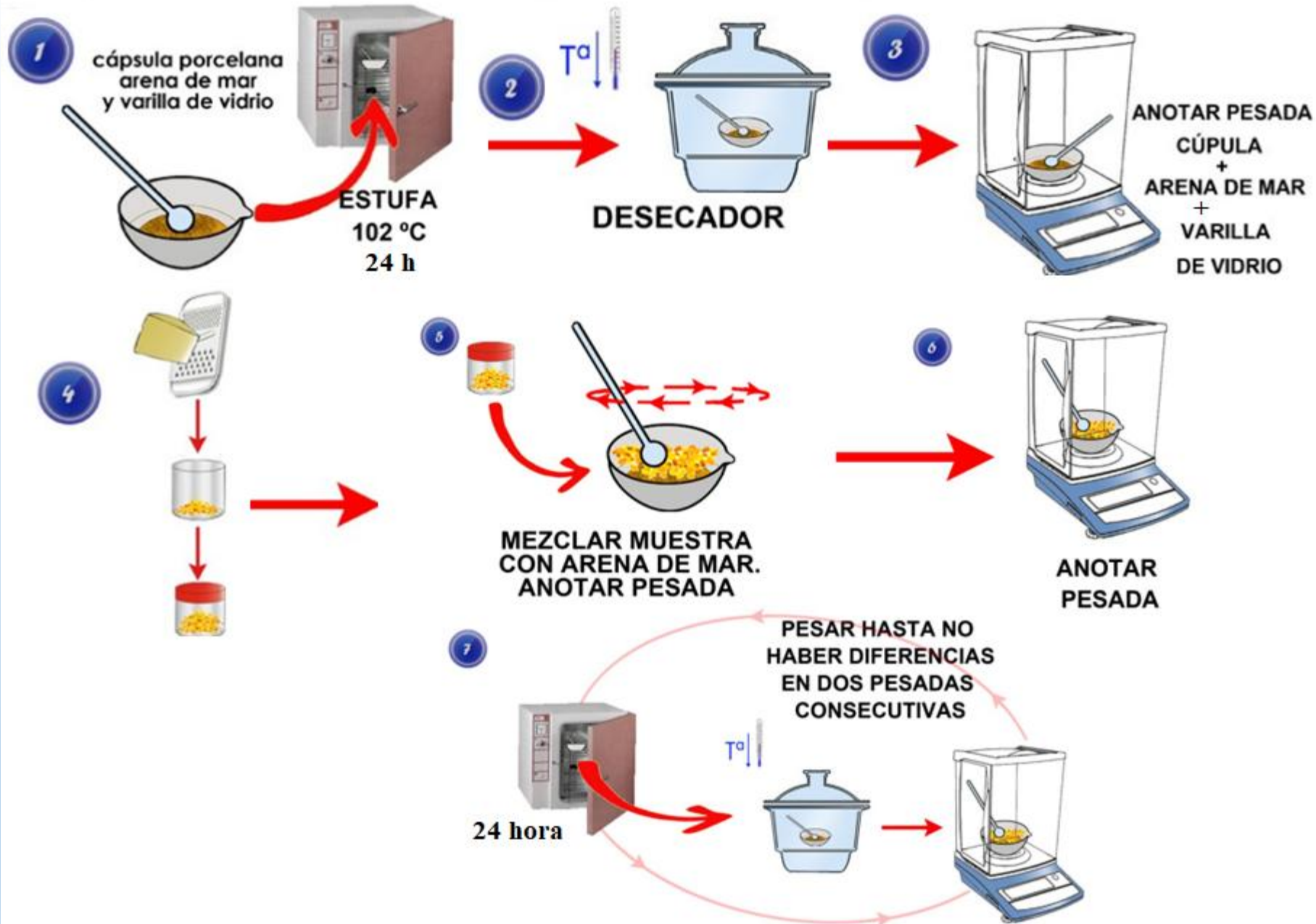
Procedimiento



Preparación de la muestra.



Cápsula con arena de mar y
varilla de vidrio.



Resultados

- **Extracto seco (EST)** se expresa en %. Es decir, en gramos de extracto seco por 100 g de queso.

Siendo:

$$\text{EST} = \frac{(C-A)}{(B-A)} \times 100$$

A = peso de la cápsula con la arena y varilla

B = peso de la cápsula con la arena, varilla y la muestra fresca

C = peso de la cápsula con la arena, varilla y la muestra desecada

B – A = Peso de la muestra fresca

C – A = Peso de la muestra desecada

- **Humedad:**

$$\% \text{ HUMEDAD} = 100 - \text{EXTRACTO SECO}$$

- **Relación materia grasa en extracto seco (MG/EST):** El contenido de materia grasa que hay en el extracto seco de un queso (expresado en gramos de MG por 100 g de EST), se expresa:

$$\frac{\text{MG}}{\text{EST}} \times 100 \quad \text{Ejemplo: MG/EST} = 45 \%$$

Determinación de pH en queso

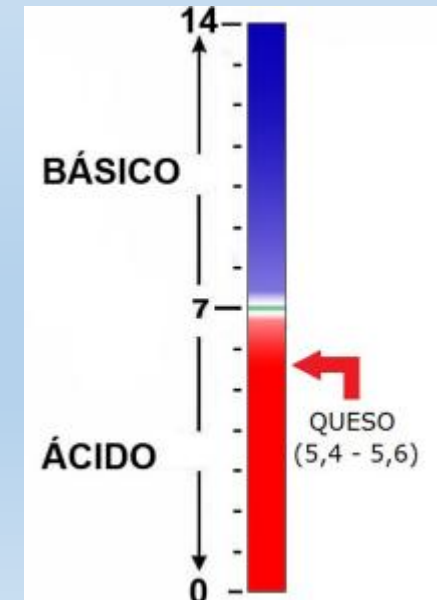
Siempre que sea posible, se realiza directamente sobre el mismo. Si no fuera posible realizar la medida directamente, se realizará una dispersión previa del queso en agua destilada y después se hace la medida directa con ayuda de un pH-metro. La precisión entre los resultados de dos determinaciones sucesivas debe ser de 0,10 pH.



Procedimiento

1. Pesar en un vaso de precipitados 10 g de queso rallado o triturado
2. Añadir 20 ml de H₂O destilada a 70 °C. Agitar bien y enfriar a 20 °C.
3. Calibrar el pH-metro con las soluciones tampón de referencia empezando siempre con la de pH 7 y después con la de 4.
4. Medir el pH de la muestra preparada y leer directamente en el visor del pHmetro.
5. Enjuagar el electrodo con agua destilada después de cada medida.

4.4. Resultados Leer directamente sobre la escala del galvanómetro (pHmetro) el valor del pH, Los resultados se expresan en unidades de pH a 20 °C con dos cifras decimales. El pH óptimo para el consumo de un queso madurado es de 5,4 - 5,6.



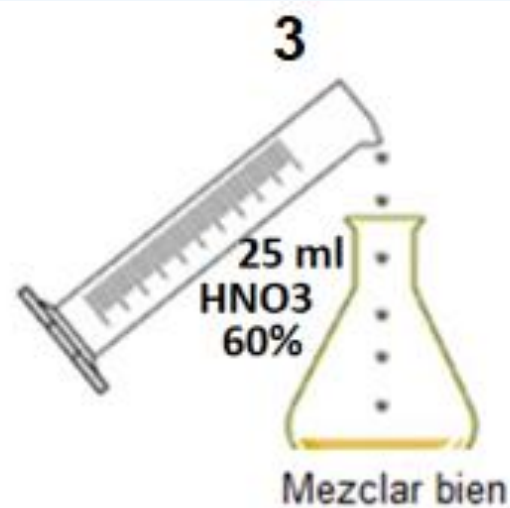
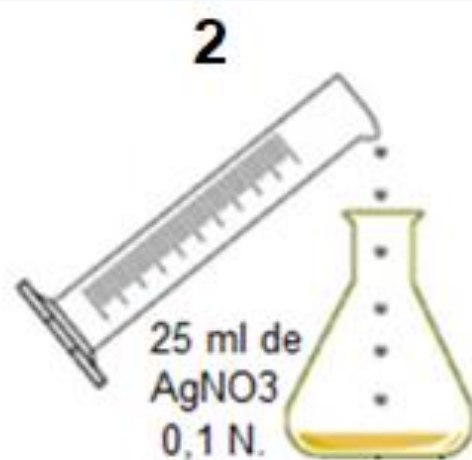
Determinación de cloruro sódico

La evaluación de la cantidad de cloruros se realiza mediante la extracción de los mismos de la muestra rallada, según modificación del método de Volhard. La determinación consiste en la destrucción de la materia orgánica del queso con ácido nítrico y permanganato potásico en presencia de un exceso de nitrato de plata, y posterior valoración del nitrato de plata no combinado con los cloruros. La valoración se realiza con sulfocianuro potásico en presencia de sulfato férrico amónico como indicador.

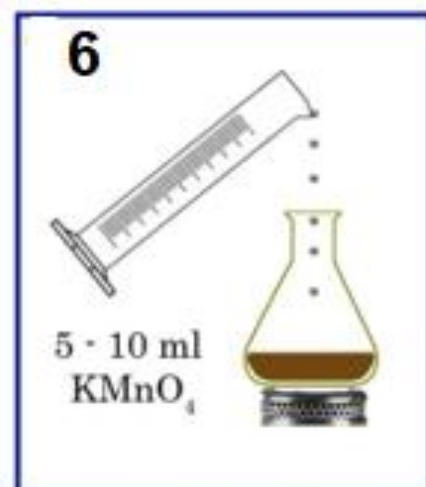
Reactivos utilizados

- Nitrato de plata (AgNO_3) 0,1 N.
- Ácido nítrico (HNO_3) concentrado al 60 %.
- Solución saturada de permanganato potásico (KMnO_4).
- Ácido oxálico o glucosa ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$) como secuestrante de color.
- Sulfato férrico amónico ($(\text{NH}_4) \text{Fe} (\text{SO}_4)_2$) en solución saturada (indicador de color).
- Sulfocianuro potásico (KSCN) 0,1 N.
- Agua destilada

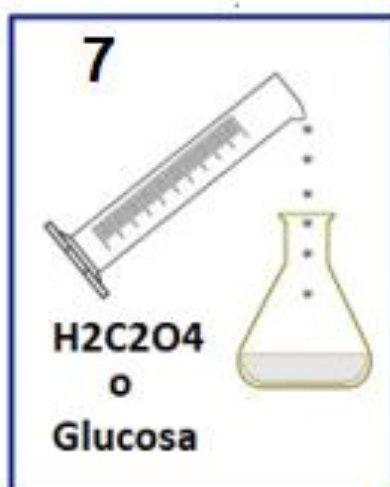
y Ensayo en
blanco con 2
ml de agua



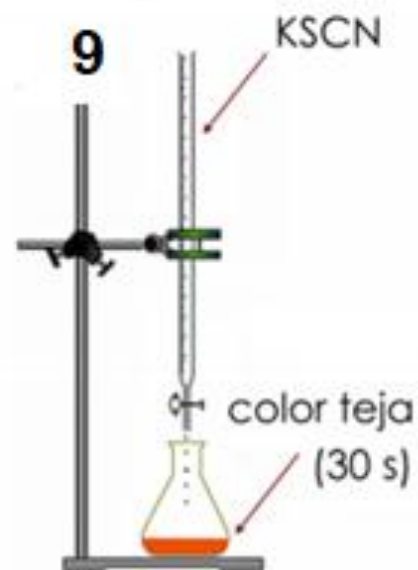
EN CAMPANA DE GASES



La aparición de color marrón
indica la destrucción total de
materia orgánica



elimina el color marrón
incolora antes de la valoración.



Determinación de cloruro sódico

Procedimiento

- 1) En un matraz Erlenmeyer se pesan 2 g de muestra rallada. Anotar la pesada.
- 2) Añadir, por medio de una probeta, 25 ml de nitrato de plata (AgNO_3) 0,1 N.
- 3) Añadir con una probeta, 25 ml de ácido nítrico (HNO_3) del 60 %. Mezclar bien.
- 4) Llevar los matraces a la placa calefactora y calentar hasta ebullición. Esta operación hay que realizarla en campana de gases.
- 5) Retirar los matraces de la placa calefactora y añadir 10 ml (KMnO_4) solución saturada. Mantener la muestra en ebullición suave hasta que se decolore.
- 6) Cuando se produzca la decoloración, añadir 5 o 10 ml de permanganato potásico (KMnO_4). La aparición de color marrón indica la destrucción total de materia orgánica.
- 7) Se retiran los matraces de la placa calefactora, y sin sacar de la campana de gases, añadir una pequeña cantidad de ácido oxálico o glucosa para destruir el color marrón del permanganato (la muestra tiene que quedar incolora antes de la valoración).
- 8) Dejar enfriar y añadir 100 ml de agua destilada fría y 2 ml de sulfato férrico amónico ($(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$) solución saturada (indicador). Mezclar cuidadosamente.
- 9) Valorar el exceso de nitrato de plata (AgNO_3) con sulfocianuro potásico (KSCN) 0,1 N hasta ver un color teja persistente durante medio minuto.
- 10) Anotar el volumen de sulfocianuro gastado en la valoración.

NOTA: Hay que realizar un ensayo en blanco con 2 ml de agua destilada en lugar de muestra (2 g de queso). Todas las operaciones se realizan de la misma manera que para la muestra a excepción de la adición de la segunda cantidad de permanganato, ya que en el agua no hay materia orgánica y no es necesario comprobar si se ha destruido.

GRASA POR GERBER EN YOGURT

- ✓ Llevar a temperatura próxima a 20°C.
- ✓ En el caso particular de los yogures de frutas, verter la muestra sobre un colador metálico (abertura de mallas alrededor de 0,5 mm) con el fin de retener las frutas y proseguir las operaciones como se acaba de explicar.
- ✓ Para la realización del análisis, se prepara una disolución de 50 g de yogur en 100 ml de agua. Agitar y transvasar sucesivamente para obtener la disolución lo más homogénea posible.
- ✓ Seguir los pasos del 1 al 6 indicados en el ESQUEMA DETERMINACIÓN DE LA MATERIA GRASA para leche

Métodos para el análisis fisicoquímico de la leche y derivados lácteos

<https://luisartica.files.wordpress.com/2011/11/metodos-de-analisis-de-leche-2014.pdf>