

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA E INGENIERÍA DE ALIMENTOS



**DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN
TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS**

PRESENTADO POR:

**BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ
CASTRO ZELAYA. MÓNICA ANDREA
VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA**

PARA OPTAR AL TÍTULO DE:

INGENIERA DE ALIMENTOS

CIUDAD UNIVERSITARIA, JULIO DE 2021

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR :

MSC. ROGER ARMANDO ARIAS ALVARADO

SECRETARIA GENERAL :

ING. FRANCISCO ANTONIO ALARCÓN SANDOVAL

FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA

DECANO :

DR. EDGAR ARMANDO PEÑA FIGUEROA

SECRETARIO :

ING. JULIO ALBERTO PORTILLO

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA E INGENIERÍA DE ALIMENTOS

DIRECTORA :

INGA. SARA ELISABETH ORELLANA BERRIOS

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERIA QUÍMICA E INGENIERÍA DE ALIMENTOS

Trabajo de Graduación previo a la opción al Grado de:

INGENIERA DE ALIMENTOS

Título :

**DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN
TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS**

Presentado por :

**BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ
CASTRO ZELAYA, MÓNICA ANDREA
VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA**

Trabajo de Graduación Aprobado por :

Docente Asesor :

LICDA. ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ

SAN SALVADOR, JULIO 2021

Trabajo de Graduación Aprobado por:

Docente Asesor:

LICDA. ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ

Agradecimientos por: Estefany Beatriz Burgos Larios

Principalmente a mi familia, que me ha apoyado incondicionalmente para que yo culmine mis estudios. En especial a mi mami, quien es mi principal pilar. Siempre estuvo ahí para mí y mis hermanos Raúl y María José, para recordarnos que debemos ser independientes, luchadores, a ayudarnos y a querernos entre nosotros, a amar y respetar a nuestras hermosas mascotas. No sólo a ser profesionales, sino excelentes personas.

A Mario, mi novio, quien estuvo a mi lado durante prácticamente toda la carrera, a pesar de estar en diferentes especialidades siempre nos apoyamos, su compañía, hizo todo este proceso más ameno.

A Mónica y a Daniela, mis amigas y compañeras de tesis, a quienes aprecio y admiro mucho como personas y profesionales.

A mis buenos amigos Aurora, Mario, Miguel y Elizabeth con quienes compartí durante toda la carrera.

De igual manera, agradezco a mi institución y a mis maestros por sus esfuerzos para que pudiera graduarme como feliz profesional. A la Licenciada, Ana Isabel de Ruíz por guiarnos durante el desarrollo de nuestro trabajo de graduación y a las ingenieras Sara Orellana y Carmen Dinora Cuadra, quienes tuvieron un gran impacto sobre mi proceso de formación como profesional.

Agradecimientos por: Mónica Andrea Castro Zelaya

A Dios todo poderoso y a la Santísima Virgen María, por llenarme de paciencia, alegría y amor, por acompañarme en mi andar, por brindarme salud y por permitirme culminar una etapa más en mi vida.

A mi mami Zoila de Castro, gracias por todo el amor, el apoyo, por todos los consejos y el ánimo que me brinda para seguir adelante, por ayudarme a sentirme siempre segura de mis decisiones, gracias por nunca dudar de mi potencial, por apoyarme en todos los proyectos de mi vida, por cada sacrificio que hizo para verme lograr culminar esta etapa de mi vida y siempre estar conmigo incondicionalmente.

A mi papá Nelson Castro, quien desde el cielo me cuida y me acompaña en mi camino, gracias, porque siempre mantengo sus lecciones en mi diario vivir.

A mi querido hermano, Nelson David Castro, quien es mi alegría y apoyo, gracias por todo el amor que me da, por ser mi mejor amigo, por brindarme fuerzas y buenos consejos y por enseñarme siempre que todo lo que me proponga lo puedo lograr.

A los Doctores amigos de mi papá quienes nunca me dejaron sola, siempre me brindaron su apoyo incondicionalmente. A Antonella, Astrid, Sandy, Verónica, Andrea y Adolfo a quienes considero familia, gracias por siempre estar para mí, por sus consejos, por confiar en mis capacidades y por su amistad.

A Estefany Burgos y Daniela Villegas, mis queridas amigas y compañeras a lo largo de la carrera, gracias por todos los buenos momentos, las risas, la paciencia, su empatía, su comprensión, todos los días de desvelo y por el apoyo a lo largo de este trabajo de graduación, gracias porque juntas pudimos culminar una etapa más de nuestras vidas, no pude haber imaginado mejores compañeras.

A cada persona que nos apoyó en el desarrollo y culminación en el trabajo de grado y durante nuestro proceso académico, a nuestra asesora: Lic. Isabel de Ruíz y a las personas que siempre estuvieron dispuestas a ayudar, Ing. Carmen Dinora Cuadra, e Ing. Sara Orellana.

Agradecimientos por: Daniela Esperanza Villegas Portillo

Primero agradecer a Dios por acompañarme en cada etapa de la vida, por darme salud, sabiduría y confianza. Por las bendiciones recibidas a lo largo de la carrera, por la familia y por todos los amigos que me acompañaron a lo largo de este proceso.

A mi madre Marta Portillo; a mis hermanos Alejandro y Carlos por apoyarme y guiarme en cada dificultad; a toda mi familia por todo su apoyo y amor incondicional, gracias.

A mis compañeras Mónica Castro y Estefany Burgos por su amistad y apoyo a lo largo de la carrera, por culminar juntas esta etapa y sobre todo la paciencia y el esfuerzo para lograr nuestros objetivos; A Carlos por apoyarme y acompañarme incondicionalmente. También agradecer a mis amigos y compañeros por esos días de estudio llenos de risas, penas, y sobre todo por su apoyo.

Agradecer a nuestra asesora Licda. Ana Pereira de Ruíz, quien compartió sus conocimientos para culminar esta investigación, así como también a la Ing. Carmen Dinora Cuadra, Ing. Sara Orellana y a todos los profesores que con su conocimiento ayudaron a mi formación.

Por último, agradecer a todas las personas que estuvieron involucradas para la realización de este trabajo de graduación.

RESUMEN

En el presente trabajo de graduación, consiste en una investigación bibliográfica sobre técnicas de análisis avanzadas en alimentos. Esto se hizo con el fin de elaborar y presentar un cuaderno de cátedra para la asignatura denominada “Técnicas de Análisis Avanzadas de Alimentos II”, parte del nuevo pensum de la carrera Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, sede central. Dicho cuaderno de cátedra se complementó con un manual de laboratorio, el cual consta de nueve prácticas de laboratorio, que cubren calibración, análisis instrumental, análisis físico y análisis sensorial. Para la ejecución de las prácticas de laboratorio se determinó mediante un diagnóstico las condiciones de las instalaciones del laboratorio de la Escuela de Ingeniería química e Ingeniería de alimentos denominada Planta Piloto de la sede central de la Universidad de El Salvador. El diagnóstico se llevó a cabo con el manual llamado “El laboratorio de control de los alimentos” de Martin P. y Weathermax J. de 1993, dicho diagnóstico dio como resultado que las condiciones de los laboratorios utilizados para análisis instrumental, físico, químico y mecánico no son las adecuadas. Por lo que, en base al mismo manual, se diseñó una propuesta de laboratorio para este tipo de análisis, mientras que, para el análisis sensorial, se utilizó de base la norma ISO 8589:2007, que es referente para el diseño de salas de análisis sensorial.

ÍNDICE GENERAL

INTRODUCCIÓN	1
ANTECEDENTES	3
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	8
OBJETIVOS	9
ALCANCES	10
JUSTIFICACIÓN	11
1. CAPITULO I. MARCO CONCEPTUAL	12
1.1 Definición de metodología	12
1.1.1 Metodologías de enseñanza.....	12
1.2 Definición de Pedagogía.....	15
1.3 Definición de Cuaderno de catedra	15
1.3.1 Características del cuaderno de catedra	16
1.4 Historia del análisis de alimentos	18
1.5 Definición de técnicas de análisis.....	20
1.5.1 Análisis de alimentos	21
1.5.2 Análisis instrumental de alimentos	22
1.5.3 Análisis físicos de alimentos.....	24
1.5.4 Análisis químicos de alimentos.....	25
1.5.5 Análisis mecánicos de alimentos.....	26
1.6 Diagnóstico y diseño de las instalaciones de laboratorio.....	32
1.7 Especificaciones técnicas de las salas de análisis sensorial.....	33
2. CAPITULO II. METODOLOGIA DE LA INVESTIGACION	38

2.1	Metodología para la enseñanza de la asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II”	38
2.2	Metodología para el desarrollo del manual de laboratorio de la asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II”	40
2.3	Metodología para el diagnóstico de las instalaciones de los laboratorios ..	43
2.4	Metodología para el diseño de laboratorio de análisis de alimentos	44
3.	CAPITULO III. CUADERNO DE CÁTEDRA DE LA ASIGNATURA “TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS II”	46
3.1	Desarrollo temático del cuaderno de catedra de la asignatura “Técnicas de Análisis Avanzadas de Alimentos II”	47
3.1.1	UNIDAD I: Generalidades del análisis químico instrumental.	47
3.1.2	UNIDAD II: Análisis Instrumental.	68
3.1.3	UNIDAD III: Análisis físico, químico y mecánico de alimentos.	143
3.1.4	UNIDAD IV: Principios generales del análisis sensorial.	228
3.1.5	UNIDAD V: Formación y entrenamiento de jueces.	241
3.1.6	UNIDAD VI: Métodos de evaluación sensorial.	246
3.1.7	UNIDAD VII: Análisis de datos en evaluación sensorial.	256
3.2	Manual de laboratorio de la asignatura Técnicas de Análisis Avanzadas de Alimentos II.	272
3.2.1	Reglas de laboratorio y nomas de seguridad e higiene.	272
3.2.2	Prácticas de laboratorio de la asignatura Técnicas de Análisis de Alimentos II.	274
4.	CAPITULO IV. DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES ACTUALES DE LOS LABORATORIOS	275
4.1	Determinación de las condiciones de los laboratorios.	275
4.1.1	Diagnóstico del laboratorio de análisis instrumental	280

4.1.2	Diagnóstico del laboratorio análisis físicos, químicos y mecánicos.	283
4.2	Medición de las dimensiones de los laboratorios.	286
5.	CAPITULO V. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	288
5.1	Análisis e interpretación de los resultados de las instalaciones de los laboratorios.....	288
5.1.1	Laboratorio de análisis físicos, químicos y mecánicos	288
5.1.2	Requisitos que debe cumplir un laboratorio de control de calidad de los alimentos.....	289
5.1.2.1	Laboratorio de análisis instrumental.....	289
5.1.2.2	Laboratorio de análisis sensorial.....	290
5.2	Diseño de laboratorio de análisis sensorial e instrumental de alimentos..	292
	OBSERVACIONES	296
	CONCLUSIONES	297
	RECOMENDACIONES	298
	BIBLIOGRAFÍA	299
	GLOSARIO DE TÉRMINOS.....	307
	ANEXOS.....	314
	ANEXO A: MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE LA ASIGNATURA TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE ALIMENTOS II	314
	ANEXO B: PLANOS ARQUITECTÓNICOS.....	351
	ANEXO B.1: PLANTA ARQUITECTÓNICA LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL DE ALIMENTOS	351
	ANEXO B.2: PLANTA DE ACABADOS LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL DE ALIMENTOS	352
	ANEXO B.3: DESCRIPCIÓN DE ACABADOS EN PAREDES, CIELOS Y PISOS.....	353

ANEXO B.4: DESCRIPCIÓN DE VENTANAS Y PUERTAS	354
ANEXO B.5: FACHADA FRONTAL Y POSTERIOR LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL	355
ANEXO B.6: FACHADAS LATERALES LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL.....	356
ANEXO B.7: PLANTA DE FUNDACIONES LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL	357
ANEXO B.8: DETALLE DE FUNDACIONES LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL	358
ANEXO B.12: PLANTA DE SISTEMA DE LUMINARIAS LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL	362
ANEXO B.13: PLANTA DE SISTEMA DE AIRES ACONDICIONADOS LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL.....	363
ANEXO B.14: PLANTA DE SISTEMA HIDRAULICO LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL	364
ANEXO B.15: PLANO DE PERSPECTIVAS LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL	365
ANEXO C: PERFIL DEL ESTUDIANTE DE LA ASIGNATURA TECNICAS DE ANALISIS DE ALIMENTOS II.	348

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPITULO III

Figura 3.1	Respuesta en función de la concentración de analito	57
Figura 3.2	Características de las ondas	69
Figura 3.3	Espectro electromagnético	70
Figura 3.4	Transmitancia y absorbancia	72
Figura 3.5	Diagrama de un espectrofotómetro de haz sencillo y de doble haz	77
Figura 3.6	Movimiento de átomos	80
Figura 3.7	Espectrómetro de un solo haz de IR de transformada de Fourier	82
Figura 3.8	Proceso que ocurre en la atomización	85
Figura 3.9	Espectrómetro de llama (a) diseño de un solo haz y (b) de doble haz..	88
Figura 3.10	Componentes de un espectrómetro de masas	96
Figura 3.11	Diagrama de bloques de un cromatógrafo de gases	107
Figura 3.12	Efecto del tamaño de las partículas y de la tasa de flujo sobre H	116
Figura 3.13	Cromatógrafo líquido, aparato característico de Clar	121
Figura 3.14	Índice de refracción	126
Figura 3.15	Diagrama refractómetro de Abbé	128
Figura 3.16	Diagrama de un fotocolorímetro	132
Figura 3.17	Luz linealmente polarizada	135
Figura 3.18	Diagrama del polarímetro de Laurent	138
Figura 3.19	Luz a través de un polarizador	139
Figura 3.20	Concentración de componentes dependiendo el producto lácteo	144
Figura 3.21	Procedimiento de la acidez titulable en la leche	145
Figura 3.22	pH de la leche	147
Figura 3.23	Prueba de fosfatasa en la leche	148
Figura 3.24	Transición de color, en la prueba de reductasa en la leche	150
Figura 3.25	Prueba de alcohol en la leche	151
Figura 3.26	Comparación entre intensidad de color de la línea test y de control ...	157
Figura 3.27	Composición básica de la carne, según la especie	158
Figura 3.28	El espacio de color CIElab	165
Figura 3.29	Ácido predominante para el índice de acidez en la fruta	169

Figura 3.30	Refractómetro y sus partes	170
Figura 3.31	Penetrómetro	173
Figura 3.32	Colorímetro digital	174
Figura 3.33	Pruebas de almidón en frutos	175
Figura 3.34	Porcentaje aproximado de componentes principales entre aceites	176
Figura 3.35	Acidez según grado de maduración de los aceites	178
Figura 3.36	Reacción de Saponificación	180
Figura 3.37	Reacción del método de Kaufmann	183
Figura 3.38	Reacción del método de Wijs	183
Figura 3.39	Reacción de índice de peróxidos según el método de Wheeler.....	184
Figura 3.40	Determinación de la vida media de una grasa	185
Figura 3.41	pH-metro digital	187
Figura 3.42	Punto final de la titulación	188
Figura 3.43	Reacción de Karl-Fischer	189
Figura 3.44	Hidratos de carbono y edulcorantes en bebidas comerciales	191
Figura 3.45	Modelo de Dean Stark	195
Figura 3.46	Extractor Soxhlet.....	197
Figura 3.47	Ángulo de reposo en granos y cereales	201
Figura 3.48	Gráfica para determinar el C.U de sólidos granulares.	203
Figura 3.49	Tamices Tyler utilizados para ensayos de granulometría	204
Figura 3.50	Prueba de flotación del huevo	209
Figura 3.51	Abanico de color DSM para determinar el color de la yema	212
Figura 3.52	Extrusor de tornillo simple	216
Figura 3.53	Cuchillas Warner Bratzler.....	217
Figura 3.54	Cizallamiento tipo Kramer	218
Figura 3.55	Esquema de torsión de un cuerpo	219
Figura 3.56	Texturómetro.....	225
Figura 3.57	Curva ideal de un análisis de perfil de textura TPA.....	226
Figura 3.58	Percepción de características organolépticas	230
Figura 3.59	Prueba pareada simple.	247
Figura 3.60	Prueba triangular.	248

Figura 3.61 Prueba dúo-trío.	249
Figura 3.62 Prueba A-no A.	249
Figura 3.63 Prueba 2 de 5.....	250
Figura 3.64 Ficha de evaluación sensorial por escalas de categorías	251
Figura 3.65 Modelo de ficha para prueba de preferencia.....	254
Figura 3.66 Escala hedónica para evaluar aceptabilidad, empleada en niños.....	255
Figura 3.67 Escala hedónica gráfica de cinco puntos.	255
Figura 3.68 Aciertos para determinar si el panel discrimina entre dos productos. .	260
Figura 3.69 Grados de libertad para diferentes niveles de significancia.	263
Figura 3.70 Menú de opciones del Software XLSTAT, para prueba triangular.	265
Figura 3.71 Diseño de prueba triangular, utilizando XLSTAT.	266
Figura 3.72 Datos generados por XLSTAT.	267
Figura 3.73 Ejecución de prueba de triangulo en XLSTAT.	268
Figura 3.74 Configuración de una prueba triangular.	269
Figura 3.75 Ingreso de las respuestas de los jueces.	269
Figura 3.76 Resumen de resultados de la prueba triangular.....	270
Figura 3.77 Interpretación de prueba triangular.	270
Figura 3.78 Estimación de parámetros Thurstone/Clopper-Pearson	271
CAPITULO IV	
Figura 4.1 Área del laboratorio de química.....	277
Figura 4.2 Oficina de jefatura. Oficina de jefatura	277
Figura 4.3 Área de laboratoristas	278
Figura 4.4 Área de bodega de reactivos y materiales varios.....	278
Figura 4.5 Área de prácticas de laboratorio	279
Figura 4.6 Área de almacenamiento de equipos y materiales.....	280

ÍNDICE DE TABLAS

CAPITULO II

Tabla 2.1	Estrategias para hacer el plan de estudios de Ingeniería de Alimentos...	39
Tabla 2.2	Estrategias para el desarrollo del manual de laboratorio.	41
Tabla 2.3	Estrategias para el diagnóstico de las instalaciones de laboratorios.	43
Tabla 2.4	Estrategias para el diseño del laboratorio de análisis de alimentos.	45

CAPITULO III

Tabla 3.1	Áreas principales de las técnicas instrumentales.....	49
Tabla 3.2	Métodos acoplados de las técnicas de análisis instrumental.	49
Tabla 3.3	Transductores de entrada	64
Tabla 3.4	Transformaciones de señal eléctrica.....	64
Tabla 3.5	Transductores de salida.....	65
Tabla 3.6	Relación entre la absorción de luz y color.....	72
Tabla 3.7	Propiedades de las llamas.	86
Tabla 3.8	Comportamiento de la radiación	97
Tabla 3.9	Clasificación de los métodos cromatográficos según tipo de equilibrio.....	105
Tabla 3.10	Detectores característicos para cromatografía de gases.	110
Tabla 3.11	Fases estacionarias líquidas comunes en cromatografía gas-líquido.	112
Tabla 3.12	Aplicaciones características de la cromatografía de reparto.	122
Tabla 3.13	Relación entre el color de la solución estudiada y el filtro.....	133
Tabla 3.14	Transmisión máxima para filtros Ilford.....	133
Tabla 3.15	Contenido microbiano en la leche según prueba de reductasa.....	149
Tabla 3.16	Contenido de agua en carnes y aves después de cocción	162
Tabla 3.17	Modificaciones generadas durante la maduración de la carne	167
Tabla 3.18	Ácido predominante, según la fruta.....	168
Tabla 3.19	Corrección para grados Brix.....	170
Tabla 3.20	pH en Frutas y Hortalizas.....	172
Tabla 3.21	Índices según la estructura de los ácidos grasos componentes.	182
Tabla 3.22	pH promedio en bebidas comerciales.	186
Tabla 3.23	Promedio de grados Brix en bebidas comerciales.	192

Tabla 3.24	Diferentes azeótropos formados por disolventes más comunes.	194
Tabla 3.25	Definiciones según UNE 87001-94, para parámetros de textura	227
Tabla 3.26	Escala de referencia de texturas	252
Tabla 3.27	Número de personas necesarias para una prueba.	257
Tabla 3.28	Ejemplos de prueba Dúo-Trío y prueba triangular.	258
Tabla 3.29	Ejemplo para determinar si el panel discrimina entre dos productos....	262

CAPITULO IV

Tabla 4.1	Diagnóstico del laboratorio de análisis instrumental	281
Tabla 4.2	Diagnóstico del laboratorio de análisis físicos, químicos y mecánicos .	284
Tabla 4.3	Dimensiones de la planta piloto	287

CAPITULO V

Tabla 5.1	Planos laboratorio de análisis sensorial e instrumental de alimentos ..	292
-----------	-------------------------------------------------------------------------	-----

INTRODUCCIÓN

El análisis de los diferentes tipos de alimentos nace por la necesidad vital del ser humano de conocer las sustancias que ingiere. Desde el punto de vista químico, los alimentos son tan complejos, que, de algunos, aún se desconoce su composición completa. Agua, proteínas, carbohidratos, lípidos, minerales, vitaminas, pigmentos y aromas, pero también muchas otras sustancias, proporcionan al alimento sus características especiales de color, sabor, olor y textura. Además, a su composición natural se suman los posibles aditivos añadidos durante su procesado, así como contaminantes potenciales, tanto químicos como biológicos. En la actualidad existen diferentes tipos de análisis que determinan la calidad global de un alimento. Las técnicas de análisis avanzadas de alimentos toman en cuenta técnicas de análisis instrumental y análisis sensorial.

Los análisis que utilizan equipos sofisticados para conocer las cantidades de diferentes sustancias presentes en los alimentos, son conocidos como análisis instrumental.

Otro tipo de análisis de gran importancia en la Industria Alimentaria es el análisis sensorial. La evaluación o análisis sensorial de los alimentos es una función primaria del ser humano: desde su infancia y de una forma consciente, acepta o rechaza los alimentos de acuerdo con las sensaciones que experimenta al consumirlos. De esta forma, se establecen unos criterios para la selección de los alimentos, criterios que inciden sobre una de las facetas de la calidad global del alimento, la calidad sensorial. La evaluación de esta calidad se lleva a cabo mediante una disciplina científica, el análisis sensorial, cuyo instrumento de medida es el propio ser humano.

El análisis sensorial es la rama de la ciencia utilizada para obtener, medir, analizar e interpretar las reacciones a determinadas características de alimentos, tal y como son percibidas por los sentidos de la vista, olfato, gusto, tacto y oído.

Con el presente trabajo se pretende desarrollar una metodología para la formación de estudiantes de Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador,

mediante propuestas de cuaderno de cátedra y prácticas de laboratorio para la asignatura “Técnicas de análisis avanzadas de alimentos”. Para la parte práctica se necesitan equipos e instalaciones apropiadas para su fin, por lo que se debe realizar un diagnóstico de las condiciones iniciales de los laboratorios que dispone la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos para realizar los respectivos análisis, con los resultados del diagnóstico se deben proponer mejoras de las instalaciones y/o equipos para poder llevar a cabo los análisis de manera adecuada.

ANTECEDENTES

Las técnicas de análisis avanzadas de alimentos toman en cuenta técnicas de análisis instrumental y análisis sensorial. Dichos análisis tienen orígenes separados, pero en la actualidad la utilización de ambos en conjunto, es fundamental para la construcción de la calidad global de un producto alimenticio.

El análisis instrumental es un campo de la química analítica que investiga analitos, utilizando instrumentos científicos. A partir de 1940, tiene un cambio de concepto muy importante la química analítica, consecuencia de la Segunda Guerra Mundial, que demandó una gran cantidad de métodos analíticos sensibles, rápidos y exactos derivados del aumento en la complejidad de las muestras. (Hernández, J., 1985)

Puede decirse que la aplicación de las técnicas instrumentales el análisis comenzó con el siglo pasado, pues en 1930, Kruster y Gruters sentaron las bases de las valoraciones conductimétricas, desarrollándose posteriormente las valoraciones potenciométricas aplicadas a reacciones redox y precipitación.

En la década de los treinta se construyeron los primeros electrodos de vidrio sensibles a los iones H^+ , lo cual constituyó un avance importante al hacer posible la determinación rápida y continua del pH, con la consiguiente aplicación de las volumetrías ácido-base. Anteriormente, en 1922, Heyrovsky había descubierto la polarografía, lo cual constituyó un avance importante para el análisis en el ámbito de las trazas. En este sentido, hay que mencionar que durante el primer tercio del siglo se puso de manifiesto la necesidad de analizar componentes trazas, a concentraciones inferiores a 0.01%, en una gran variedad de muestras, así como de efectuar numerosos análisis de productos industriales en tiempo muy corto, requisitos que no se conseguían con los tradicionales métodos gravimétricos y volumétricos.

La necesidad de solucionar estos problemas provocó el desarrollo espectacular de los métodos instrumentales que se produjo a partir de los años treinta, si bien, los avances conseguidos únicamente se notaron en los países más industrializados. En estos países (Estados Unidos, Alemania, Inglaterra, etc.) al comenzar la década de

los cuarenta ya se utilizaban de forma rutinaria los espectrofotómetros de ultravioleta e infrarrojo, los espectrofotómetros de emisión, los fluorímetros, los polarógrafos, etc., tecnología que aun tardaría algún tiempo en llegar a España y hacerse asequible a los laboratorios universitarios e industriales.

Durante la primera mitad de la década de los cuarenta, una serie de hechos relacionados con los acontecimientos bélicos que tuvieron lugar en esa época condicionaron la evolución de las Ciencias, y en particular de la química. El proyecto Manhattan, relacionado con la construcción de la primera bomba atómica, impulsó considerablemente los métodos instrumentales, así como el análisis de trazas, el microanálisis y las separaciones de cambio iónico.

Las técnicas cromatográficas, especialmente la cromatografía en fase gaseosa y de capa fina, experimentaron un desarrollo continuo desde mediados de los años cincuenta, lo cual, unido a los progresos alcanzados a la elucidación de estructuras por espectrofotometría infrarroja y posteriormente por espectrometría de masas y por resonancia magnética nuclear, posibilitaron un gran avance en el campo de la química orgánica.

En análisis inorgánico se introdujo en esa época la espectroscopia de absorción atómica, con la que se consiguió mejorar notablemente los resultados obtenidos con la técnica de fotometría de llama. En muy poco tiempo, la absorción atómica se hizo casi insustituible para el análisis de metales a nivel de trazas.

El análisis de una gran cantidad de especies inorgánicas a niveles de partes por millón se había conseguido fácilmente a finales de los años sesenta, si bien, pronto se hizo necesario disminuir esos niveles, lo cual provocó el perfeccionamiento de las técnicas que ya existían, así como el desarrollo de otras nuevas.

Finalmente, durante los años ochenta, se ha producido la irrupción de la informática, lo cual ha modificado profundamente las técnicas analíticas instrumentales, tanto en forma de microordenadores para controlar los instrumentos, como en la manipulación de la abundante información obtenida en las medidas experimentales. Por ejemplo, un computador puede controlar tiempos de muestreo o aparatos de

inyección mediante activación eléctrica con conmutadores. Una vez obtenidos los resultados analíticos, puede procesar los datos, realizando operaciones tales como la generación de derivadas de espectros o transformadas de Fourier. Además, puede evaluar los resultados estadísticos y comparar los resultados analíticos con datos almacenados en su memoria, así como comparar espectros y otros datos.

Con respecto al análisis sensorial; En la antigüedad algunos alimentos producidos en determinadas regiones o ciertos pueblos, se reconocían y apreciaban ya por ciertas características organolépticas y así nos han llegado a través de las citas de los escritores clásicos: Los aceites y vinos de Lesbos, las ostras de Tarento, los dátiles de Egipto, los aceites de Al-andaluz, etc.

En Francia en el año 1312, la existencia de la Asociación de Gourmets-Catadores de Vino, y en el año 1793 hay documentos franceses que hablan del Degustador, como aquella persona cuyo trabajo es catar el vino para definir su calidad y, por consiguiente, fijar su precio justo. Pero pasada esta primera etapa que se podría definir como la prehistoria del análisis sensorial, y que corresponde a la etapa pretecnológica de la producción de alimentos, empieza a desarrollarse con la industria alimentaria un cierto concepto de calidad sensorial (Hernández, J., 1985), aunque sea a nivel personal del dueño o del encargado de la fábrica.

A partir de 1940, empieza la tecnificación de la producción de alimentos y con ella, el intento de controlar los procesos desde el punto de vista puramente químico o microbiológico, presuponiendo que la calidad del producto final vendrá dada como lógica consecuencia de esta parametrización del proceso. Durante esta etapa, en las que coinciden las guerras mundiales y la situación económica, se hace necesario mayores esfuerzos en la producción lo que deja a la calidad sensorial de los alimentos como una actividad secundaria a la que se da poca o nula importancia. Pero al irse normalizando la situación económica, rápidamente aparecen los contrasentidos de aquellas políticas, y se manifiesta la necesidad de disponer de otros datos para asegurar la calidad y aceptación de los alimentos.

Se entra pues, en una tercera etapa que comienza a principios de 1950 y finaliza hacia 1970, en que se vuelve a considerar importante la calidad sensorial y se plantean los problemas de su medida y control. El principio de esta etapa viene caracterizado por la definición de los atributos primarios que integran la calidad sensorial: Aspecto (tamaño, color, forma, etc.), Sabor (aroma y gusto), textura, y por el desarrollo y adaptación de las pruebas sensoriales al control de calidad de los alimentos. Simultáneamente, se estudia de forma comparativa la utilidad de las distintas pruebas, y el tratamiento estadístico de las pruebas obtenidas y se pone de manifiesto la necesidad de un conocimiento básico del proceso por el cual se realiza la evaluación de los alimentos, que debe incluir: La percepción del estímulo, tanto en el aspecto fisiológico como el psicológico; La elaboración de la sensación; La comunicación verbal de la sensación.

Pero, veinte años después y a pesar de este avance en el desarrollo de la metodología, se constata que los métodos sensoriales aún no se pueden fundamentar sobre bases psicológicas y fisiológicas indiscutibles. Siguiendo esta idea, al final de este periodo, se cuestiona la validez y correlación entre las determinaciones instrumentales y las sensoriales, existiendo una fuerte tendencia a considerar que las diferencias son debidas a defectos metodológicos del análisis sensorial. A partir de 1970 se inicia una última etapa que se caracteriza por la revisión y modificación del concepto clásico de Calidad Sensorial: es el momento en que se identifica la textura, como la sensación humana originada por determinados estímulos procedentes del alimento, y da el nombre de texturógenos a las propiedades de los alimentos que producen dichos estímulos.

En 1971, Von Sydow plantea el problema de si el sabor es una característica química del alimento o más bien tiene un carácter psico-físico y junto con Akkeson en 1977 establece la distinción entre el aspecto físico-psicológico y físico-óptico del color de los alimentos. Con estos presupuestos se teoriza que el análisis sensorial es el resultado de la interacción entre el alimento y el hombre, entonces se puede definir como la sensación humana provocada por determinados estímulos procedentes de los alimentos, mediatizada por las condiciones psicológicas,

fisiológicas y sociológicas de la persona o grupo de personas que realizan la evaluación. (Sancho, J., Bota, E. y de Castro, J., 1999)

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos requiere una metodología para la formación de estudiantes de Ingeniería de Alimentos en técnicas de análisis avanzadas de alimentos, debido a que dichas técnicas son requeridas en la Industria Alimentaria para poder producir alimentos de calidad y que cumplan con la legislación de la región donde se elabora el alimento.

Por ello, es necesario desarrollar el contenido temático de una asignatura que recabe la información necesaria para instruir a los alumnos de Ingeniería de Alimentos en técnicas de análisis avanzadas de alimentos, mediante la elaboración de un cuaderno de cátedra. También para la parte práctica se debe evaluar, mediante un diagnóstico de las condiciones iniciales de los laboratorios a disposición de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, la adquisición de nuevos equipos, un diseño de un laboratorio nuevo o un rediseño de las instalaciones actuales para poder realizar los análisis.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL:

Desarrollar una metodología para la formación en técnicas de análisis avanzadas de alimentos

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- a) Realizar un Marco Teórico de técnicas de metodologías de enseñanza aprendizaje para la asignatura “Técnicas de Análisis de Alimentos II” así como de técnicas de análisis avanzadas de alimentos.
- b) Elaborar un cuaderno de cátedra como parte de técnicas de enseñanza aprendizaje para la asignatura “Técnicas de Análisis de Alimentos II”.
- c) Realizar un diagnóstico de las instalaciones actuales de los laboratorios para análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos en alimentos.
- d) Proponer mejoras, en base a los resultados del diagnóstico, de las instalaciones de los laboratorios de análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos para muestras de alimentos; así como, el diseño del laboratorio de análisis sensorial.
- e) Elaborar un manual con prácticas de laboratorio para la asignatura “Técnicas de Análisis de Alimentos II” que comprendan, análisis instrumental, químicos, físicos, mecánicos y sensoriales de alimentos.
- f) Comprobar que las prácticas de laboratorio propuestas, puedan realizarse sin inconvenientes tanto para docentes como estudiantes.

ALCANCES

- a) Se realizará un cuaderno de cátedra sobre la asignatura “Técnicas de análisis avanzadas de alimentos II” parte del nuevo plan de estudios de la carrera de ingeniería de alimentos.
- b) Propuesta de mejora en los laboratorios utilizados en el desarrollo de las prácticas de laboratorio de la asignatura “Técnicas de Análisis de Alimentos II”, como resultado del diagnóstico de las instalaciones actuales.
- c) Diseñar las guías de laboratorio de las diferentes técnicas de análisis de alimentos que serán impartidas en la asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II” parte del nuevo plan de estudios de la carrera de ingeniería de alimentos.
- d) El diseño de las instalaciones contempla el espacio en que será construido, las dimensiones generales del laboratorio

JUSTIFICACIÓN

Los diferentes análisis aplicados a alimentos son una herramienta importante en la industria de alimentos para verificar que un producto alimenticio cumpla con especificaciones de calidad o inocuidad en cualquier etapa de su cadena de producción. Dichas especificaciones deben cumplirse ya que pueden ser exigidas por la legislación del país o región donde se elabora el alimento para proteger la salud de los consumidores, o bien pueden ser creadas por la organización que elabora el alimento para cumplir con los estándares de calidad que los mismos consumidores demandan.

En la Universidad de El Salvador actualmente se poseen instalaciones y equipos para poder realizar análisis de tipo instrumental a los alimentos, entre los principales se encuentran pH-metros, conductímetros, refractómetros, espectrofotómetro UV-VIS, espectrofotómetro de absorción atómica, fotómetro de llama, sin embargo, estos equipos no se encuentran en la misma locación, ni en la misma facultad. Es importante evaluar la necesidad de un laboratorio para la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, ya que ambas carreras utilizan estos equipos para analizar los productos que los alumnos elaboran.

El análisis sensorial es indispensable para la carrera Ingeniería de Alimentos porque ayuda a conocer la aceptabilidad de un producto alimenticio en el mercado para el que está destinado, no puede ser realizado por parte de los estudiantes de manera satisfactoria en las condiciones actuales del laboratorio, ya que dicho laboratorio debe de contar con instalaciones que no generen distracción a los jueces o catadores, dicho laboratorio debe estar equipado con cubículos para la evaluación de las muestras por parte de los jueces durante la ejecución de las pruebas, además, debe de contar con dos áreas, una donde se preparan los alimentos y la otra donde se realiza el análisis. Por lo que también es importante evaluar la necesidad de un laboratorio de Análisis Sensorial.

1. CAPITULO I. MARCO CONCEPTUAL

1.1 Definición de metodología

Como metodología se denomina a la serie de métodos y técnicas de rigor científico que se aplican sistemáticamente durante un proceso de investigación para alcanzar un resultado teóricamente válido. En este sentido, la metodología funciona como el soporte conceptual que rige la manera en que aplicamos los procedimientos en una investigación.

La palabra metodología como tal, proviene del griego métodos, que significa método, y el sufijo logía que se traduce en ciencia, estudio o tratado. De allí que también sea definida como la ciencia del método, y se refiere al modelo aplicable que deben seguir los métodos de investigación, aun cuando resulten cuestionables.

La metodología ha sido clasificada de distintas formas: respecto de su carácter, cualitativo o cuantitativo, pero también respecto del resultado que busque encontrar de la investigación. Es una cantidad muy grande de ciencias y campos de acción los que presentan algún tipo de metodología, con ciertas variantes según se trate. (Coelho, F. 2019)

1.1.1 Metodologías de enseñanza

1.1.1.1 Técnicas de enseñanza.

Una Técnica, es un conjunto de procedimientos, tácticas o recursos de los que se vale una ciencia, arte, un oficio o una profesión. Cuando se habla de educación una técnica de enseñanza es un tipo de acción concreta, planificada por el docente y llevada a cabo por el propio docente y/o sus estudiantes con la finalidad de alcanzar objetivos de aprendizaje. (Orellana, L., 2012)

Las técnicas de enseñanza son variadas, se pueden adaptar a cualquier disciplina o circunstancia de enseñanza-aprendizaje y pueden aplicarse de modo activo para propiciar la reflexión de los alumnos.

Dentro de ellas Orellana, L,(2012) menciona:

- a) Técnica expositiva: Consiste en la exposición oral por parte del docente, del asunto de la asignatura.
- b) Técnica biográfica: Se exponen los hechos o problemas a través del relato de las vidas de personajes que contribuyeron con sus descubrimientos y trabajo al conocimiento de la humanidad.
- c) Técnica del interrogatorio: Consiste en plantear preguntas a los alumnos con el fin de conocer las dificultades de los alumnos, conocimientos, conducta, manera de pensar, intereses y valores.
- d) Técnica de la argumentación: Es una forma de interrogatorio destinado a comprobar lo que el alumno debería saber. Se encamina a diagnosticar conocimientos, por eso es un interrogatorio de verificación del aprendizaje.
- e) Técnica del diálogo: Es otra forma de interrogatorio, cuyo fin es llevar a los alumnos a la reflexión valiéndose de razonamientos. El principio básico es que el docente propone alguna cuestión y debe encauzar al alumno para que encuentre soluciones.
- f) Técnica del seminario: Es un encuentro didáctico donde se desarrolla un estudio profundo sobre un tema, donde los participantes interactúan con un especialista y todos elaboran la información en colaboración recíproca.
- g) Técnica del estudio de casos: Recibe también el nombre de caso-conferencia, consiste en la presentación de un caso o problema para que la clase sugiera o presente soluciones según convenga.
- h) Técnica de la investigación: Conjunto de actividades intelectuales y experimentales que se abordan sistemáticamente con la intención de aumentar los conocimientos sobre un tema.
- i) Técnica del estudio dirigido: El docente elabora guías de estudio, se componen de introducción, objetivo, el tema, conexión con otras ramas de estudio y un plan de actividades que se deben realizar. Las instrucciones deben ser bien específicas y explicadas.
- j) Técnica de laboratorio: Consiste en una serie de preguntas en relación a un contenido, promueve destrezas organizativas, creativas, manipulativas y de

comunicación, con el fin de aplicar todos los conocimientos a un caso o situación en particular.

1.1.1.2 Medios de aprendizaje

Son los medios de comunicación utilizados por el docente y por los estudiantes, los cuales le proporcionan la información relevante, con la finalidad de facilitar el aprendizaje y lograr los objetivos previamente establecidos.

Un medio, permite comunicar a la audiencia información sobre un tópico y provocar, en esta una respuesta que sirva a los fines específicos del aprendizaje. (Cabrera, W., Aquino, M. y Cruz, N., 2004)

1.1.1.3 Evaluación de aprendizaje

Es el proceso mediante el docente y el estudiante determinan, registran y valoran el nivel de rendimiento del estudiante, en función de los objetivos previstos dentro del plan de estudios de la carrera a la cual pertenece la asignatura.

Algunos procesos de evaluación son:

- a) Evaluación continua: Se realiza a lo largo del proceso de aprendizaje para determinar, registrar y valorar el rendimiento del estudiante, en forma sistemática.
- b) Evaluación integral: Es la valoración del rendimiento del estudiante tomado en cuantos factores como conocimientos, habilidades, actitudes, valores, etc.
- c) Evaluación Cooperativa: Contempla la participación de los actores del proceso, a través de la auto evaluación, coevaluación y evaluación unidireccional a fin de mejorar la calidad del proceso de aprendizaje, tiene como objetivo estimular y desarrollar el sentido de la auto responsabilidad en el estudiante.
- d) Evaluación diagnóstica: Se realiza al inicio de la unidad de aprendizaje, su propósito es detectar las condiciones en que se encuentra el estudiante, esta evaluación ayuda a superar deficiencias.

- e) Evaluación formativa: Su propósito no es calificar, se realiza durante el desarrollo del aprendizaje, y busca proporcionar información sobre el proceso del estudiante.
- f) Evaluación sumativa: Se realiza al finalizar una unidad, un grupo de objetivos, o cursos completos, su propósito es calificar y certifica, proporciona información sobre el rendimiento en función de los objetivos previstos. Determina la efectividad del proceso de aprendizaje, se realiza por medio de pruebas, ejercicios, laboratorios o trabajos de investigación. Esta, se rige por un plan de evaluación que debe llevar:
 - i. Fecha de realización.
 - ii. Los objetivos de aprendizaje.
 - iii. Los contenidos.
 - iv. Las actividades de evaluación.
 - v. Técnicas e instrumentos de evaluación.
 - vi. Ponderación y puntaje.

Las cuales responden a las siguientes interrogaciones, ¿Cuándo? ¿Para qué? ¿Qué? ¿Cómo? ¿Con qué? ¿Cuánto?. (Cabrera, W., Aquino, M. y Cruz, N., 2004)

1.2 Definición de Pedagogía

La palabra pedagogía deriva del griego Paidós, que significa niño, y agogía, que significa conducción. Etimológicamente equivale a conducción del niño. Originalmente los pedagogos eran los esclavos que cuidaban y acompañaban a los niños a la escuela. En los siglos XVII y XVIII los preceptores cumplían el mismo papel con los hijos de las familias acomodadas.

Actualmente el concepto de pedagogía es más amplio porque incluye el estudio teórico y la regulación práctica del proceso educativo, es decir el estudio de los contenidos de la teoría y práctica de la educación. (Saavedra, M., 2001)

1.3 Definición de Cuaderno de cátedra

Un cuaderno de cátedra es un material de uso pedagógico en clases, el cual está compuesto de los contenidos que el docente va a desarrollar a lo largo de la

asignatura. Facilita los procesos de enseñanza-aprendizaje, ya que brinda a los estudiantes la bibliografía sobre los temas de estudio, y de igual manera, proporciona a los docentes una herramienta para facilitar el desarrollo de las clases en el tiempo programado.

1.3.1 Características del cuaderno de catedra

Las características o partes que componen a un cuaderno de catedra, dependen de la asignatura a impartir, debido a que, dependiendo de su naturaleza, requieren o no de prácticas experimentales u otras metodologías de enseñanza y aprendizaje. (Cabrera, W., Aquino, M. y Cruz, N., 2004) afirma las partes que componen al cuaderno de catedra:

a) Portada.

Incluye el nombre del lugar donde se imparte la asignatura, nombre completo del docente, el nombre de la asignatura, el ciclo y año académico. Esta tiene como fin identificar al trabajo y al autor.

b) Título

Es un conjunto de palabras (el menor número posible), con las que se buscan dar a conocer la temática del cuaderno de cátedra.

c) Calendario de Asignatura

Se entrega a principio de curso una hoja correspondiente al calendario del ciclo académico, con las actividades relacionadas a la asignatura impartida. En este calendario figuran las evaluaciones, horas clase, y demás actividades. Es importante ya que a esta se le recurre continuamente durante el curso de la asignatura.

d) Índice

El índice, refleja el contenido del cuaderno de catedra, debe ser claro y debe llevar un orden expositivo de conceptos, debe de comenzar con la introducción, seguida por los capítulos que constituyen al cuaderno, debe llevar apartado y sub apartados, en cuanto a la posición, puede colocarse al inicio o al final del trabajo, de ser muy

extenso y abarcar muchas páginas, es recomendable que se coloque al final del texto.

e) Introducción.

Es la sección inicial de un texto, esta primera parte por lo general expresa un resumen de lo que será explicado o desarrollado en el cuerpo del texto. En la introducción, el lector se familiariza con el tema, y el propósito principal de esta, es contextualizar el texto.

f) Cuerpo o Desarrollo.

Es la parte central, el texto debe ser redactado en forma clara, concisa, lógica y ordenada con una presentación que capte el interés del lector. Todo argumento o hallazgo enunciado debe estar adecuadamente fundamentado.

Es recomendable que el cuerpo esté organizado en varios capítulos los cuales refieran a diferentes objetivos parciales, con su planteo conceptual, métodos, resultados, discusión y conclusiones correspondientes. Cada capítulo debe tener una carátula indicando el número y el título del mismo.

g) Manual de prácticas de laboratorio.

Las prácticas de laboratorio tienen como objetivos que los estudiantes adquieran las habilidades propias de los métodos de la investigación científica, amplíen, profundicen, consoliden, realicen, y comprueben los fundamentos teóricos de la asignatura mediante la experimentación empleando los medios de enseñanza necesarios, garantizando el trabajo individual en la ejecución de la práctica.

En las prácticas de laboratorio los objetivos se cumplen a través de la realización de experiencias programadas con el apoyo de un manual.

Siendo el manual, un documento que contiene la descripción de las actividades que se deben seguir para llevar a cabo tareas diversas. En él se recogen de manera detallada y descriptiva aspectos que van desde el orden secuencial de las actividades, hasta la sucesión de labores necesarias para la realización de un trabajo.

Se puede dividir en tres etapas:

- i. La preparación previa a la práctica se desarrolla fundamentalmente sobre la base del estudio teórico orientado por el profesor como fundamento de la práctica, así como el estudio de las técnicas de los experimentos correspondientes.
- ii. El desarrollo se caracteriza por el trabajo de los estudiantes con el material de laboratorio (utensilios, instrumentos, aparatos, y reactivos), la anotación de las observaciones, entre otras tareas.
- iii. Conclusiones, en estas, el estudiante deberá analizar los datos de la observación.

h) Conclusión

Es una especie de capítulo final en el que, de forma breve, precisa y clara, explica los resultados e ideas principales.

i) Referencia Bibliográfica

Se detalla con orden alfabético y formato APA y dependiendo del medio utilizado para recabar la información, se da a conocer los autores que han sido consultados, aclarando características como el nombre, del autor, año, edición, etc.

1.4 Historia del análisis de alimentos

El análisis de los alimentos, son una serie de mecanismos utilizados para conocer de forma detallada las características de un alimento, y se basa en la química de los alimentos como se le conoce actualmente, esta es una disciplina relativamente nueva pero cuyos alcances, propósitos y resultados están al alcance de todos.

La ciencia de los alimentos como disciplina científica se creó en la segunda mitad del siglo XIX, como consecuencia del importante desarrollo de la química en los siglos XVIII y XIX.

Aunque el origen de la Química de los Alimentos se remonta en cierto sentido a la antigüedad, los descubrimientos que hoy se consideran más significativos se inician a fines de la década de 1700

Durante el período de 1780-1850 varios químicos famosos hicieron importantes descubrimientos, muchos de los cuales se relacionan directa o indirectamente con la Química de los Alimentos. Los orígenes de la moderna Química de los Alimentos descansan en las publicaciones de Scheele, Lavoisier, de Saussure, Gay-Lussac, Thenard, Davy, Berzelius, Thomson, Beaumont y Liebig.

Muchos de estos científicos estudiaron a fondo los alimentos e hicieron descubrimientos de importancia tan fundamental para la química de los alimentos que la exclusión de sus trabajos de cualquier relación histórica de esta ciencia no tendría razón de ser.

Scheele (1742-1786), farmacéutico sueco, descubrió el glicerol y aisló los ácidos cítrico y málico de varias frutas.

Carl Wilhelm Scheele (1742-1786), farmacéutico sueco, fue uno de los químicos más eximios de todos los tiempos. Además de sus famosos descubrimientos del cloro, glicerol y oxígeno, aisló y estudió las propiedades de la lactosa (1780), preparó ácido mícico por oxidación del ácido láctico (1780), ideó un método de conservar el vinagre mediante el calor (1782)

Lavoisier (1743-1794), químico, biólogo y economista francés, estableció los principios fundamentales de la combustión y el análisis orgánico e hizo los primeros intentos para determinar la composición elemental del alcohol, y la presencia de ácidos orgánicos en diversas frutas.

Joseph Louis Gay-Lussac (1778-1850) y Louis Jacques Thenard (1777-1857), idearon en 1811 el primer método de estimar cuantitativamente los porcentajes de carbono, hidrógeno y nitrógeno en los productos vegetales desecados.

Justus Von Liebig (1801-1873), químico alemán, clasificó los alimentos en tres grandes grupos (grasas, proteínas e hidratos de carbono), e ideó un método para obtener extractos de carne que se utilizó en todo el mundo hasta mediados del siglo XX. En 1842 dividió los alimentos en nitrogenados (fibrina vegetal, albúmina, caseína, carne y sangre) y no nitrogenados (grasas, carbohidratos y bebidas alcohólicas).

También publicó en la segunda mitad del siglo XIX, lo que parece ser el primer libro sobre química de alimentos, Investigaciones sobre la química alimenticia.

Hasta finales del siglo XIX, el desarrollo de los métodos de química analítica y los avances en fisiología y nutrición permitieron ir profundizando el conocimiento de los principales componentes químicos de los alimentos. Otro paso importante en ese sentido fue el descubrimiento de los microorganismos y de los procesos de fermentación realizados por Louis Pasteur (1822-1895).

La expansión que caracterizó la Revolución industrial y los cambios de sociedades rurales a urbanas, modificó la producción de alimentos y creó problemas de salud pública debido a condiciones higiénicas con frecuencia inapropiada, además que también los avances de la química contribuyeron algo a la adulteración de los alimentos, puesto que los abastecedores deshonestos se aprovecharon de la bibliografía química a su alcance, que incluía fórmulas de alimentos adulterados y que permitía la sustitución de los antiguos métodos fraudulentos, más empíricos y menos eficaces, por otros más efectivos, basados en principios científicos.

Esta situación propició el nacimiento de instituciones con el propósito de controlar la composición de los alimentos. La importancia que fue cobrando esta disciplina favoreció a los especialistas en química de alimentos y el establecimiento de estaciones experimentales agrícolas, de laboratorios de control de alimentos, de instituciones de investigación, y la fundación de revistas científicas en el área de la química de los alimentos.

Actualmente, la globalización del consumo de alimentos, la aparición de nuevas materias primas, nuevas tecnologías y nuevos alimentos, aunado al amplio uso de productos químicos y un creciente interés en la relación alimentación-salud, plantea nuevos retos para esta disciplina. (Varas, Escanio y Leal, 2019)

1.5 Definición de técnicas de análisis

Es la agrupación de los distintos elementos individuales que forman el todo de tal manera, que los grupos conformados constituyan unidades homogéneas de estudio. Consiste en ir de lo general a lo específico con el propósito de examinar

con responsabilidad y bajo el criterio de razonabilidad el que las operaciones se ajusten a la Ley, los estatutos, procedimientos, políticas y manuales establecidos.

En la técnica del Análisis se descompone el sistema en elementos de más fácil manejo, para su estudio y posterior recomposición o síntesis, sin olvidar que estas partes así estudiadas continúan formando parte del todo, por lo cual no pueden omitirse sus relaciones. (Cuellar, G. 2016)

1.5.1 Análisis de alimentos

El análisis de alimentos surge de la necesidad de conocer la calidad de los alimentos, sobre todo por la relación que tiene la alimentación con la salud. Los alimentos no son compuestos estáticos, sino dinámicos y consecuentemente las ciencias alimentarias deben estudiar la composición de los alimentos y los efectos que sus componentes provocan en el curso de los diferentes procesos a que están sujetos los alimentos, investigando y descubriendo las conexiones que existen entre la estructura de los diferentes compuestos y sus propiedades organolépticas, así como su capacidad de deterioro en función de su composición química.

La caracterización de los alimentos proviene de los resultados de los diferentes ensayos que puede someterse utilizando diferentes métodos de evaluación, los cuales pueden agruparse en función de los objetivos que persigan y los principios en que se fundamentan. Así, la evaluación de los alimentos involucra tres tipos de análisis: análisis físico-químico, análisis microbiológico y análisis sensorial.

El análisis físico-químico implica la caracterización de los alimentos desde el punto de vista físico-químico, haciendo énfasis en la determinación de su composición química, es decir, cuales sustancias están presentes en un alimento (proteínas, grasas, vitaminas, minerales, hidratos de carbono, contaminantes metálicos, residuos de plaguicidas, toxinas, antioxidantes, etc.) y en que cantidades estos compuestos se encuentran.

El análisis microbiológico se realiza con el fin de identificar y cuantificar los microorganismos presentes en un producto, así como también para la determinación de la calidad higiénico-sanitaria de un proceso de elaboración de

alimentos, lo que permite identificar aquellas etapas del proceso que puedan favorecer la contaminación del producto.

El análisis sensorial se utiliza para evaluar, medir, analizar e interpretar las características sensoriales de un alimento (color, olor, sabor y textura) mediante uno o más órganos de los sentidos humanos. A pesar de que la evaluación sensorial es el análisis más subjetivo, pues el instrumento de medición es el ser humano, muchas veces define el grado de aceptación o rechazo de un producto. Está claro que un alimento que no resulte grato al paladar, a la vista o al olfato, no será aceptado, aunque contenga todos los constituyentes nutritivos necesarios y esté apto desde el punto de vista microbiológico.

Debe tenerse muy presente que ninguno de los métodos señalados tiene mayor o menor importancia que los otros y todos desempeñan un gran papel en la determinación del valor de los alimentos. Solo la aplicación articulada y consecuente de los métodos físico-químicos, microbiológicos y sensoriales puede ofrecer evidencia objetiva de la calidad integral de un alimento. (Fernández , H. 2004)

1.5.2 Análisis instrumental de alimentos

El método analítico puede definirse como el conjunto de operaciones físicas y químicas que permite identificar y/o cuantificar un componente químico, al cual se denomina “analito” en el sistema material que lo contiene. Atendiendo a las características del procedimiento analítico y del principio general en el cual se fundamenta la determinación, los métodos de análisis químico pueden clasificarse en dos grandes grupos: métodos clásicos y métodos instrumentales. (Fernández , H. 2004)

El análisis instrumental es un método analítico utilizado para obtener información cualitativa y cuantitativa acerca de la composición y estructura de la materia, esto se basa en la medición instrumental de alguna propiedad físico-química del sistema estudiado. A principios del siglo XX, los científicos empezaron a explorar fenómenos distintos de los usados en los métodos clásicos para resolver problemas analíticos. Por tanto, la medición de propiedades físicas del analito (compuesto de interés en

la muestra), tales como conductividad, potencial de electrodo, absorción de la luz o emisión de la luz, relación masa/carga y fluorescencia empezaron a usarse en el análisis cuantitativo. Además, técnicas cromatográficas y electroforéticas muy efectivas empezaron a reemplazar la destilación, la extracción y la precipitación para la separación de componentes de mezclas complejas antes de su determinación cualitativa o cuantitativa. Estos métodos más recientes para separar y determinar especies químicas se conocen como métodos instrumentales de análisis. (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

La mayoría de las técnicas instrumentales quedan en una de las tres áreas principales: espectroscopía, electroquímica y cromatografía.

a) Espectroscopía

La espectroscopia es la ciencia que tiene como objeto de estudio las interacciones de la radiación y la materia. Los métodos espectroscópicos se basan en medir la cantidad de radiación producida o absorbida por las especies moleculares o átomos de interés. Podemos clasificar los métodos espectroscópicos de acuerdo con la región del espectro electromagnético utilizada o producida durante la medición. Se han utilizado las regiones de rayos γ , rayos x, ultravioleta (UV), visible, infrarrojo (IR), microondas y las de radiofrecuencia. La espectroscopia ha desempeñado una función vital en el desarrollo de la teoría atómica moderna. Además, los métodos espectroquímicos han proporcionado las herramientas más utilizadas para la explicación de la estructura molecular, así como para las determinaciones cuantitativas y cualitativas tanto de compuestos inorgánicos como orgánicos. (Skoog , D., West , D., Holler , J. y Crouch , S., 2014)

b) Electroquímica

La electroquímica se dedica fundamentalmente al estudio de las reacciones químicas que dan origen a la producción de una corriente eléctrica o que son producidas por el paso de una corriente eléctrica. La electroquímica estudia también la conductividad eléctrica de las distintas sustancias, particularmente de las disoluciones de electrolitos débiles y fuertes. (Hepler, L., 1968)

c) Cromatografía

La cromatografía agrupa un conjunto importante y diverso de métodos que facilitan la separación, identificación y determinación de componentes estrechamente relacionados en mezclas complejas; muchas de dichas separaciones son imposibles por otros medios. La técnica fue inventada y denominada así por el botánico ruso Mikhail Tswett a principios del siglo XX. Él la utilizaba para separar varios pigmentos vegetales como la clorofila y xantofilas, haciendo pasar soluciones de estos compuestos a través de una columna de vidrio rellena con carbono de calcio finamente dividido.

Las aplicaciones de la cromatografía han aumentado en forma explosiva en los últimos cincuenta años debido no sólo al perfeccionamiento de nuevos y diversos tipos de técnicas cromatográficas, sino también a las necesidades crecientes de los científicos de mejores métodos para la caracterización de mezclas complejas. (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

1.5.3 Análisis físicos de alimentos

(Orrego, C., 2003) afirma aquellos análisis que pueden realizarse sin alterar la composición del alimento. Estos pueden ser: densidad, calor específico, entalpía, conductividad térmica, difusividad térmica, entre otros.

- a) Densidad: Es la masa por la unidad de volumen. Sus unidades en el sistema internacional son kg/m^3 . (Rahman, S., 1995) distingue diferentes formas de densidad que se usan en cálculos de proceso:
 - i. Densidad verdadera: Es la que se calcula a partir de las densidades de los componentes de un material, suponiendo conservación de la masa y el volumen.
 - ii. Densidad sustancia: La que se mide cuando un material se ha pulverizado de tal forma que no hay poros en su interior.
 - iii. Densidad de partícula: La de una muestra que no ha sido modificada estructuralmente por lo que incluye el volumen de todos los poros cerrados, pero no la de los poros que tienen conexiones externas.

- iv. Densidad aparente: Es la densidad de una sustancia cuando se incluye el volumen de todos sus poros.
- v. Densidad a granel: La del material cuando esta empacado o apilado a granel.
- b) Calor específico: Es la cantidad de energía, en forma de calor, que gana o pierde un sistema por unidad de masa, para que se produzca en él un cambio de temperatura de un grado, sin que haya cambio de estado.
- c) Entalpía: Es el contenido calórico o nivel de energía de un material, referido al que tiene a una temperatura arbitraria en el que asigna nivel cero (Generalmente -40°C para productos congelados o 0°C para otros sistemas). Se utiliza mucho este concepto para el estudio de los fenómenos térmicos de sustancias puras o gases como vapor y aire; en el caso de los alimentos tiene su mayor aplicabilidad para los productos congelados. Sus unidades en el sistema SI son J/kg.
- d) Conductividad térmica: Es la medida de la capacidad para conducir calor de un material. Para alimentos depende principalmente de su composición. Sin embargo, tienen también influencia factores como sus espacios vacíos (forma, tamaño y orientación), su homogeneidad, etc.
- e) Difusividad térmica: Es la conductividad térmica dividida por el producto del calor específico y la densidad. Sus unidades SI son m^2/s . Se usa para la determinación de las velocidades de transferencia de calor en alimentos sólidos de distintas formas.

1.5.4 Análisis químicos de alimentos

Consiste en la implementación de técnicas que dan información sobre la composición química de un alimento.

Atendiendo a las características del procedimiento analítico y del principio general en el cual se fundamenta la determinación, los métodos de análisis químico pueden clasificarse en dos grandes grupos: métodos clásicos y métodos instrumentales.

- a) Métodos químicos clásicos: Son los métodos más antiguos e involucran generalmente la aplicación de una reacción química en la que interviene el constituyente que se desea determinar.
- b) Los métodos instrumentales (ya detallados en la sección 1.5.2): Constituyen un conjunto de procedimientos basados en la medición instrumental de alguna propiedad físico-química del sistema estudiado. (Fernández , H. 2004)

1.5.5 Análisis mecánicos de alimentos

Este tipo de análisis determina el comportamiento del alimento ante fuerzas aplicadas sobre él. Las propiedades mecánicas también son conocidas como propiedades reológicas y pueden clasificarse en cualitativas y cuantitativas. A continuación, se indica una lista de las principales propiedades cuantitativas:

- a) Deformación unitaria es el cambio de tamaño o forma de un cuerpo referido a su tamaño o forma original (adimensional, m/m).
- b) Tensión es la intensidad en un punto de un cuerpo de las fuerzas internas o componentes de dichas fuerzas que actúan sobre un determinado plano que contiene dicho punto (N/mm²).
- c) Resistencia es la tensión máxima que un material es capaz de soportar (N/mm²)
- d) Limite elástico es la tensión máxima que un material puede soportar sin mostrar deformación unitaria permanente al eliminar completamente el origen de la tensión (N/mm²).
- e) Punto o límite de fluencia es la primera tensión de un material, menor que la máxima alcanzable, para la cual se produce un incremento de la deformación unitaria sin incremento de la tensión (N/mm²) puede ser relacionado con la rotura de la microestructura del material.
- f) Punto de rotura es el punto de la curva fuerza-deformación o tensión-deformación unitaria para el que se produce una rotura en la macroestructura del espécimen (N, m) o (N/mm², m/m).

- g) Deformación permanente es la deformación unitaria restante tras la completa eliminación de la carga causante de la deformación (adimensional, m/m); también se denomina Deformación plástica.
- h) Módulo de elasticidad o Modulo de Young es la relación tensión/deformación unitaria por debajo del límite proporcional o elástico (N/mm^2 : m/m).
- i) Módulo de deformabilidad. En este caso la suma de las deformaciones elástica y plástica de un determinado punto en la curva fuerza-deformación es empleada para calcular la deformación unitaria en la expresión del módulo.
- j) Grado de elasticidad es la relación entre la deformación elástica y la suma de las deformaciones elástica y plástica, determinada cuando un material es sometido a una carga y posteriormente descargado hasta la total eliminación de la misma (adimensional, m/m).
- k) Grado de plasticidad es la relación entre la deformación plástica y la suma de las deformaciones elástica y plástica determinada cuando un material es sometido a una carga y posteriormente descargado hasta la total eliminación de la misma (adimensional, m/m). Es la magnitud complementaria al grado de elasticidad.
- l) Tenacidad es el trabajo necesario para causar la rotura de un material (J).
- m) Indeformabilidad (Stiffness) está definida por la pendiente de la primera porción lineal de la curva fuerza-deformación (N/mm). La relación tensión-deformación unitaria en la región más o menos elástica de la curva puede ser asociada al módulo de elasticidad o módulo de Young, como ya se ha indicado anteriormente.
- n) Presión de turgencia (N/mm^2) también denominada turgor o turgescencia, mide el estado de hidratación de un material biológico.

Entre las propiedades cualitativas, se pueden mencionar las siguientes:

- a) Textura es un término general de calidad, que describe la percepción en la boca, las características que tienen que ver con el sentido del tacto. Integra magnitudes reológicas (grado de elasticidad y de plasticidad) junto a otras de

carácter cualitativo para las que no existen definiciones claras (firmeza, dureza).

- b) Elasticidad es la capacidad de un material de sufrir deformación elástica o recuperable. Puede determinarse a través del ensayo de carga/descarga y cuantificarse a través del grado de elasticidad.
- c) Plasticidad es la capacidad de un material de sufrir deformación plástica o no recuperable.
- d) Firmeza es la consistencia de los frutos, determinada tradicionalmente como la fuerza necesaria para deformar la superficie de un fruto con el pulgar. La firmeza es un atributo textural importante en frutas y hortalizas, que se utiliza en relación al establecimiento del momento óptimo de la recolección, a la evaluación de la calidad durante el almacenamiento, a la comercialización en fresco o al procesado inicial de los productos. La firmeza puede determinarse a través de distintas magnitudes, como la resistencia a rotura, el módulo de elasticidad, la Indeformabilidad (Stiffness) o cualquier otra magnitud proporcional a las anteriores, aunque el método normalizado de determinación de la firmeza es a través de una medida de resistencia (ensayo de penetración Magness-Taylor). (Barreiro, P., 1996)

1.5.5.1 Análisis sensorial de alimentos

La evaluación sensorial de los alimentos es una función primaria del hombre: desde su infancia y de una forma consciente, acepta o rechaza los alimentos de acuerdo con las sensaciones que experimenta al consumirlos. De esta forma, se establecen unos criterios para la selección de los alimentos, criterios que inciden sobre una de las facetas de la calidad global del alimento, la calidad sensorial. La evaluación de la calidad se lleva a cabo mediante una disciplina científica, el análisis sensorial, cuyo instrumento de medida es el propio hombre.

El análisis sensorial es la rama de la ciencia utilizada para obtener, medir, analizar e interpretar las reacciones a determinadas características de los alimentos y materiales, tal y como son percibidas por los sentidos de la vista, olfato, gusto, tacto y el oído.

Actualmente, existen métodos instrumentales físicos o químicos para medir en los alimentos atributos tales como el color, textura, aroma, etc., y que son de gran utilidad en el control rutinario de la industria alimentaria. Estos métodos se caracterizan por su rapidez, su reproducibilidad y por el gran número de análisis que pueden realizarse. Sin embargo, presentan limitaciones e inconvenientes ante determinados componentes de un alimento, bien porque estos sean numerosos o bien porque las interacciones entre ellos sean complejas. En este sentido, el análisis sensorial puede proporcionar una visión integradora sobre la calidad organoléptica de un producto, que se puede definir como calidad sensorial, sin perder de vista el último término, el éxito de un alimento depende de las reacciones totalmente sujetas del consumidor, de la respuesta de los sentidos. (Ibáñez M. y Angulo Y., 2000)

1.5.5.2 Historia del análisis sensorial

El ser humano, desde su aparición como tal y en el transcurso de su evolución, ha confiado en sus sentidos y experiencias para seleccionar los alimentos que ha necesitado, y ello le ha permitido diferenciar los alimentos saludables de los que no lo eran. Sin embargo, y de modo tardío, se ha necesitado más tiempo para que la evaluación sensorial se convirtiera y se reconociera como disciplina científica. En el ámbito de la industria alimentaria, los estudios sobre composición química y microbiología, y de sus características físicas, así como la influencia de tales variables sobre la aceptabilidad, precedieron a los estudios sensoriales como instrumento ordinario para determinar la calidad de los alimentos.

La preocupación por la aceptación de los alimentos y la aplicación de la evaluación sensorial de los productos alimenticios se fue estableciendo en la industria alimentaria ya desde los comienzos del siglo XX. Si bien en muchas industrias del sector se reconocía el interés que ofrecía la evaluación sensorial para formular y evaluar los productos, aún era reducida la aceptación general de que tenía entidad suficiente y por sí misma. Por otro lado, tampoco existía un consenso sobre la función que debía desempeñar esta ciencia emergente dentro de la industria o sobre cómo debía contemplarse la misma dentro de la organización empresarial. La industria alimentaria, como otras muchas industrias de consumo, consideraba

tradicionalmente la evaluación sensorial en el contexto de lo que se dio en llamar el “experto” de la compañía. Es decir, de la persona que por la experiencia acumulada en el transcurso de los años era capaz de describir los productos de la empresa y de disponer unas normas de calidad tanto para adquirir la materia prima como para fabricar y comercializar cada tipo de producto. Estos expertos establecieron las bases para desarrollar lo que entonces se denominaron “sesiones de muestras” y “reuniones informales” de finales de los años 30, y simultáneamente al desarrollo de técnicas analíticas sofisticadas, tales como la cromatografía gaseosa o la espectrometría de masas, se iniciaron investigaciones sobre el sabor de los alimentos. Si bien puede resultar paradójico, hay que indicar que los estudios de carácter científico en el área de la evaluación sensorial, así como el interés por los estudios de aceptabilidad de los alimentos, no se intensificaron hasta la Segunda Guerra Mundial.

A partir de entonces, el análisis sensorial ha evolucionado en el uso de los órganos de los sentidos para obtener pruebas objetivas y fiables como medida de calidad y cuyo instrumento de medida es el ser humano. (Ibáñez M. y Angulo Y., 2000)

1.5.5.3 Usos del análisis sensorial

El papel del análisis sensorial se torna de gran importancia en prácticamente todas las etapas de producción y desarrollo de la industria alimentaria, para conocer tanto las características como la aceptabilidad de un producto.

El campo de las posibles aplicaciones del análisis sensorial es muy amplio y puede ser utilizado de forma potencial en los distintos departamentos de producción, ventas, control de calidad y desarrollo de un producto de una empresa alimentaria.

Es importante la utilización del análisis sensorial que tiene en las funciones de control de calidad y estandarización de un alimento. La calidad es un término complejo, difícil de definir y de carácter multidimensional. Una vez aseguradas la calidad nutricional y sanitaria, la calidad sensorial y la aceptabilidad por el consumidor pueden ser evaluadas controlando sensorialmente la calidad de la materia prima, las condiciones de la producción y el almacenamiento o la estrategia

de mercado. Los avances tecnológicos han hecho posible que muchas pruebas y procedimientos sobre la calidad de un producto puedan realizarse con instrumentos analíticos. Sin embargo, hay cierta información deseada que no puede ser medida más que por los sentidos. Si bien la correlación entre juicios humanos y ensayos objetivos debe ser periódicamente revisada para asegurar que no existe una desviación en la percepción sensorial en el tiempo.

La investigación misma del análisis sensorial es otro de los usos del análisis sensorial, aplicado a la mejora del producto mediante el estudio de los defectos sensoriales o atributos deseables tras la modificación de la fórmula de un producto por eliminación, sustitución o adición de un nuevo ingrediente, o bien por la modificación del proceso de elaboración del mismo. En muchos casos, es el propio consumidor quien, mediante estudios de aceptabilidad, sugiere la mejora del producto que puede servir como punto de partida para el desarrollo de nuevos productos.

El análisis sensorial no solo se destina a evaluar las características del producto por sí mismo, sino que también es muy útil para establecer la relación con productos similares que pudieran competir con él en el mercado. Así, los resultados generados por un panel de expertos deben ser contrastados con los obtenidos en pruebas de aceptación y de preferencia de consumidor, realizadas con productos competidores. De esta forma, se podrá mantener el producto objeto de estudio en un puesto del mercado o se verificará una posible modificación en la aceptabilidad del consumidor.

Por lo tanto, el análisis sensorial desempeña un papel muy importante en un gran número de las actividades de la investigación sobre alimentos. Para ello es imprescindible la selección y entrenamiento de un panel sensorial, así como el desarrollo de una terminología descriptiva, técnicas de evaluación sensorial y ensayos fisicoquímicos que ayuden a caracterizar las cualidades sensoriales del alimento, sin olvidar que el consumidor determina en último término la evolución de un producto. (Ibáñez M. y Angulo Y., 2000)

1.6 Diagnóstico y diseño de las instalaciones de laboratorio

El diagnóstico es un procedimiento ordenado y sistemático, para conocer y establecer de manera clara, una circunstancia, a partir de observaciones y datos concretos. El diagnóstico conlleva siempre una evaluación, con valoración de acciones en relación con objetivos.

Se da alusión al diagnóstico como proceso de investigación, de descubrimiento, basado en una metodología que parte de la recogida de datos a través de técnicas. El diagnóstico puede entenderse como un proceso de investigación científica, con base en datos empíricos. (Martínez G. y Amaya, R., 1993)

El diagnóstico requiere de un proceso de observación, evaluación, descripción y análisis como método para la resolución del problema.

1.6.1 Diseño de las instalaciones de laboratorio

(Martín, P. y Weathermax, J., 1993) afirma el diseño de las instalaciones de un laboratorio de alimentos se realiza con un equipo multidisciplinario para construir y diseñar. El arquitecto diseña y dirige la construcción mientras el analista establece las necesidades técnicas, así el resultado final responde adecuadamente a las necesidades de los usuarios.

Un punto importante para el diseño de un laboratorio es prever nuevas ampliaciones a futuro, el diseño debe realizarse también tan flexible como sea posible a fin de acomodarlo a la cantidad de trabajo. El laboratorio debe ubicarse lo más lejos posible de los centros urbanos y de las áreas industriales a fin de minimizar los problemas de contaminación.

Los principios necesarios para el diseño de un laboratorio de alimentos son:

- a) La estructuración básica del edificio
- b) Dispositivos de seguridad
- c) Ventilación y aires acondicionado
- d) Espacio utilizable
- e) Equipo e instrumentos

f) Suministros

1.7 Especificaciones técnicas de las salas de análisis sensorial

Las especificaciones técnicas para el diseño de salas de análisis sensorial pueden encontrarse en normativa internacional, como la Organización Internacional de Normalización (ISO), específicamente la ISO 8589.

Las salas de análisis sensorial poseen dos áreas, una de preparación de los alimentos y la otra donde se realiza la prueba sensorial.

Creación de salas de análisis sensorial (ISO (International Organization for Standardization) 8589, 2007)

La creación de salas de análisis sensorial destinadas al análisis sensorial difiere, dependiendo de si se utiliza un nuevo edificio o una instalación existente.

Una instalación de una sala de análisis sensorial típica comprende lo siguiente:

- a) Un área de prueba en la que el trabajo puede llevarse a cabo individualmente en cabinas de prueba o en grupos.
- b) Un área de preparación.
- c) Una oficina.
- d) Un guardarropa y baños.
- e) Una sala de almacenamiento de suministros.
- f) Una sala de almacenamiento para muestras.
- g) Una sala de espera para asesores.

Sin embargo, de los anteriormente mencionados, los requisitos mínimos son:

- a) Un área de prueba en la que el trabajo puede llevarse a cabo individualmente en cabinas de prueba o en grupos.
- b) Un área de preparación.

Los evaluadores deben poder acceder fácilmente a la sala de pruebas y no debe ubicarse en un área donde haya un flujo de tráfico pesado (por ejemplo, cerca de una cafetería), a menos que se hayan hecho arreglos para reducir el ruido y la

distracción. También se deben hacer arreglos razonables para la accesibilidad al área por aquellos con discapacidades físicas.

Es deseable un área para que los evaluadores se reúnan o esperen antes de ingresar a la sala de pruebas. La organización de las áreas debe ser fácilmente accesible para la limpieza y debe permitir buenas condiciones de higiene

El área de prueba debe cumplir con las siguientes especificaciones:

- a) Ubicación: el área de prueba debe ubicarse cerca del área de preparación. Las áreas deben estar lo suficientemente cerca una de la otra para facilitar la presentación de la muestra, pero las áreas deben estar separadas para reducir la interferencia, como el olor y el ruido.
Los evaluadores no deben ingresar o salir del área de prueba a través del área de preparación, ya que esto podría resultar en sesgo en los resultados de la prueba.
- b) Temperatura y humedad relativa: se debe controlar la temperatura en el área de prueba. La humedad relativa debe ser controlable si puede afectar el producto durante la evaluación. En general, los niveles deben ser cómodos para los evaluadores, a menos que la prueba del producto requiera condiciones inusuales.
- c) Ruido: el nivel de ruido se mantendrá al mínimo durante los ensayos. Por lo tanto, es deseable que la habitación sea resistente al sonido, con pisos que puedan minimizar los ruidos asociados con caminar o al mover objetos.
- d) Olores: el área de prueba debe mantenerse razonablemente libre de olores. Una forma de lograr esto es mediante la instalación de un sistema de aire con filtros de carbón activado. Si es necesario, se puede crear una ligera presión positiva en el área de prueba para reducir la entrada de aire de otras áreas.

El área de prueba se construirá con materiales que sean fáciles de limpiar y que puedan mantenerse libres de olores. Los muebles y equipos, como alfombras, sillas, etc., no emitirán olores que puedan interferir con la

evaluación. Dependiendo del uso del laboratorio, el uso de superficies de tela puede necesitar ser limitado debido a la absorción de olores y dificultades en la limpieza.

Los agentes de limpieza que se usan no deben dejar olores en el área de prueba.

- e) Decoración: el color de las paredes y el mobiliario del área de prueba debe ser neutral para que el color de las muestras no se modifique. Los colores blanco opaco o gris neutro claro son los colores recomendados (el gris oscuro puede ser apropiado para pisos y sillas).
- f) Iluminación: la fuente, el tipo de iluminación y los niveles de iluminación son muy importantes en todas las pruebas sensoriales. Se debe prestar atención a la iluminación general en todas las habitaciones y a la iluminación en cada cabina de paneles cuando corresponda. La iluminación en el área de prueba debe ser uniforme, libre de sombras fuertes y controlable.

La iluminación especial puede ser especialmente importante en el caso de la evaluación del color de productos o materiales. También se pueden necesitar dispositivos de iluminación especiales para enmascarar el color o las diferencias visuales que son variables no deseadas del producto que no son de prueba.

- g) Consideraciones de seguridad: Se debe tener en cuenta cualquier consideración especial de seguridad apropiada para el tipo de laboratorio, como campanas de ventilación especiales para muestras de olor, estaciones de lavado químico si se trabaja con productos químicos y consideraciones especiales de incendio si se trabaja con equipos de cocina.

Independientemente del tipo de laboratorio, los letreros de salida deben colocarse adecuadamente.

Las cabinas de prueba

Cabinas de prueba: en muchas pruebas sensoriales, los evaluadores deben realizar juicios personales independientes. Los evaluadores a menudo usan cabinas de pruebas individuales para limitar las distracciones y evitar la comunicación

durante las evaluaciones donde la evaluación individual es necesaria. Las cabinas deben cumplir con lo siguiente:

- a) Número: el número de cabinas que se pueden instalar depende del espacio disponible y de las pruebas que generalmente se realizan en el área de prueba. Este número se elegirá para permitir suficiente espacio para el movimiento y para servir muestras del área de servicio.
- b) Configuración: aunque se recomiendan cabinas de prueba permanentes, puede ser necesario el uso de cabinas de prueba temporales y portátiles.

Si las cabinas de prueba se construyen a lo largo de una pared que divide el área de prueba del área de preparación, se recomienda que haya aberturas para permitir que las muestras pasen del área de preparación a la cabina de prueba. Las aberturas se diseñarán para facilitar el paso de las muestras y se cubrirán con puertas corredizas o escotillas que se cierren silenciosamente. Un mostrador en el lado del área de servicio de la pared es conveniente. Se recomienda que las aberturas se diseñen de modo que los evaluadores no puedan ver las muestras preparadas o codificadas.

Los tomacorrientes, si es necesario, deben ubicarse convenientemente para acomodar el equipo eléctrico que pueda ser requerido para situaciones de prueba específicas.

Si los evaluadores utilizan un sistema informático para la entrada de datos, los componentes informáticos necesarios se configurarán para permitir que el evaluador se concentre en la tarea sensorial. Por ejemplo, la pantalla debe estar a una altura cómoda para la visualización y debe estar configurada de modo que haya un brillo mínimo, y los protectores de pantalla generalmente no deben usarse. El teclado u otro dispositivo de entrada deben estar a un nivel cómodo y colocado de manera que no obstaculice la evaluación de las muestras.

A menos que el panel se sirva a intervalos de tiempo específicos, se recomienda que se diseñe un sistema para que el evaluador envíe una señal al operador cuando esté listo para una muestra. Esto es especialmente importante cuando una pared separa el área de preparación del área de prueba. Se puede usar un interruptor para

encender una luz en el lado de preparación, o un sistema en el que una tarjeta simplemente se desliza debajo de la puerta de servicio.

Puede ser útil que las cabinas estén numeradas o tengan un letrero para permitir su identificación y la ubicación de los asesores.

2. CAPITULO II. METODOLOGIA DE LA INVESTIGACION

La investigación del presente trabajo se realizó con el fin contribuir a la renovación del pensum de la carrera Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, sede central, mediante la recolección de información del análisis instrumental, físicos, químicos, mecánicos y sensoriales de los alimentos, para la asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II” que se encuentra dentro de la nueva currícula que se está trabajando en la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador.

Para la estructuración del cuaderno de cátedra se partió de material (un temario) proporcionado por los docentes de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, sede central, quienes actualmente se encuentran trabajando en un nuevo pensum para la carrera ingeniería de alimentos. Dicho pensum contiene la asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II”, por lo que, se realizará una investigación bibliográfica para poder elaborar un cuaderno de cátedra sobre la asignatura. El temario se desarrolla en el capítulo III.

2.1 Metodología para la enseñanza de la asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II”

El enfoque curricular básico del plan de estudios de la carrera de Ingeniería de Alimentos es el tecnológico por objetivos, trabajándose con una estructura curricular secuenciada y estructurada en asignaturas o unidades didácticas, cada una descrita en términos de contenidos formativos, actividades a realizar y procedimiento de evaluación.

Actualmente, en el plan de estudios de la carrera Ingeniería de Alimentos, del año 1998, para cuantificar los créditos académicos acumulados por el estudiante, se utiliza el sistema de unidades valorativas, en coherencia con lo establecido por la Ley de Educación Superior de El Salvador en el artículo 6. El plan de estudios de la carrera, completa un total de 181 unidades valorativas. Al realizar estudios a tiempo completo, el estudiante de Ingeniería de Alimentos egresa en 5 años, cada año de

estudio se compone de dos ciclos y posterior a este tiempo, la carrera del estudiante culmina con un trabajo de graduación.

La modalidad de enseñanza del plan de estudios de la carrera de Ingeniería de Alimentos es presencial. En esta modalidad los estudiantes asisten regularmente a clases y desarrollan su proceso de aprendizaje en un entorno grupal y presencial. El reglamento para la Gestión Académico - Administrativa de la Universidad de El Salvador (artículo 147), establece que el estudiante debe tener al menos el 75% de la asistencia para tener derecho a las evaluaciones de cada unidad de aprendizaje.

El aprendizaje se realiza a partir de clases magistrales con el fin de transmitir la estructura básica de la asignatura, por medio de la toma de apuntes, esquemas, resúmenes, resoluciones de test individuales, cuestionarios y prácticas de laboratorio.

Para ello se realizará una investigación bibliográfica que contemple las técnicas de análisis de alimentos y así desarrollar un cuaderno de catedra como apoyo de la clase magistral y un manual de laboratorio para la aplicación de dichas técnicas de análisis.

En la Tabla 2.1, se describen las estrategias y actividades que los docentes utilizarán para desarrollar el plan de estudios de la carrera de Ingeniería de Alimentos.

Tabla 2. 1 Estrategias para hacer el plan de estudios de Ingeniería de Alimentos.

Estrategias de aprendizaje	Actividad del estudiante
Clase magistral, a fin de transmitir la estructura básica de una asignatura.	Tomar apuntes, esquemas, resúmenes. Resolución individual de test y cuestionario.
Resolución de problemas previamente planteados.	Resolución de problemas
Resolución dirigida de problemas o mini proyectos abiertos en grupo.	Compresión del alcance del problema Búsqueda de información Resolución de problemas Análisis de casos Uso de documentación en ingles

Continúa...

Tabla 2. 1 Estrategias para hacer el plan de estudios de Ingeniería de Alimentos (Continuación)

Estrategias de aprendizaje	Actividad del estudiante
Prácticas de laboratorio específicas, con guion detallado.	Preparación de la actividad por parte del instructor de laboratorio o el docente encargado de la asignatura. Realización de la actividad Realización del informe y presentación
Laboratorio integrado sobre problemas propuestos por el grupo.	Planteamiento de estrategias de realización. Diseño de experimentos. Uso de documentación en inglés.
Laboratorio integrado sobre problemas propuestos por el grupo.	Realización y presentación de informe escrito y oral.
Análisis de texto	Lectura de textos de libros, revistas, catálogos, normativas con comentario oral o escrito.
Realización de informe sobre un tema, individualmente o en grupo.	Búsqueda de información. Redacción
Desarrollo de un proyecto o trabajo dirigido en grupo (puede ser multidisciplinario entre equipos de distintas especialidades)	Comprensión del alcance del proyecto. Distribución de tareas del grupo. Búsqueda de información. Posible colaboración de alumnos de otras especialidades. Desarrollo del trabajo específico. Síntesis de los trabajos individuales. Redacción y presentación de los resultados.
Visitas técnicas	Asistencia Realización del informe
Actividades académicas diversas	Conferencias Coloquios Cursos diversos
Uso de programas de autoaprendizaje y trabajo no presencial dirigido.	Uso de programas de autoaprendizaje Uso de herramientas virtuales para realizar prelaboratorios: QuestionPro, Edmodo, Schoology
Tutorías	Consultas ex aula

2.2 Metodología para el desarrollo del manual de laboratorio de la asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II”

Las practicas específicas de laboratorio de la asignatura se realizarán en las instalaciones de los laboratorios de la Universidad de El Salvador, sede Central.

El manual de laboratorio contendrá las practicas especificas a desarrollarse a lo largo de la asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II”. Se realizará el diseño de experimentos de las 9 practicas planteadas en el cuaderno de catedra.

En la Tabla 2.2, se describen las estrategias, herramientas y actividades para desarrollar el manual de laboratorio.

Tabla 2. 2 Estrategias para el desarrollo del manual de laboratorio.

Objetivo específico	Resultado	Herramienta/Estrategia/ metodología de obtención/actividad.
1. Elaborar un manual con prácticas de laboratorio para la asignatura “Técnicas de Análisis de Alimentos II” que comprendan, análisis instrumental, químicos, físicos, mecánicos y sensoriales de alimentos.	1.1 Obtención de una introducción a la práctica de laboratorio.	En base a revisión bibliográfica.
	1.2 Listado de los materiales, reactivos y equipo a utilizar.	Según Manual de los equipos y las muestras de los alimentos a analizar
	1.3 Descripción del procedimiento a realizar en la práctica de laboratorio.	1. Calibración: en base a Manuales de los equipos a utilizar. 2. Métodos electro analíticos: Manual pHmetro Thermo Scientific Orion Star Manual conductímetro Traceable Control Compa. 3. Espectroscopía UV-VIS: Manual Shimadzu UV-1800 4. Espectroscopia infrarroja: Manual Shimadzu Irapaffinity

Continúa...

**Tabla 2. 2 Estrategias para el desarrollo del manual de laboratorio.
(continuación)**

Objetivo específico	Resultado	Herramienta/Estrategia/ metodología de obtención/actividad.
<p>1. Elaborar un manual con prácticas de laboratorio para la asignatura “Técnicas de Análisis de Alimentos II” que comprendan, análisis instrumental, químicos, físicos, mecánicos y sensoriales de alimentos.</p>	<p>1.3 Descripción del procedimiento a realizar en la práctica de laboratorio.</p>	<p>5. Parámetros físicos: Refracción: Manual Refractómetro Bausch y Lomb tipo Abbe modelo 3L Densidad: Relación masa y volumen. Punto de congelación: Enfriamiento de muestra y registro de temperatura hasta que sea constante. 6. Perfil de textura: ISO11036 (ISO (International Organization for Standardization) 11036, 1994) 7. Sabores básicos: ISO3972 (ISO (International Organization for Standardization) 3972, 2011) 8. Prueba triangular: ISO13299 (ISO (International Organization for Standardization) 13299, 2016)</p>
	<p>1.4 Planteamiento de un cuestionario, relacionado con el tema de la práctica de laboratorio.</p>	<p>En base a resultados de las prácticas de laboratorio e investigación bibliográfica por parte de los estudiantes</p>
<p>2. Comprobar que las prácticas de laboratorio propuestas, puedan realizarse sin inconvenientes tanto para docentes como estudiantes.</p>	<p>2.1 Desarrollar las practicas del manual de laboratorio.</p>	<p>Desarrollo de las prácticas contenidas en el Manual de Laboratorio para la asignatura “Técnicas de Análisis de Alimentos II”</p>
	<p>2.2 Determinar problemas en el desarrollo de la práctica de laboratorio.</p>	<p>Realizar correcciones al Manual según los problemas encontrados.</p>

2.3 Metodología para el diagnóstico de las instalaciones de los laboratorios

El diagnóstico es un procedimiento ordenado y sistemático, para conocer y establecer de manera clara, una circunstancia, a partir de observaciones y datos concretos. El diagnóstico conlleva siempre una evaluación, con valoración de acciones en relación con objetivos. El diagnóstico puede entenderse como un proceso de investigación científica, con base en datos empíricos. (Martínez G. y Amaya, R., 1993)

Para realizar el diagnóstico de las instalaciones de los laboratorios de análisis instrumental, análisis físicos, análisis químicos, análisis mecánicos se realizará a partir de un método cualitativo, es decir por medio de la observación y la descripción.

Se realizará una observación en las instalaciones, equipo y alrededores del laboratorio de análisis instrumental, físico, químico y mecánico de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, Sede Central. En la Tabla 2.3, se describen las estrategias, actividades y herramientas para el diagnóstico de las instalaciones de los laboratorios.

Tabla 2. 3 Estrategias para el diagnóstico de las instalaciones de laboratorios.

Objetivo específico	Resultado	Herramienta/Estrategia/metodología de obtención/actividad.
1. Realizar un diagnóstico de las instalaciones actuales de los laboratorios para análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos en alimentos.	1.1 Obtener datos de las condiciones de las instalaciones de los laboratorios de análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos para muestras de alimentos.	a) Realizar un programa para las visitas y evitar que este se encuentre en uso, con laboratorios programados con anterioridad de otras asignaturas.

Continúa...

Tabla 2. 3 Estrategias para el diagnóstico de las instalaciones de laboratorios. (Continuación)

Objetivo específico	Resultado	Herramienta/Estrategia/metodología de obtención/actividad.
1. Realizar un diagnóstico de las instalaciones actuales de los laboratorios para análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos en alimentos.	1.1 Obtener datos de las condiciones de las instalaciones de los laboratorios de análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos para muestras de alimentos.	b) Determinar los criterios a evaluar en la visita de las instalaciones. c) Se realizarán las visitas de los laboratorios para observar instalaciones, equipos, capacidad y alrededores. d) Describir lo observado en los laboratorios para analizar los resultados y proponer las mejoras necesarias.
2. Proponer mejoras, en base a los resultados del diagnóstico, de las instalaciones de los laboratorios de análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos para muestras de alimentos; así como, el diseño del laboratorio de análisis.	2.1 Diseño de laboratorio de análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos que incluya las mejoras planteadas en el diagnóstico de las instalaciones.	Hacer uso del manual llamado: El laboratorio de control de los alimentos (Martin, P. y Weathermax, J., 1993) como base para el control de calidad de los alimentos y obtener el diseño de los laboratorios para muestras de alimentos.

2.4 Metodología para el diseño de laboratorio de análisis de alimentos

El diseño del laboratorio de análisis sensorial se realizará a partir de la normativa ISO 8589, dicha normativa proporciona una guía general para el diseño de salas de prueba destinadas al análisis sensorial de productos. La normativa describe los requisitos para establecer una sala de prueba que comprende un área de prueba, un área de preparación y una oficina, especificando los que son esenciales o los que son simplemente deseables. (ISO (International Organization for Standardization) 8589, 2007)

Los lineamientos de la norma se encuentran especificados en el apartado 1.7 del presente documento. El diseño del laboratorio se realizará para la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad de El Salvador, Sede Central.

En la Tabla 2.4, se describen las estrategias, actividades y herramientas para el diseño del laboratorio de análisis de alimentos.

Tabla 2. 4 Estrategias para el diseño del laboratorio de análisis de alimentos.

Objetivo específico	Resultado	Herramienta/Estrategia/metodología de obtención/actividad.
1. Proponer mejoras, en base a los resultados del diagnóstico, de las instalaciones de los laboratorios de análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos para muestras de alimentos; así como, el diseño del laboratorio de análisis sensorial.	1.1 Diseño de las instalaciones del laboratorio de análisis de alimentos.	1. Determinar la ubicación del laboratorio acorde al espacio disponible en la Universidad de El Salvador sede central.
1. Proponer mejoras, en base a los resultados del diagnóstico, de las instalaciones de los laboratorios de análisis instrumental, físicos, químicos y mecánicos para muestras de alimentos; así como, el diseño del laboratorio de análisis sensorial.	1.1 Diseño de las instalaciones del laboratorio de análisis de alimentos.	2. Diseñar un laboratorio para la realización de técnicas de análisis avanzadas de alimentos, dotándolo de los materiales y equipos necesarios. 3. Diseñar las instalaciones del laboratorio para que cumplan con las especificaciones de un laboratorio de análisis sensorial a partir de los requisitos que se establecen en la normativa ISO 8589: Análisis sensorial: orientación general para el diseño de salas de prueba (ISO (International Organization for Standardization) 8589, 2007) 4. Presentar planos arquitectónicos de las instalaciones del laboratorio.

3. CAPITULO III. CUADERNO DE CÁTEDRA DE LA ASIGNATURA “TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS II”

El cuaderno de catedra es una herramienta de ayuda para la clase magistral de la materia denominada “Técnicas de análisis de alimentos II”, por lo tanto, los estudiantes que lleven dicha asignatura tienen que haber cumplido con un número de unidades valorativas y haber aprobado ciertas asignaturas que el pensum de la carrera de Ingeniería de Alimentos establece, garantizando así que se han adquirido los conocimientos básicos para poder cursar dicha asignatura.

El objetivo de cursar las asignaturas es que el estudiante logre aprender y aplique los conocimientos en su vida personal y laboral, así como también que vayan más allá usando la reflexión, desarrollando el conocimiento crítico y aplicando la investigación.

El perfil del estudiante que curse la asignatura de “Técnicas de análisis de alimentos II” debe de comprender tanto aptitudes, habilidades y conocimientos adquiridos de otras asignaturas previas, así como también aptitudes y conocimientos adquiridos por la interacción con otros compañeros de estudio o por investigación propia.

En el Anexo C se refleja el perfil del estudiante que curse la materia de Técnicas de análisis de alimentos II. El perfil cuenta con los siguientes apartados:

- a) Datos generales de la asignatura
- b) Objetivo de la asignatura
- c) Habilidades y aptitudes del estudiante
- d) Conocimientos previos.

3.1 Desarrollo temático del cuaderno de cátedra de la asignatura “Técnicas de Análisis Avanzadas de Alimentos II”

3.1.1 UNIDAD I: Generalidades del análisis químico instrumental.

INTRODUCCION

El uso de la instrumentación es una parte importante del análisis químico ya que interacciona con todas las áreas de la química y con muchos otros campos de la ciencia pura y aplicada. A menudo es necesario usar varias técnicas de esa clase a fin de obtener la información requerida para resolver un problema de análisis.

La instrumentación analítica juega un papel importante en la producción y en la evaluación de nuevos productos y en la protección de los consumidores y del medio ambiente. Esta instrumentación proporciona los límites de detección más bajos requeridos para asegurar que se disponga de alimentos, medicinas, agua y aire no contaminados. La fabricación de materiales cuya composición debe conocerse con precisión, se controla con instrumentos analíticos. La amplia inspección de cantidades de muestra que se ha hecho posible por la instrumentación automatizada. Entonces el analista puede estar libre para examinar los componentes del sistema analítico, como los métodos de muestreo, el procesamiento de datos y la evaluación de los resultados.

Es necesario distinguir entre las expresiones técnica analítica y método analítico. Una técnica es un proceso científico fundamental que ha demostrado ser útil para proporcionar información acerca de la composición de las sustancias; la espectrometría de infrarrojo es un ejemplo de una técnica analítica. Un método es una aplicación específica de una técnica para resolver un problema analítico; el análisis por infrarrojo de los copolímeros estireno y acrilonitrilo es un ejemplo de método instrumental. Otros dos términos relacionados con el análisis químico son el de procedimiento y el de protocolo. Las instrucciones escritas para aplicar un

método son un procedimiento; los métodos estándares desarrollados por la ASTM (American Society for Testing and Materials) son, en realidad, procedimientos normalizados o estandarizados.

3.1.1.1 Clasificación de los métodos instrumentales

La mayoría de las técnicas instrumentales quedan en una de las tres áreas principales que se encuentran en la Tabla 3.1:

- a) Espectroscopía
- b) Electroquímica
- c) Cromatografía

Aunque varias técnicas importantes (incluyendo la espectrometría de masas y el análisis térmico) no se ajustan convenientemente a estas clasificaciones, las tres áreas proporcionan la base de un estudio sistemático de la instrumentación química.

Los avances en la química y en la tecnología están haciendo posibles nuevas técnicas y extendiendo el uso de las ya existentes. Algunas de las técnicas existentes se han combinado para extender la utilidad de los métodos componentes. Ejemplos de métodos acoplados se encuentran en la Tabla 3.2.

El analista debe estar al tanto de las funciones que realizan las computadoras, en un método analítico dado. Estas funciones pueden ir desde la captura de los datos hasta el control para el manejo de los sistemas de datos de laboratorio. Aunque actualmente pocos químicos analíticos desarrollan programas y diseñan equipo de computación, deben comprender los conceptos fundamentales tanto del equipo (hardware) como de los programas computacionales (software). (Gomis, V., 2008)

Tabla 3. 1 Áreas principales de las técnicas instrumentales

Principales tipos de instrumentación química	
Técnicas espectroscópicas	a) Espectrofotometría de visible y ultravioleta b) Espectrofotometría de fluorescencia y fosforescencia c) Espectrometría atómica (emisión y absorción) d) Espectrofotometría de infrarrojo e) Espectroscopía raman f) Espectroscopía de rayos X g) Técnicas radioquímicas, incluyendo el análisis por activación h) Espectroscopía de resonancia magnética nuclear i) Espectroscopía de resonancia de espín electrónico (o de resonancia paramagnética electrónica)
Técnicas electroquímicas	a) Potenciometría (electrodos de pH y selectivos de iones) b) Voltamperometría c) Técnicas voltamperométricas d) Técnicas de redisolución e) Técnicas amperométricas f) Coulombimetría g) Electrogravimetría h) Técnicas de conductancia
Técnicas cromatográficas	a) Cromatografía de gases b) Técnicas de cromatografía líquida de alta resolución
Técnicas diversas	a) Análisis térmico b) Espectrometría de masas c) Técnicas cinéticas

Fuente: (Gomis, V., 2008)

Tabla 3. 2 Métodos acoplados de las técnicas de análisis instrumental.

Técnicas conjuntadas o acopladas
(GC-MS) (cromatografía de gases -espectrometría de masas)
(ICP-NIS) (plasma con acoplamiento inductivo-espectrometría de masas)
(GC-IR) (cromatografía de gases -espectrometría de infrarrojo)
(MS-MS) (espectrometría de masas-espectrometría de masas)

Fuente: (Gomis, V., 2008)

3.1.1.2 Selección de un método analítico.

En la elección de un método se debe focalizar la atención en los principios analíticos involucrados, aunque muchas veces es el instrumento el elemento más visible e impresionante del método analítico, sólo es uno de los componentes del análisis total. Antes de enfocar el papel de la instrumentación en un método analítico, el analista debe considerar otras etapas importantes para la determinación de que método utilizará, (Gomis, V., 2008) menciona las siguientes:

a) Definir el problema analítico.

El analista debe determinar la naturaleza de la muestra, el uso final de los resultados analíticos, las especies que deben analizarse y la información requerida.

La información cualitativa debe incluir la composición elemental, los estados de oxidación y la identificación completa de todas las especies presentes en la muestra. Los datos cuantitativos incluyen la exactitud y precisión requeridas, el intervalo de concentraciones esperado para el analito (la sustancia que se está analizando) y sus límites de detección. Otras consideraciones son las propiedades físicas y químicas únicas del analito, las propiedades de la matriz de la muestra, la presencia de interferencias probables que eliminan el curso de ciertas propiedades del analito como indicadores de medición y, finalmente, un costo estimado del análisis.

b) Seleccionar el o los métodos apropiados.

Algunos factores a considerar son las posibilidades y limitaciones de la técnica, cuando se aplica al problema en consideración, las restricciones impuestas al método por las interferencias presentes en la muestra y la calidad de la información obtenida contra su costo de adquisición.

c) Realizar un correcto muestreo

A menudo es el paso más importante en todo el análisis. En algunos casos se buscan muestras homogéneas representativas, mientras que en otros la heterogeneidad de la muestra es el interés principal. A menudo es necesario realizar algunas operaciones sobre la muestra, físicas o químicas, previas al análisis final.

Estas operaciones pueden reducir o eliminar las interferencias, llevar la concentración del analito al intervalo de análisis deseado, o producir a partir del analito, especies con propiedades cuantitativamente medibles.

Tales operaciones incluyen la disolución, la fusión, la separación, la dilución, la concentración y la formación de derivados químicos.

La instrumentación compleja no elimina la necesidad de las destrezas de laboratorio fundamentales; más bien, aumenta su importancia. La limpieza adecuada, el uso y el conocimiento de las tolerancias de las balanzas analíticas, del material volumétrico y de los aparatos de filtrado siguen siendo destrezas básicas necesarias en los análisis. A veces se requiere el control del ambiente químico para asegurar que las actividades de los analitos permanezcan constantes durante la medición y para disminuir los efectos de las interferencias.

Con este propósito se usan métodos como el de control de la atmósfera a la que está expuesta la muestra, el de control de su temperatura, la amortiguación del pH de sus soluciones y la complejidad de sus componentes. Parámetros instrumentales, como la amplitud y la frecuencia de la señal de entrada, la sensibilidad del detector y la rapidez de muestreo, deben coordinarse para medir al analito deseado en condiciones óptimas.

El analista debe seleccionar el método de estandarización más adecuado para el análisis de entre los siguientes: gráficas (o curvas) de calibración, adiciones estándares, estándares internos, estándares externos, materiales de referencia y diagramas de control.

Para evaluar la precisión y los resultados de los análisis, el analista debe usar métodos estadísticos, los cuales incluyen límites de confianza, rechazo de puntos aberrantes, análisis de regresión para establecer gráficas de calibración, pruebas de significancia y curvas de distribución gaussianas y no gaussianas. En cada análisis deben reconocerse los parámetros de respuesta críticos y, si es posible, optimizarse.

La presentación clara y exacta de los resultados es un requisito importante para cualquier buen método analítico. El objetivo de cada análisis es obtener la información deseada a partir de la muestra y presentarla en forma útil. La instrumentación es sólo un componente del método en su conjunto. El analista debe seguir el flujo de información a través de todo el proceso, no del instrumento solamente; esto permite identificar más fuentes de error potencial.

3.1.1.3 Evaluación de los parámetros de calidad de un método

Como se mencionaba anteriormente, el proceso analítico se puede considerar dividido en 3 etapas:

- a) Operaciones previas (muestreo, acondicionamiento, disolución, separaciones, reacciones analíticas y otras);
- b) Medición y traducción de la señal analítica mediante el uso de instrumentos
- c) Toma y tratamiento de datos.

La calidad de los resultados depende de la calidad de las diferentes etapas del proceso analítico.

La calidad se define como la totalidad de las características de una entidad que le confieren la aptitud para satisfacer las necesidades establecidas e implícitas o el grado en el cual un conjunto de características inherentes de un objeto cumple con los requisitos. Estas definiciones de calidad se ajustan al concepto de calidad en un laboratorio, en el que el producto son los resultados y la información obtenida, que en muchas ocasiones deben satisfacer unas necesidades o requisitos preestablecidos. (Vinagre, J., 1997)

La calidad y la Química Analítica, por tanto, están estrechamente relacionadas. Dentro del concepto de calidad analítica se encuentran tanto la calidad de los resultados como la calidad de los procesos analíticos, la calidad del trabajo, de su organización y, por último, la calidad de las herramientas analíticas, todas ellas van a ayudar a conseguir una excelente calidad en la información final producida por el laboratorio.

Entre los atributos a considerar en la calidad de un método se deben mencionar aquellas características que son básicas, (Vinagre, J., 1997) menciona: confiabilidad, aplicabilidad, especificidad, exactitud, precisión, detectabilidad y sensibilidad.

a) Confiabilidad

Es un término general cualitativo que expresa el grado de cumplimiento satisfactorio de un método analítico en términos de sus variados atributos técnicos (aplicabilidad, exactitud, precisión, sensibilidad y detectabilidad), siendo, por lo tanto, un concepto compuesto.

El objetivo del análisis es determinar cuál de estos atributos es importante y cuál puede estar comprometido. Ejemplo: si se desea analizar un componente mayor no se requiere un bajo límite de detección.

b) Aplicabilidad

En la aplicabilidad de un método se debe considerar que esté libre de interferencias producidas por otros materiales presentes en la muestra alimenticia, asimismo influye el rango en que se va a usar el método.

c) Especificidad o selectividad

Es la habilidad de un método para responder exclusivamente a la sustancia que se desea analizar. Sin embargo, en algunas ocasiones se aceptan métodos con una pobre especificidad cuando el propósito del análisis es captar compuestos similares dentro de un grupo (Ejemplo: grasa total, cenizas)

La especificidad se refiere a la propiedad del método de producir una señal medible debida sólo a la presencia del analito, libre de interferencia de otros componentes en la matriz de la muestra.

d) Exactitud

Es la cercanía del valor analítico al “valor verdadero” de concentración del compuesto de interés en el material bajo examen. Es la concordancia entre la mejor

estimación de una cantidad y su valor real. La inexactitud es la diferencia numérica entre el valor promedio de un conjunto de repeticiones y el valor verdadero.

En la práctica la cercanía a un estándar de algún tipo se toma como medida de exactitud.

Matemáticamente se expresa:

Desviación:

$$B = \bar{X} - \hat{X}$$

Desviación relativa:

$$B\% = \frac{B}{\bar{X}} (100)$$

Recuperación:

$$R = \frac{\bar{X}}{\hat{X}} (100)$$

\bar{X} = valor promedio

\hat{X} = valor verdadero

De todas ellas, sin lugar a dudas, la más utilizada es la recuperación.

Si bien el valor verdadero de la concentración no se conoce, sino que sólo puede estimarse, es posible preparar una muestra por un procedimiento más exacto que el evaluado (por pesada, dilución en peso, etc.) y utilizarla como referencia.

La exactitud o mejor dicho la inexactitud debe ser tan pequeña como sea posible para que el valor medido se aproxime al de referencia, o sea, la recuperación debe acercarse al 100%.

e) Precisión

En términos reales más bien se debe considerar la imprecisión que corresponde, aproximadamente, al término dispersión y variabilidad analítica. La imprecisión se determina haciendo ensayos repetitivos de una misma muestra analítica. o de cada.

conjunto de muestras analíticas y luego se calcula la desviación estándar, siendo muy importante en este caso la homogeneidad del sustrato.

La precisión tiene la desventaja que requiere que los valores se distribuyan normalmente, que enfatiza los valores extremos de una serie de mediciones y que en muchos métodos aumenta la desviación estándar cuando aumenta la concentración.

Para evaluar datos de un amplio rango de concentración es más útil calcular la desviación estándar relativa (RSD) o bien el coeficiente de variación por ciento (CV%).

La precisión está relacionada con la disposición de las medidas alrededor de su valor medio o central y corresponde al grado de concordancia entre ensayos individuales cuando el método se aplica repetidamente a múltiples alícuotas de una muestra homogénea.

La precisión se expresa matemáticamente por "S" o más comúnmente por RSD o CV.

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - X)^2}$$

$$X = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

$$RSD = \frac{S(100)}{X}$$

$$CV = \frac{100S}{X\%}$$

Los estimadores desviación estándar y desviación estándar relativa permiten evaluar la incertidumbre en la estimación de la medida (error aleatorio, correspondiente a la dispersión de datos alrededor de la media).

La precisión de un método analítico debe estudiarse sobre:

El método, evaluando la dispersión de varias preparaciones de la muestra final homogénea. La evaluación corresponde a todo el procedimiento, desde la preparación de la muestra hasta la medición del analito por parte del instrumento. La imprecisión causada por las diluciones es un factor que con frecuencia se olvida.

La precisión se puede medir en condiciones repetitivas (mismo analista, mismo día, mismo instrumento) y en condiciones reproducibles (diferente analista, diferente día, diferente instrumento).

En muchos casos debe indicarse el límite o intervalo de confianza de la medida el cual corresponde al rango en el cual puede definirse la probabilidad de capturar el parámetro con la probabilidad indicada.

f) Detectabilidad

Es la cantidad mínima de una sustancia (definida en término de cantidad absoluta o concentración) que proporciona una respuesta medible para un método descrito.

g) Sensibilidad

Es la pendiente de la curva respuesta -concentración, o el cambio de respuesta por unidad de concentración. Si la pendiente es elevada el método tiene alta sensibilidad y si la pendiente es poco elevada, el método posee una baja sensibilidad. En estudios de composición de nutrientes el análisis de elementos trazas requiere alta sensibilidad, lo que en la práctica se puede lograr mediante amplificación electrónica o por concentración química del analito.

En la Figura 3.1 se resumen los atributos a considerar en la calidad.

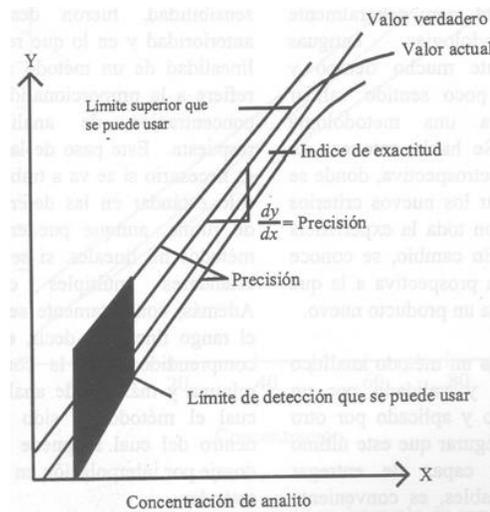


Figura 3. 1 Respuesta en función de la concentración de analito. Fuente: (Vinagre, J., 1997)

h) Validación de métodos

Aún los métodos bien establecidos necesitan ser validados por los analistas usando el personal, reactivos y equipos del laboratorio cuyo método se quiere validar.

La validación puede hacerse analizando un conjunto de muestras que han sido analizadas por otro método o por otro laboratorio. El analista debe familiarizarse con un método y asegurarse que ha alcanzado el grado deseado de recuperación y precisión después de haber analizado un conjunto de blanco y muestras analíticas sintéticas o fortificadas.

Si un método particular sobre un alimento, o realizado en otro laboratorio, ha dado un cumplimiento adecuado está indicando que el método es adecuado, pero esto no significa que se pueda asumir que si el método se ha realizado satisfactoriamente con un alimento determinado opere exactamente igual con un alimento diferente sino muy por el contrario, se debe asumir la posición opuesta hasta comprobarlo.

La validación consiste, en esencia, en confirmar y documentar que los resultados emanados de la aplicación de un método de análisis son confiables.

Evidentemente todo nuevo método analítico debe validarse para demostrar su idoneidad, pero generalmente existen metodologías antiguas aplicadas durante mucho tiempo y entonces tiene poco sentido validar como si fuera una metodología desconocida. Se habla entonces de una validación retrospectiva, donde se pueden combinar los nuevos criterios de validación con toda la experiencia ya adquirida. En cambio, se conoce como validación prospectiva a la que se realiza frente a un producto nuevo.

En muchos casos un método analítico es desarrollado y validado por un grupo de trabajo y aplicado por otro grupo y para asegurar que este último sea a su vez capaz de entregar resultados confiables, es conveniente realizar una transferencia de validación.

Si se trata, por ejemplo, de un método cromatográfico consiste en la comparación de resultados de las pruebas de adecuación y análisis en paralelo, al menos dos muestras homogéneas de concentraciones conocidas, dentro del rango de aceptación del producto o dentro del rango de aplicación de la metodología.

En un ensayo de validación deben considerarse los siguientes parámetros:

- i. Selectividad
- ii. Linealidad
- iii. Precisión
- iv. Exactitud
- v. Sensibilidad
- vi. Robustez

La selectividad, precisión, exactitud y sensibilidad, fueron descritas en la sección 3.1.1.3 y en lo que respecta a la linealidad de un método analítico se refiere a la proporcionalidad entre la concentración de analito y su respuesta.

Este paso de la validación es necesario si se va a trabajar con un solo estándar en las determinaciones de rutina, aunque pueden aceptarse métodos no lineales, si se opera con estándares múltiples cada vez. Además, conjuntamente se determina el

rango lineal, es decir, el intervalo comprendido entre la concentración mínima y máxima de analito para el cual el método ha sido probado y dentro del cual se puede efectuar el dosaje por interpolación en una curva estándar.

Para su determinación se prepara una serie de mínimo cinco diluciones de un estándar comprendiendo los ámbitos estimados de trabajo con un exceso de al menos 50% sobre el límite superior y un defecto de 50% debajo del límite inferior. Estas soluciones se inyectan, al menos por duplicado, y se determina la curva de regresión $Y = bX + a$ sobre los puntos individuales sin promedios por el método de los mínimos cuadrados y se grafica para su documentación.

Además, habrá que considerar otro tipo de parámetros asociados y de gran importancia práctica como son la rapidez, coste, seguridad del proceso, peligrosidad.

i) Errores

Es importante saber si una medida puede aceptarse con confianza o rechazarse como errónea, se deben tener en cuenta al menos tres conceptos: validez, exactitud y precisión.

Los errores determinados son desviaciones sistemáticas que provocan sesgos en las observaciones. Los aparatos producirán inevitablemente fuentes de errores sistemáticos, aunque estos errores pueden también depender del tiempo. Estos errores deben conocerse antes de que puedan decidirse los mejores medios para resolverlos.

Errores casuales son cuando mediciones sucesivas de una cantidad fluctúan de forma casual. En cualquier nuevo sistema de medición es importante asegurarse de que los datos dispersos son verdaderamente casuales, la aparición de cualquier patrón o tendencia a repetir una determinación provoca dudas sobre una medición.

Se puede resumir en:

- i. Los errores son inevitables al hacer una serie de mediciones,
- ii. Los errores que se observan están compuestos de un gran número de pequeños que son iguales y elementales y
- iii. Que un error elemental tiene iguales posibilidades de afectar una medición tanto en un sentido positivo como negativo.

3.1.1.4 Tratamiento de las muestras para métodos instrumentales

La preparación de la muestra se puede definir como la etapa del proceso analítico en la que se realizan todas aquellas operaciones necesarias para convertir la muestra en una forma adecuada para el análisis, comprendiendo todas las transformaciones que se realizan desde que se obtiene la muestra de laboratorio hasta que se llega a la etapa de medida del analito o los analitos de interés.

Palacios A. y Del Pilar, M., (2018) refiere que la preparación de la muestra tiene como objetivos generales los siguientes:

- a) Hacer el analito accesible al análisis
- b) Obtener el analito a una concentración adecuada.
- c) Eliminar interferencias
- d) Proteger el instrumento final de medida
- e) Llevar un porcentaje de analitos tan alto como sea posible desde la muestra original al paso de determinación.
- f) Obtener los analitos en el estado de agregación más adecuado para el procedimiento instrumental a utilizar, asegurando que los analitos permanecen en su estado original o están totalmente convertidos en una especie estable.
- g) Llevar sólo algunos de los componentes de la matriz de la muestra original al paso de determinación.
- h) Obtener el analito a una concentración apropiada para la detección y medida.
- i) No añadir ninguna nueva interferencia.

Para que un material pueda ser utilizado en el laboratorio de análisis deberá ser preparado de manera apropiada, esto con el fin de que los resultados obtenidos sean representativos del total y puedan ser utilizados de manera confiable para la formulación del alimento o para la valoración del mismo, para lo cual se Palacios A. y Del Pilar, M., (2018) hacen las siguientes recomendaciones:

- a) La cantidad de material debe ser adecuada para realizar todos los análisis necesarios; debe ser una muestra homogénea y representativa.
- b) El manejo de la muestra debe ser cuidadoso para evitar cualquier cambio o contaminación.
- c) La muestra deberá molerse finamente, tamizarse y mezclarse homogéneamente. Esta operación debe hacerse rápidamente y con la mínima exposición al medio ambiente. Evite su sobrecalentamiento durante el molido, por lo cual materiales sensibles al calor deberán ser molidos a mano. Antes de usar el molino asegúrese de que está perfectamente limpio.
- d) Si la muestra contiene mucha humedad y la preparación del material no puede hacerse sin cambios significativos en ésta, determine la humedad antes y después de la preparación.
- e) Se recomienda un examen físico macro y microscópico para detectar la presencia de materiales contaminantes.
- f) Mezcle la muestra perfectamente y divídala en dos partes iguales. De ser necesario haga un molido preliminar para facilitar esta operación. Almacene una de las partes en un frasco hermético, limpio y seco; la otra parte será usada en los análisis y su tamaño deberá ser adecuado para la totalidad de las pruebas requeridas.
- g) Al menos que el método de análisis indique lo contrario, los materiales serán molidos de inmediato y pasados por una malla de 1 mm²; mezcle perfectamente la muestra tamizada y almacénela en un recipiente hermético. Antes de tomar material para cada análisis mézclese nuevamente.
- h) Al menos que se señale lo contrario, las muestras húmedas deberán secarse para su molido y tamizado, siguiendo las indicaciones del punto anterior.

- i) Las muestras líquidas y semilíquidas deberán conservarse en frascos tapados y mezclarse perfectamente antes de su análisis.
- j) Los materiales deberán conservarse en refrigeración o a temperaturas que eviten cambios en su composición. Muestras para análisis de vitaminas u otras sustancias sensibles a la luz se colocarán en recipientes de vidrio color ámbar.

3.1.1.5 Instrumentación analítica.

El propósito de la instrumentación es obtener información de la sustancia que se está analizando. Al pasar de la muestra a la salida del instrumento, la información (una cantidad física o química) se transforma. El número y la calidad de las transformaciones están determinados por la calidad y la cantidad de los datos que se obtienen de la muestra bajo análisis. (Gomis, V., 2008)

Gomis, V., (2008) afirma que todo instrumento analítico puede ser considerado dividido en cuatro componentes básicos:

a) Generador de señales

La señal es producida por la interacción del analito, directa o indirecta, con alguna forma de energía (como radiación electromagnética, electricidad o energía térmica).

b) Transductor de entrada

Los transductores de entrada (también conocidos como detectores), son dispositivos que transforman la propiedad del analito, física o química, en una señal eléctrica.

c) Modificador de señal

Los modificadores de señal son componentes electrónicos que ejecutan operaciones necesarias y deseables, como amplificación y filtrado, sobre la señal que proviene del transductor de entrada.

d) Transductor de salida

Por último, el transductor de salida convierte la señal eléctrica modificada en información que puede ser leída, registrada e interpretada por el analista. Este transductor puede ser un medidor, un monitor de vídeo o un registrador.

e) Generadores de Señales

La señal empleada para transferir información del analito a los módulos eléctricos del instrumento se origina en el generador de señales. Se usan dos métodos generales para la generación de las señales:

- i. La aplicación de una señal externa a la muestra, con modificación subsecuente de la misma por el analito (como en espectroscopía de absorción)
- ii. La creación de un ambiente sobre la muestra, que permite al analito producir una señal, como lo ilustran las mediciones potenciométricas.

El generador de señales es único para cada tipo de instrumento. Su diseño requiere una comprensión de las propiedades físicas de los componentes del instrumento, de las propiedades químicas del analito y de las características de la matriz de la muestra.

a) Transductores de Entrada

La mayoría de los transductores de entrada son dispositivos analógicos: es decir, miden propiedades físicas y químicas en forma continua algunos ejemplos de ellos se encuentran en la Tabla 3.3. En muchos casos estos dispositivos producen señales eléctricas analógicas de diferencia de potencial, corriente o resistencia. Si la propiedad medida no es continua, puede diseñarse el detector para que este, de una salida pulsante, como en los detectores de radiación gama (o gamma) de alta energía. La calidad y las capacidades del transductor de salida son las que finalmente limitan todo el funcionamiento del instrumento. (Gomis, V., 2008)

Tabla 3. 3 Transductores de entrada

Cantidad física medida	Transductor de entrada	Salida eléctrica
Concentración de especies electroactivas	Celda polarográfica	Corriente
Actividad iónica en solución	Electrodo selectivo de iones	Voltaje
Intensidad luminosa	Fototubo	Corriente
	Fotodiodo	Corriente
Temperatura Termistor	Termistor	Resistencia
	Termopar	Voltaje

Fuente: (Gomis, V., 2008)

b) Módulos de Transformación de Señal

El módulo de transformación de la señal recibe la información del detector, la convierte eléctricamente a una forma más significativa y luego la envía al transductor de salida ver Tabla 3.4. El detector utilizado y la forma final de la información deseada determinan la composición electrónica de este módulo. Los componentes del mismo van desde un simple resistor, para la conversión simple de corriente a voltaje, hasta un complejo microprocesador, que tiene una gran variedad de posibilidades de procesamiento de señales. (Gomis, V., 2008)

Tabla 3. 4 Transformaciones de señal eléctrica

Amplificación	Conversión digital-analógica
Conversión analógica-digital	Filtrado
Atenuación	Integración
Comparación	Rectificación
Conteo	Adición
Conversión corriente-voltaje	Conversión voltaje-corriente
Diferenciación (derivación)	Conversión voltaje- frecuencia
Conversión logarítmica-aritmética	Conversión antilogarítmica-aritmética

Fuente: (Gomis, V., 2008)

c) Transductores de Salida

El componente final del instrumento, el transductor de salida, convierte la señal eléctrica modificada en información útil para el analista. Esta información puede mostrarse o registrarse por medio de diferentes dispositivos, en forma analógica o digital ver Tabla 3.5.

La instrumentación actual incluye un número relativamente grande de generadores de señales y de transductores de entrada, algunos modificadores de señales y unas pocas clases de transductores de salida. Una gran gama de propiedades físicas y químicas puede servir para determinar a los analitos en gran número de ambientes de muestra. Después de que la información del analito se ha convertido en señal eléctrica, se limita el número de posibles operaciones y modificaciones, y hay todavía menos clases de transductores de salida. Transductores de entrada específicos se discuten en los capítulos apropiados de los métodos instrumentales. (Gomis, V., 2008)

Tabla 3. 5 Transductores de salida.

Impresoras alfanuméricas	Osciloscopios
Medidores analógicos	Registradores de tira continua (y-t)
Medidores digitales	Registradores x-y
Discos duros (discos)	Casetes de cinta
Discos flexibles (disquetes)	Monitores de videovisualizadores de pantalla catódica

Fuente: (Gomis, V., 2008)

3.1.1.6 Adquisición y tratamiento de datos. Calidad de las mediciones instrumentales

a) Ordenamiento de datos

Los datos son colecciones de cualquier cantidad de observaciones relacionadas.

Una colección de datos se conoce como conjunto de datos, y una sola observación es un punto de dato.

Para que los datos sean útiles, necesitamos organizar nuestras observaciones, de modo que podamos distinguir patrones y llegar a conclusiones lógicas.

Existen muchas formas de organizar los datos. Podemos sólo coleccionarlos y mantenerlos en orden; o si las observaciones están hechas con números, entonces podemos hacer una lista de los puntos de dato de menor a mayor según su valor numérico. (Pradillo, B., 2017)

El objetivo de organizar los datos es permitirnos ver rápidamente algunas de las características de los datos que hemos recogido: el alcance (los valores mayor y menor), patrones evidentes, alrededor de qué valores tienden a agruparse los datos, qué valores aparecen con mayor frecuencia, etc.

Si se trabaja con muestras, definir las condiciones que deben reunir antes de extraerlas. Especificar qué se va a medir, las unidades a usar y la forma de registro.

Criterios para descartar un dato

Cuando una serie de datos contiene un valor discrepante, que se ve que difiere excesivamente de la media, se debe decidir entre retener o rechazar el resultado. (Pradillo, B., 2017)

Se han desarrollado varios procedimientos estadísticos para suministrar criterios de rechazo o retención de discrepantes, entre ellos la Quimiometría.

Estos test suponen que la distribución de datos de la población es normal o Gaussiana, pero para que esto ocurra debemos tener más de 50 resultados, en consecuencia, estos test se deben usar con precaución para pequeñas series de datos.

b) Quimiometría

La automatización y computación de los equipos de laboratorios de análisis ha llevado consigo diversas ventajas; entre ellas, la rápida adquisición de gran cantidad de datos respecto a cualquier análisis químico.

Ahora bien, se sabe que la posesión de dichos datos dista, muchas veces, de proporcionar respuestas adecuadas.

Obtener datos no es sinónimo de poseer información; se deben interpretar y colocarlos en el contexto adecuado para convertirlos en información útil para el usuario. (Azzimonti, J., 2003)

La quimiometría: Es la disciplina que tiene esta finalidad, trata, específicamente, de todos aquellos procesos que transforman señales analíticas y datos más o menos complejos en información, utiliza métodos de origen matemático, estadístico

y otros procedentes del campo de la lógica formal para conseguir sus fines. Por todo ello, la quimiometría se sitúa en un campo interdisciplinar, que, pese a que sus métodos y herramientas proceden de otros campos, los fines están ligados a la química y sus éxitos proceden de los problemas químicos que sea capaz de resolver. (Azzimonti, J., 2003)

Un análisis no está completo hasta que los resultados se han expresado de tal forma que su significado se comprende inequívocamente y puede establecerse relación con el propósito buscado. La identificación y caracterización de un sistema material precisa observar si los resultados obtenidos son correctos y si se corresponden con las propiedades fisicoquímicas del mismo.

En conclusión:

Quimiometría es la disciplina química que utiliza matemáticas, estadística y lógica formal para:

- i. Diseñar o seleccionar procedimientos experimentales optimizados
- ii. Proporcionar información química relevante analizando datos químicos
- iii. Obtener conocimientos sobre sistemas químicos

Es la ciencia que relaciona medidas hechas sobre un sistema o proceso químico, con el estado del sistema mediante la aplicación de métodos estadísticos o matemáticos. (Azzimonti, J., 2003)

Para poner en práctica los conocimientos de la unidad uno, es necesario la realización de una práctica de laboratorio y para ello en el manual se plantea la práctica 1 denominada “Calibración de equipos básicos de laboratorio” y la práctica 2 denominada “Aplicación de método electro analítico en el análisis de muestras de alimentos” para que pueda ser desarrollada en el transcurso esta unidad. Ver anexo A.1

3.1.2 UNIDAD II: Análisis Instrumental.

INTRODUCCION

En la actualidad hay una gran cantidad de instrumentos impresionantes e ingeniosos con los que se puede obtener información cualitativa y cuantitativa acerca de la composición y estructura de la materia. Los estudiantes de química, bioquímica, física, geología y ciencias naturales deben adquirir un conocimiento de estas herramientas instrumentales y de sus aplicaciones con el fin de resolver importantes problemas analíticos en estos campos.

El análisis instrumental es un método analítico utilizado para obtener información cualitativa y cuantitativa acerca de la composición y estructura de la materia, esto se basa en la medición instrumental de alguna propiedad físico-química del sistema estudiado. A principios del siglo XX, los científicos empezaron a explorar fenómenos distintos de los usados en los métodos clásicos para resolver problemas analíticos. Por tanto, la medición de propiedades físicas del analito (compuesto de interés en la muestra), tales como conductividad, potencial de electrodo, absorción de la luz o emisión de la luz, relación masa/carga y fluorescencia empezaron a usarse en el análisis cuantitativo. Además, técnicas cromatográficas y electroforéticas muy efectivas empezaron a reemplazar la destilación, la extracción y la precipitación para la separación de componentes de mezclas complejas antes de su determinación cualitativa o cuantitativa. Estos métodos más recientes para separar y determinar especies químicas se conocen como métodos instrumentales de análisis. (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

3.1.2.1 Espectrofotometría de infrarrojo, visible y U.V.

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) afirman que la espectrofotometría estudia los fenómenos de interacción de la luz con la materia. En general, cuando una lámpara ilumina cualquier objeto, pueden suceder algunos fenómenos: La luz puede ser emitida, reflejada, transmitida o absorbida. Desde que sabemos que la energía no puede ser destruida, la cantidad total de luz debe ser igual al 100%; por lo tanto, cuando un objeto es iluminado, se puede medir cuánta radiación ha sido reflejada o

transmitida y podemos decir entonces cuánta fue absorbida, cuál es la cantidad que ha interactuado con el objeto.

La luz se puede explicar como un conjunto de radiaciones que se mueven por todo el espacio. Aquellas detectables por nuestro ojo corresponden a la luz visible, pero la mayoría son invisibles para nosotros. Estas radiaciones se pueden describir como partículas y como ondas a esto se le denomina el espectro electromagnético. La descripción como onda se basa en que la luz consta de campos eléctricos y magnéticos que oscilan sinusoidalmente y en forma perpendicular a la dirección de traslación por el espacio.

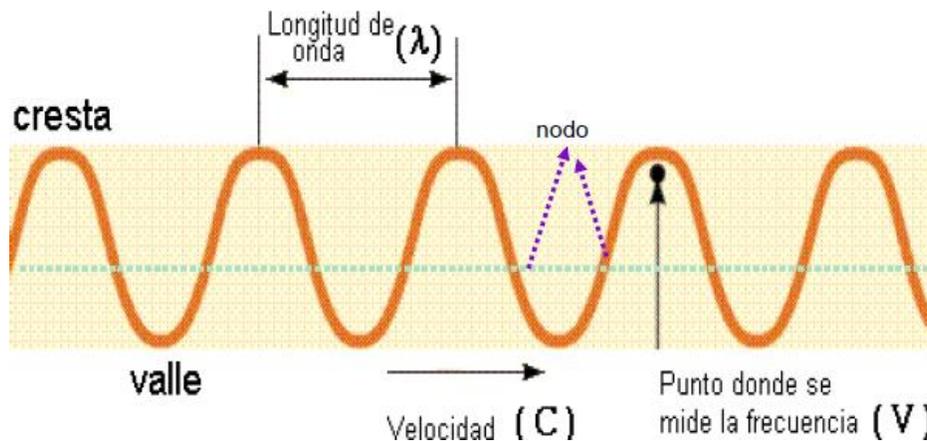


Figura 3. 2 Características de las ondas. Fuente: (LLeida , 2020)

En cada una de estas ondas, la distancia entre dos crestas (o valles) consecutivas es la longitud de onda, λ . El producto de la longitud de onda por frecuencia ν (el número de ciclos por segundo en unidades Hertz, Hz), es la velocidad de la luz, c (esencialmente la velocidad de la luz en el vacío):

$$c = \lambda \nu$$

En cualquier medio material, la velocidad de propagación es inferior a ésta y queda dada por $nc = 2.9979 \times 10^{10}$ (cm/s), donde n es el índice de refracción del medio.

La radiación sólo se absorbe o emite en unidades definidas llamadas fotones. La energía de los fotones es proporcional a la frecuencia de radiación:

$$E = \lambda \nu$$

Donde h es la constante de Planck.

El conjunto de radiaciones electromagnéticas se llama espectro electromagnético y es conveniente agruparlas en regiones para poder conocer sus propiedades. En la Figura 3.3 se muestran las zonas del espectro según la clasificación más aceptada. Como se puede observar la zona del visible (radiaciones percibidas por nuestro ojo) es muy pequeña en comparación con la gran amplitud del espectro. Aunque hablamos de una radiación determinada (λ), físicamente es imposible aislar dicha radiación. Siempre podremos obtener un rango de radiaciones pequeño según la exactitud del dispositivo de selección (difractores de radiación y filtros), pero nunca una sola. De la misma manera que no podemos obtener o aislar un punto de una recta, sino un trozo pequeño (un conjunto de puntos).

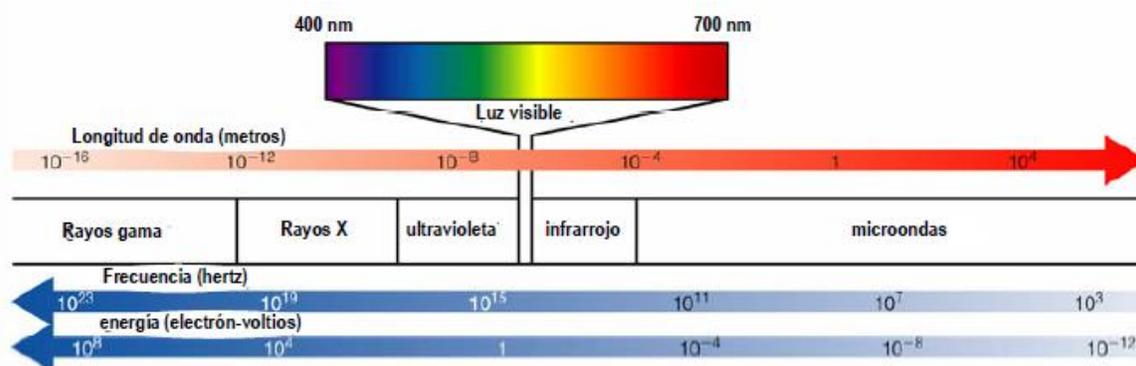


Figura 3. 3 Espectro electromagnético. Fuente: (Díaz , N., Barana A. y Fernández, E., 2018)

a) Espectrofotometría de absorción (UV-visible)

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) afirma que la espectrofotometría UV-visible es una técnica analítica que permite determinar la concentración de un compuesto en solución. Se basa en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez que la cantidad de luz absorbida depende de forma lineal de la concentración.

La espectrofotometría es una técnica que mide la interacción de moléculas con la radiación electromagnética. La luz que se encuentra en la luz visible y la luz ultravioleta de los espectros electromagnéticos presentan una energía de 150- 400

kJmol^{-1} . La energía de la luz es usada para promover electrones de un estado de excitación a otro. Un espectro es obtenido cuando la absorción de luz es medida en función de una frecuencia o longitud. Moléculas con electrones deslocalizados en sistemas aromáticos a menudo absorben la luz a 150-400 nm en la región ultravioleta o en la región visible de 400-800 nm.

La espectrofotometría de absorción es usualmente usada con moléculas disueltas en un solvente transparente. La absorbancia de un soluto depende linealmente de la concentración y por consiguiente la espectrofotometría de absorción es ideal para hacer mediciones cuantitativas. La longitud de absorción y la fuerza de absorbancia de una molécula no sólo depende de la naturaleza química, si no del ambiente molecular en donde se encuentre el cromóforo.

i. La región Ultravioleta (UV)

La región UV es aquella que se define con el rango de longitudes de onda de 195 a 400 nm. Es una región de energía muy alta. Provoca daño al ojo humano, así como quemadura común. Los compuestos con dobles enlaces aislados, triples enlaces, enlaces peptídicos, sistemas aromáticos, grupos carbonilos y otros heteroátomos tienen su máxima absorbancia en la región UV, por lo que ésta es muy importante para la determinación cualitativa y cuantitativa de compuestos orgánicos. Diversos factores -como pH, concentración de sal y el disolvente- que alteran la carga de las moléculas, provocan desplazamientos de los espectros UV. La fuente de radiación ultravioleta es una lámpara de deuterio.

ii. La región Visible

En la región visible se aprecia el color visible de una solución y que corresponde a las longitudes de onda de luz que transmite, no que absorbe. El color que absorbe es el complementario del color que transmite. Por tanto, para realizar mediciones de absorción es necesario utilizar la longitud de onda en la que absorbe luz la solución coloreada. La fuente de radiación visible suele ser una lámpara de tungsteno y no proporciona suficiente energía por debajo de 320 nm.

Tabla 3. 6 Relación entre la absorción de luz y color

Región de longitud de onda (μm)	Color transmitido	Color complementario (absorbido)
400-450	Violeta	Verde amarillento
450-480	Azul	Amarillo
480-490	Azul verdoso	Anaranjado
490-500	Verde azuloso	Rojo
500-560	Verde	Púrpura
560-580	Verde amarillento	Violeta
580-600	Amarillo	Azul
600-650	Anaranjado	Azul verdoso
650-750	Rojo	Verde azuloso
>780	Cerca de infrarrojo	

Fuente: (Olsen , E., 1990)

iii. Transmitancia y Absorbancia

Cuando un rayo de luz de una determinada longitud de onda de intensidad (I_o) incide perpendicularmente sobre una disolución de un compuesto químico que absorbe luz o cromóforo, el compuesto absorberá una parte de la radiación incidente (I_a) y dejará pasar el resto (I_t), de forma que se cumple:

$$I_o = I_a + I_t$$

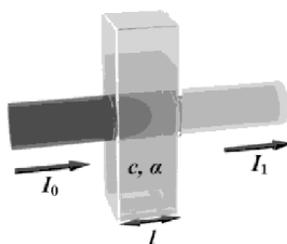


Figura 3. 4 Transmitancia y absorbancia. Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

iv. Transmitancia

La transmitancia (T) de una sustancia en solución es la relación entre la cantidad de luz transmitida que llega al detector una vez que ha atravesado la muestra, I_t , y la cantidad de luz que incidió sobre ella, I_o , y se representa:

$$\%T = \frac{I_t}{I_0} \times 100$$

La transmitancia nos da una medida física de la relación de intensidad incidente y transmitida al pasar por la muestra. La relación entre %T y la concentración no es lineal, pero asume una relación logarítmica inversa.

v. Absorbancia

La absorbancia (A) es un concepto más relacionado con la muestra puesto que nos indica la cantidad de luz absorbida por la misma, y se define como el logaritmo de 1/T, en consecuencia:

$$A = \log \frac{1}{T} = -\log T = -\log \frac{I_t}{I_0}$$

Cuando la intensidad incidente y transmitida son iguales ($I_0 = I_t$), la transmitancia es del 100% e indica que la muestra no absorbe a una determinada longitud de onda, y entonces A vale $\log 1 = 0$. La cantidad de luz absorbida dependerá de la distancia que atraviesa la luz a través de la solución del cromóforo y de la concentración de éste. Cuando se usan unidades molares se llama absortividad molar (ϵ) y se expresa en L/mol*cm.

vi. Ley de Lambert-Beer

Ley de Lambert: cuando un haz de luz atraviesa un medio absorbente de concentración constante, la cantidad de energía luminosa absorbida por el medio varía en forma directamente proporcional a la distancia recorrida. Energía absorbida proporcional a: l

Ley de Beer: cuando un haz de luz atraviesa un medio absorbente de espesor constante, la cantidad de energía luminosa absorbida por el medio varía en forma directamente proporcional a la concentración del absorbente en el medio. Energía absorbida proporcional a: C

La ley Lambert-Beer representa la relación entre absorbancia de luz monocromática (de longitud de onda fija) y concentración de un cromóforo en solución, se representa:

$$A = \log \frac{I}{I_0} = \epsilon \cdot c \cdot l$$

La absorbancia de una solución es directamente proporcional a su concentración, a mayor número de moléculas mayor interacción de la luz con ellas; también depende de la distancia que recorre la luz por la solución, a igual concentración, cuanto mayor distancia recorre la luz por la muestra más moléculas se encontrará.

Donde (ϵ) es una constante de proporcionalidad denominada coeficiente de absorción molar o coeficiente de extinción y se expresa en L/mol*cm, (l) es el espesor de la sustancia y se expresa en cm y c es concentración molar y se expresan en mol/ L.

vii. Limitaciones de la ley de Beer

Esta ley permite establecer una relación lineal entre absorbancia y concentraciones de una especie absorbente a una temperatura dada. La representación de absorbancia frente a concentración es una recta que pasa por el origen. Sin embargo, se encuentran frecuentes desviaciones con relación a la proporcionalidad directa entre absorbancias y concentraciones que limitan la aplicación de la ley. Las principales causas son:

- a. La concentración. Sólo es aplicable a disoluciones diluidas (menor 10^{-2} M); en disoluciones concentradas la distancia entre partículas absorbentes es tan pequeña que se produce una modificación en la distribución de cargas de las mismas, lo que se traduce en una alteración en la capacidad de absorción a una longitud de onda determinada. Este efecto se puede eliminar mediante dilución.
- b. La interacción entre el soluto y la radiación debida a mecanismos diferentes a la absorción pero que producen alteraciones en la intensidad de la luz, tales como la dispersión, reflexión, la fluorescencia, etc.

- c. Utilización de radiación no monocromática, puesto que la ley está definida para radiaciones con una sola longitud de onda. Sin embargo, si la calidad del equipo no es buena, se obtienen bandas de radiaciones con un estrecho intervalo de longitudes de onda.
- d. Falta de uniformidad de la muestra o especie absorbente, o presencia de impurezas.
- e. Desviaciones químicas, debidas a reacciones del absorbente con el disolvente

viii. Instrumentos

El espectrofotómetro es el nombre genérico de todos los aparatos basados en esta técnica. El espectrofotómetro puede estar equipado con un sólo detector o un detector multicanal, configurados por medidas con un solo rayo (SB) o doble rayo (DB) y designados para la medición de una longitud fija o para adquirir un espectro de absorción completo.

a. Instrumentos de haz sencillo

Un instrumento de haz sencillo para mediciones de absorción, consta de una lámpara de tungsteno o de deuterio, un filtro o un monocromador para seleccionar la longitud de onda, cubetas ajustadas que pueden interponerse de manera alternada en el haz de radiación, un transductor, un amplificador y un dispositivo de lectura. Por lo regular, un instrumento de haz sencillo necesita una fuente de alimentación estabilizada para evitar errores como resultado de los cambios en la intensidad del haz durante el tiempo que se requiere para efectuar la medición de 100% de T y determinar el %T del analito.

Entre los instrumentos de haz sencillo hay grandes diferencias en cuanto a su complejidad y características de funcionamiento. El más sencillo y más barato consta de una bombilla de tungsteno conectada a una batería, como fuente de radiación, un conjunto de filtros de vidrio para la selección de la longitud de onda, tubos de ensayo donde se coloca la muestra, una celda fotovoltaica como

transductor y un pequeño medidor analógico como dispositivo de lectura. En el otro extremo están los instrumentos complejos, controlados mediante computadora, que funcionan en un intervalo de longitudes de onda de 200 a 1000 nm o más. Estos espectrofotómetros utilizan como fuentes intercambiables lámparas de tungsteno o de deuterio, celdas de sílice rectangulares y están equipados con un monocromador de red de alta resolución y rendijas variables. Como transductores se emplean tubos fotomultiplicadores y la señal de salida, a menudo, se digitaliza, se procesa y se almacena en una computadora para que pueda imprimirse o registrarse de diversas formas.

b. Instrumentos de doble haz

En los instrumentos de doble haz se forman dos haces mediante un espejo en forma de V llamado divisor de haz. Un haz pasa a través de la solución de referencia y continúa hasta un fotodetector. En forma simultánea, el segundo rayo atraviesa la muestra hasta un segundo detector ajustado. Las dos señales de salida se amplifican y su cociente, o bien, el logaritmo de su cociente, se determina de manera electrónica y se representa mediante un dispositivo de lectura. En el caso de los instrumentos manuales, la medida consta de dos etapas, a saber, primero el ajuste del cero mediante un obturador entre el selector y el divisor de haz, en segundo lugar, ocurre la apertura del obturador y la lectura directa de la transmitancia o absorbancia en el sistema de medición. Los instrumentos de doble haz ofrecen la ventaja de que compensan todo menos la mayoría de las fluctuaciones cortas en la salida radiante de la fuente, así como la deriva en el transductor y el amplificador. También compensan las grandes variaciones de intensidad de la fuente con la longitud de onda. Además, el diseño de doble haz permite el registro continuo de espectros de transmitancia o absorbancia.

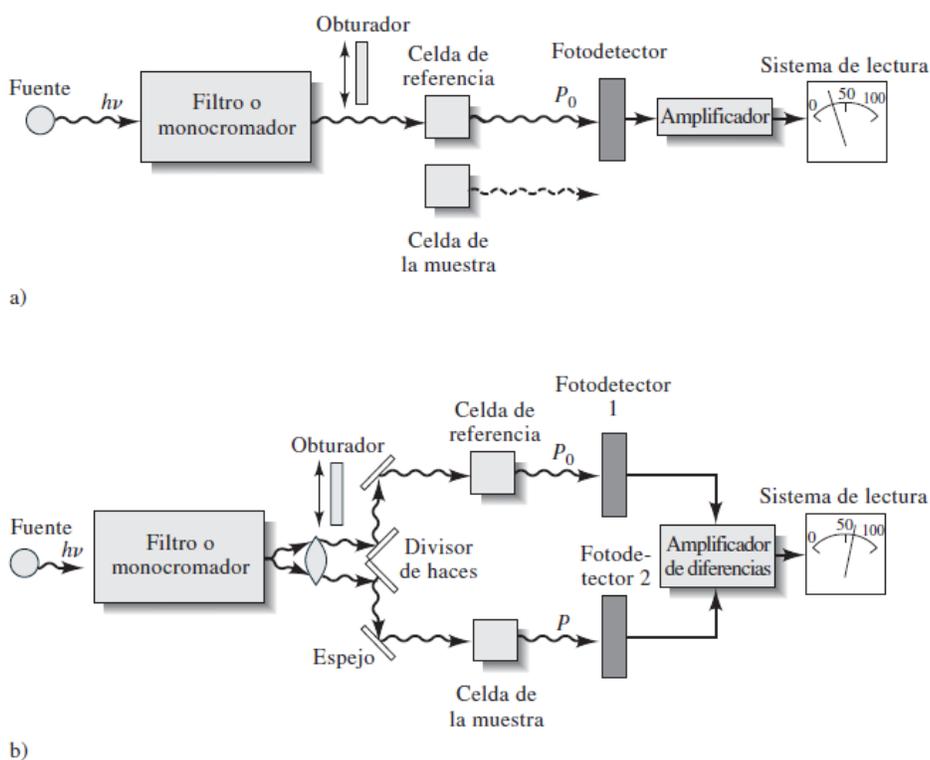


Figura 3. 5 Diagrama de un espectrofotómetro de haz sencillo (a) y de doble haz (b). Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

b) Espectrofotometría Infrarroja

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) afirma que la espectrofotometría infrarroja estudia los fenómenos de interacción entre la radiación de origen infrarrojo y la materia. Esencialmente la energía de la radiación, localizada en determinada longitud de onda del infrarrojo, es absorbida por una molécula (o parte de ella) que se encuentra vibrando en su estado basal a la misma longitud de onda que la radiación infrarroja incidente, provocando con ello un cambio en la intensidad de la vibración.

La región infrarroja (IR) del espectro comprende radiación con número de onda que varía entre 12 800 y 10 cm^{-1} o longitudes de onda de 0.78 a 1000 μm . Tanto desde el punto de vista de las aplicaciones como de los instrumentos, es conveniente dividir el espectro infrarrojo en tres regiones, a saber, infrarrojo cercano, medio y lejano. Tanto desde el punto de vista de las aplicaciones como de los aparatos se puede dividir en tres zonas: IR cercano (NIR): 12800-4000 cm^{-1} , IR medio: 4000-

400 cm^{-1} ; IR lejano: 400-10 cm^{-1} , siendo en el IR medio donde se dan la mayoría de las aplicaciones analíticas tradicionales.

El IR cercano (NIR) requiere una mínima o nula preparación de la muestra y ofrece un análisis cuantitativo sin consumir o destruir la muestra. Con frecuencia se combina con un espectrofotómetro Visible-Ultravioleta y dispositivos de fibra óptica para análisis remoto, encontrando especial interés en control de procesos.

El IR lejano requiere el uso de fuentes y materiales ópticos especiales. Es utilizado para el análisis de compuestos orgánicos, inorgánicos u organometálicos que contengan átomos pesados (masa atómica superior a 19) y proporciona información útil en estudios estructurales.

El IR medio, existen espectrofotómetros comerciales desde 1940, aunque los avances más significativos en la técnica se produjeron con el desarrollo de instrumentos que incorporan el método de transformada de Fourier (FT-IR), que ha mejorado la calidad de los espectros y minimizado el tiempo requerido para la obtención de datos. Hoy en día, casi todos los instrumentos utilizados en espectroscopia infrarroja están equipados con sistema de análisis que utilizan transformadas de Fourier de haz sencillo.

Una de las grandes ventajas de la espectroscopia IR es su versatilidad, ya que permite estudiar prácticamente cualquier muestra con independencia del estado en que se encuentre: líquidos, disoluciones, pastas, polvos, fibras, films, gases o superficies son algunos ejemplos.

i. Absorción en el infrarrojo

La radiación infrarroja no tiene la suficiente energía para producir la clase de transiciones electrónicas que se encuentran en las radiaciones ultravioleta y visible; por esa razón, la absorción de radiación infrarroja se limita en gran parte a especies moleculares para las cuales existen pequeñas diferencias de energía entre los distintos estados vibracionales y rotacionales. Para absorber radiación infrarroja, una molécula debe sufrir un cambio neto en el momento dipolar cuando vibra o gira.

Sólo en estas circunstancias el campo eléctrico alternante de la radiación puede interactuar con la molécula y modificar la amplitud de alguno de sus movimientos.

ii. Modelo mecánico-cuántico de vibraciones: oscilador armónico

En el caso concreto de la absorción de radiación infrarroja, es posible adoptar un modelo clásico, visual e intuitivo, que matizado desde el punto de vista de la mecánica cuántica ilustra la aparición de los espectros en función de los movimientos vibratorios en la molécula.

Una simple molécula diatómica como el monóxido de carbono ($\text{C}\equiv\text{O}$) mantiene unidos sus átomos mediante el solapamiento de varios orbitales. A una cierta distancia internuclear hay un balance entre las fuerzas atractivas y las interacciones repulsivas que tienen lugar entre los electrones internos de los dos átomos. Esta distancia de equilibrio se puede modificar suministrando energía, y en este sentido podemos pensar en la molécula como dos masas conectadas por un resorte: un enlace químico actuaría como un muelle que conecta dos átomos con masas M_1 y M_2 . Las masas vibran con unas frecuencias características que dependen de ellas y de la fortaleza del muelle (k) según la expresión de la física clásica:

$$v = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

$$\mu = \frac{M_1 M_2}{M_1 + M_2}$$

Donde v es la frecuencia natural de vibración de las masas; k es la constante de fuerza del muelle (enlace químico) que es una medida de su rigidez; y μ es la masa reducida.

Los cambios en la frecuencia debidos a las masas se aprecian bien cuando el hidrógeno se sustituye por deuterio. Así, es frecuente conseguir asignaciones de las vibraciones de diferentes partes de una molécula observando los cambios de los espectros vibracionales al realizar sustituciones isotópicas.

iii. Modos normales de vibración

Las vibraciones en moléculas poliatómicas son mucho más complejas que en la simple molécula diatómica que sólo puede vibrar en un modo (stretching).

El número de modos independientes de vibración en una molécula de N átomos se calcula asumiendo que el movimiento de cada átomo se puede describir en términos de desplazamientos a lo largo de tres direcciones espaciales, de modo que tendremos $3N$ desplazamientos a considerar (la molécula posee $3N$ grados de libertad). Tres combinaciones de esos desplazamientos resultan en el movimiento en el espacio de toda la molécula y por tanto se corresponden con traslaciones de su centro de masas. Si la molécula es no-lineal, otras tres combinaciones de desplazamientos especifican la rotación de toda la molécula alrededor de su centro de masas, por lo que quedan $3N-6$ combinaciones de desplazamientos en los átomos que dejan el centro de masas y la orientación de la molécula inalterados, y que son las distorsiones de la molécula que nos interesan.

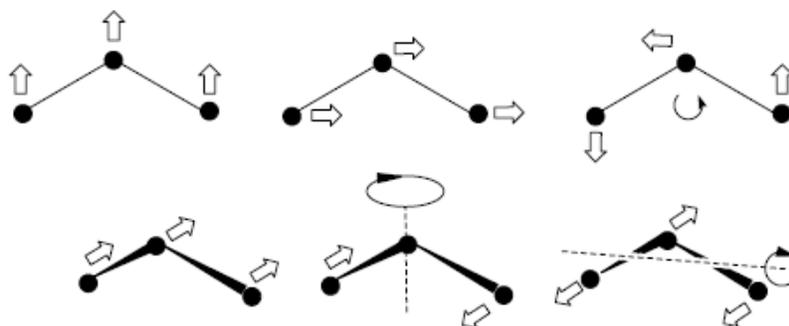


Figura 3. 6 Movimiento de átomos. Fuente: (Repositorio Institucional de la Universidad de Alicante, 2021)

Estos modos normales son por tanto movimientos particulares del colectivo de átomos que conforman la molécula, independientes unos de otros y con su frecuencia de vibración característica. Aunque estos movimientos sean colectivos, en muchos casos es posible identificar la vibración como principalmente de tipo stretching o de tipo bending.

A medida que intervienen mayor número de átomos en la molécula aumentan el número de modos normales y con ellos la dificultad de visualizarlos individualmente. El conocimiento de la simetría de la molécula como un todo y de la simetría de cada modo normal es crucial a la hora de racionalizar el estudio de las vibraciones moleculares.

iv. Instrumentos para la espectrofotometría IR

Los espectrofotómetros IR tienen los mismos componentes básicos que el resto de aparatos utilizados en procesos de absorción, por ejemplo, en el estudio de la zona visible-ultravioleta del espectro. Básicamente, se necesita un instrumento para medir la transmisión de radiación electromagnética de una muestra en función de la longitud de onda o del número de ondas. El elemento más importante debe permitir aislar la radiación de regiones espectrales definidas y permite diferenciar entre los distintos tipos de espectrofotómetros: no dispersivos, dispersivos y de transformada de Fourier (FT). En estos últimos se utiliza un interferómetro que permite una modulación de la radiación dependiente de la longitud de onda. Otro elemento esencial en los espectrofotómetros es una fuente de radiación que debe aportar la mayor intensidad posible en la región de longitud de onda que se está investigando. Las fuentes de radiación térmicas (sólido inerte calentado eléctricamente) son las más utilizadas, proporcionando una radiación continua, en contraste, el uso de fuentes láser suministra longitudes de onda muy concretas. El propósito del sistema óptico es transmitir la radiación desde la fuente al detector con la mínima pérdida. Los sistemas de lentes de vidrio o cuarzo utilizados en otras regiones no tienen utilidad en el IR porque absorben radiación, de modo que se utilizan espejos de vidrio con un recubrimiento de oro o aluminio. El sistema óptico va equipado con un compartimento para la muestra, en el que ésta se sitúa en el camino de la radiación, bien mediante celdas u otros accesorios que permitan realizar medidas diferentes a la transmisión. El detector se emplea para convertir la señal óptica en una señal eléctrica fácilmente medible, como el voltaje. Esto se consigue con la ayuda de equipos electrónicos para amplificar y digitalizar las señales. Mientras que los primeros espectros se registraban de forma analógica sobre papel, hoy en día el

ordenador es un componente esencial con múltiples posibilidades para procesar y almacenar los espectros. Los aparatos basados en el método de transformada de Fourier ofrecen una relación señal/ruido mucho mejor y mayor rapidez en la obtención de espectros, por lo que se imponen en el mercado.

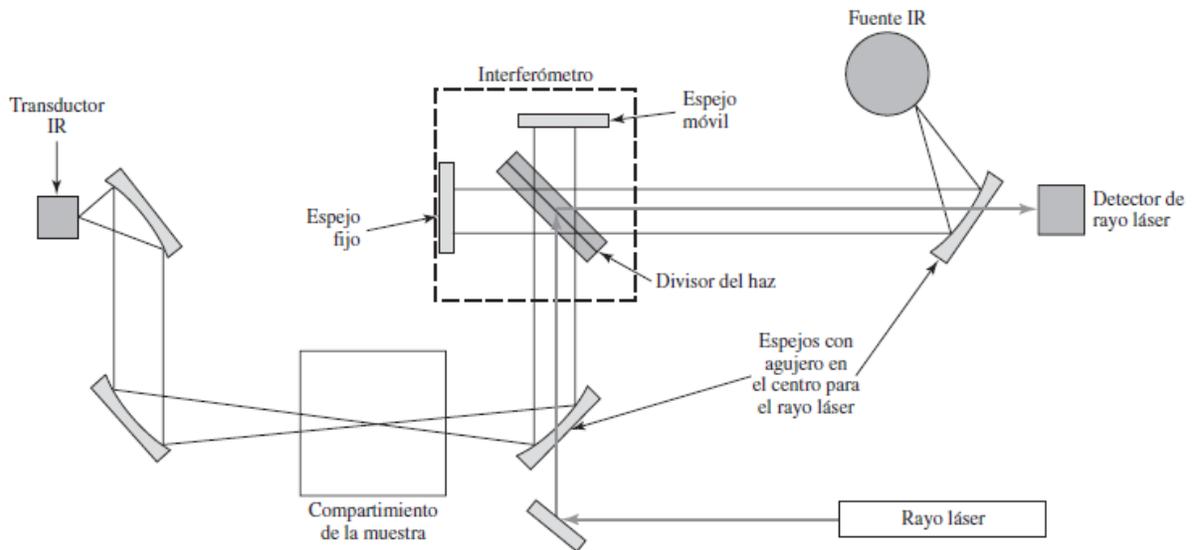


Figura 3. 7 Espectrómetro de un solo haz de IR de transformada de Fourier.
Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

El espectrómetro de un solo haz de IR de transformada de Fourier que se presenta en la imagen anterior tiene una rama del interferómetro, la radiación de la fuente IR pasa por el divisor de haz y llega hasta el espejo fijo, regresa al divisor de haz y atraviesa la muestra para llegar al transductor de IR. En la otra rama, la radiación de la fuente IR viaja al divisor del haz, se refleja en el espejo móvil y regresa por el divisor de haces hasta la muestra y llega al transductor. Cuando los dos rayos se encuentran de nuevo en el divisor de haces, tienen la aptitud de interferir uno con el otro si la diferencia de fase es apropiada (diferencia de la trayectoria). El interferograma es una gráfica de la señal contra el desplazamiento del espejo que contiene información respecto a todas las frecuencias presentes. El espectro, intensidad contra número de onda, es la transformada de Fourier del interferograma. Se puede calcular mediante una computadora a partir de la señal contra el desplazamiento del espejo. Un compartimiento para la muestra vacío permite calcular el espectro de referencia. Luego se coloca la muestra en el compartimiento

y se obtiene su espectro. Luego se determina la absorbancia a cada número de onda a partir de la relación entre la intensidad de la muestra y la intensidad de referencia.

3.1.2.2 Espectrometría.

Los métodos espectrométricos son un gran grupo de métodos analíticos que se basan en la espectroscopía atómica y molecular. La espectroscopía es un término general para la ciencia que trata con las interacciones de varios tipos de radiación con la materia. Desde siempre, el interés se ha centrado en las interacciones entre la radiación electromagnética y la materia, pero ahora la espectroscopía se ha ampliado para incluir las interacciones entre la materia y otras formas de energía. Entre los ejemplos están las ondas acústicas y los haces de partículas como iones o electrones. La espectrometría y los métodos espectrométricos se refieren a la medición de la intensidad de la radiación con un transductor fotoeléctrico u otro tipo de dispositivo electrónico.

Los métodos espectrométricos que más se usan se basan en la radiación electromagnética, que es un tipo de energía que adopta varias formas; las más reconocibles son la luz y el calor radiante. Las manifestaciones menos obvias son los rayos gamma y los rayos X, así como la radiación ultravioleta, la de microondas y la de radiofrecuencia. Algunos métodos espectrométricos son: espectrometría de absorción atómica, fluorescencia atómica, emisión atómica, masa atómica y rayos x; se describen a continuación. (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

a) Espectrometría de absorción atómica

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) afirma sobre la espectrometría de absorción atómica, es un método instrumental de la química analítica que permite medir las concentraciones específicas de un material en una mezcla y determinar una gran variedad de elementos. Esta técnica se utiliza para determinar la concentración de un elemento particular (el analito) en una muestra y puede determinar más de 70 elementos diferentes en solución o directamente en muestras

sólidas utilizadas en farmacología, biofísica o investigación toxicológica. La espectrometría de absorción atómica se realiza por medio de atomización de llama o por atomización electrotérmica comúnmente, aunque existen otras técnicas de automatización especializadas como la atomización con descarga luminiscente, atomización de hidruros y atomización de vapor frío.

i. Atomización de llama

En un atomizador de llama, una solución de la muestra se nebuliza mediante un flujo de oxidante gaseoso mezclado con un combustible también gaseoso y se lleva hacia una llama donde ocurre la atomización. Como se ilustra en la figura, en la llama ocurre un conjunto complejo de procesos interconectados. El primero es la desolvatación, en la que el disolvente se evapora para producir un aerosol molecular finamente dividido. Luego, éste se volatiliza para formar moléculas de gas. La disociación de la mayor parte de dichas moléculas produce un gas atómico. Algunos de los átomos del gas se ionizan para formar cationes y electrones. Otras moléculas y átomos se producen en la llama como resultado de las interacciones del combustible con el oxidante y con las distintas especies de la muestra. Como se indica en la figura, una fracción de las moléculas, átomos y iones se excita también por el calor de la llama para producir espectros de emisión atómicos, iónicos y moleculares. Con tantos procesos complejos que ocurren, no es sorprendente que la atomización sea el paso más decisivo en la espectroscopía de llama y el único que limita la precisión de tales métodos. Como resultado de la naturaleza determinante del paso de atomización, es importante entender las características de las llamas y las variables que las afectan.

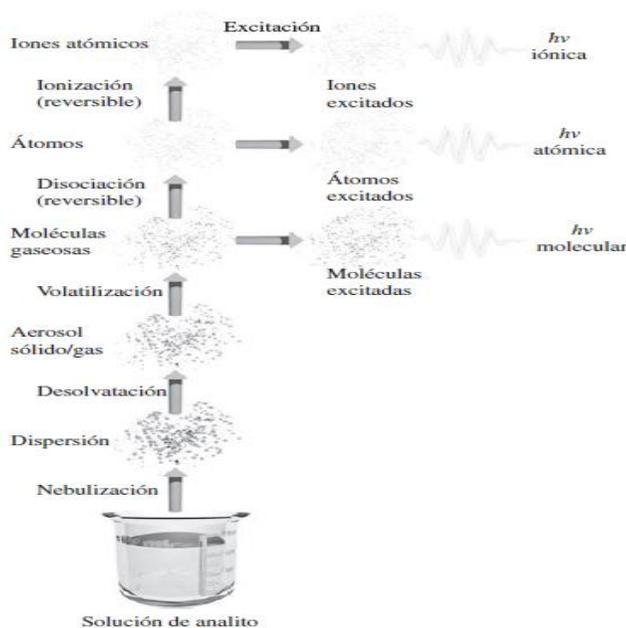


Figura 3. 8 Proceso que ocurre en la atomización. Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

a. Tipos de llama

En la tabla se enlistan los combustibles y oxidantes comunes en la espectroscopía de llama y el intervalo aproximado de temperaturas que se logran con estas mezclas. Observe que cuando el aire es el oxidante, se logran temperaturas de 1700 °C a 2400 °C con varios combustibles. A estas temperaturas sólo se atomizan las muestras que se descomponen con facilidad, así que se debe usar oxígeno u óxido nitroso como oxidante para muestras más refractarias. Estos oxidantes producen temperaturas de 2500 °C a 3100 °C con los combustibles comunes.

Las velocidades de combustión son importantes porque las llamas son estables sólo en ciertos intervalos de flujos de gas. Si el flujo de gas no excede la velocidad de combustión, la llama se propaga de regreso hacia el quemador y produce un retroceso de la llama. Cuando se incrementa el flujo, la llama sube hasta que alcanza un punto arriba del quemador donde la velocidad del flujo y la velocidad de combustión son iguales; es en esta región donde la llama es estable. A velocidades más altas, la llama sube y alcanza con el tiempo un punto en el que se desprende del quemador y lo apaga. Con estos hechos en mente, es fácil ver por qué es tan

importante controlar el flujo de la mezcla combustible oxidante, el cual depende mucho de los tipos de combustible y oxidante que se utilicen.

Tabla 3. 7 Propiedades de las llamas.

Combustible	Oxidante	Temperatura °C	Velocidad de combustión máxima, $cm s^{-1}$
Gas natural	Aire	1700-1900	39-43
Gas natural	Oxígeno	2700-2800	370-390
Hidrogeno	Aire	2000-2100	300-440
Hidrogeno	Oxígeno	2550-2700	900-1400
Acetileno	Aire	2100-2400	158-266
Acetileno	Oxígeno	3050-3150	1100-2480
Acetileno	Óxido nitroso	2600-2800	285

Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

b. Estructura de la llama

las regiones importantes de una llama incluyen la zona de combustión primaria, la región interzona y la zona de combustión secundaria. La apariencia y tamaño relativo de estas regiones varía en forma considerable con la relación entre combustible y oxidante, así como con la naturaleza de cada uno de ellos. La región interzona predominan átomos libres, es la parte de la llama que más se usa para la espectroscopía. En la zona de reacción secundaria los productos de núcleo interno se convierten en óxidos moleculares estables que son dispersados después hacia los alrededores. Un perfil de llama proporciona información útil acerca de los procesos que suceden en diferentes partes de una llama; es una gráfica de contorno que revela regiones que tienen valores similares para una variable de interés. Algunas de las variables son: temperatura, composición química, absorbancia e intensidad radiante o fluorescencia.

c. Atomizadores de llama

Los atomizadores de llama se usan para las espectroscopias atómicas de absorción, de fluorescencia y de emisión. Un atomizador de llama tiene un quemador de flujo laminar comercial típico que utiliza un nebulizador de tubo concéntrico. El aerosol, formado por el flujo de oxidante, se mezcla con combustible

y pasa por una serie de deflectores que eliminan todo excepto las gotas de solución más finas. Los deflectores ocasionan que la mayor parte de la muestra se reúna en el fondo de la cámara de mezcla donde se drena hacia un recipiente de desechos. El aerosol, el oxidante y el combustible arden entonces en un quemador ranurado que proporciona una llama de 5 a 10 cm de alto. Los quemadores de flujo laminar producen una llama relativamente estática y una longitud de trayecto larga para llevar al máximo la absorción. Estas propiedades tienden a incrementar la sensibilidad y reproductibilidad en la espectrometría de absorción atómica. La cámara de mezcla en este tipo de quemador contiene una mixtura potencialmente explosiva que puede producir un retroceso de la llama si el flujo es demasiado bajo. Para ellos y utilizan respiradores de alivio de presión por esta causa. Otros tipos de quemadores de flujo laminar y quemadores de flujo turbulento están disponibles para la espectrometría de emisión atómica y la espectrometría de fluorescencia atómica.

ii. Atomización electrotérmica

Los atomizadores electrotérmicos, que aparecieron por primera vez en el mercado a principios de la década de 1970, son por lo general más sensibles debido a que la muestra completa se atomiza en un corto periodo, y el tiempo de residencia promedio de los átomos en la trayectoria óptica es de un segundo o más.

Los atomizadores electrotérmicos se usan para medir la absorción y la fluorescencia atómicas, pero en general no se aplican en la producción directa de espectros de emisión. No obstante, se usan para evaporar muestras en la espectroscopía de emisión de plasma acoplado de manera inductiva.

En los atomizadores electrotérmicos, unos cuantos mililitros de la muestra se evaporan primero a una temperatura baja y luego se convierten en cenizas a una temperatura un poco más alta en un tubo de grafito que se calienta eléctricamente o en un crisol de grafito. Después de convertirlos en ceniza, la corriente se incrementa con rapidez a varios cientos de amperes, que hacen que la temperatura se eleve de 2000 °C a 3000 °C; la atomización de la muestra ocurre en un periodo

que va de unos cuantos milisegundos hasta algunos segundos. La absorción o fluorescencia del vapor atómico se mide entonces en la región inmediatamente por arriba de la superficie calentada.

iii. Instrumentación de absorción atómica

Los instrumentos para espectrometría de absorción atómica constan de una fuente de radiación, un soporte de muestra, un selector de longitud de onda, un detector y un procesador de señal y lectura. El soporte de muestra en los instrumentos de absorción atómica es la celda del atomizador que contiene la muestra gaseosa atomizada. Uno es los instrumentos utilizados en la espectrometría de absorción atómica son los espectrofotómetros. Los espectrómetros de llama típicos son los de un haz y los de doble haz.

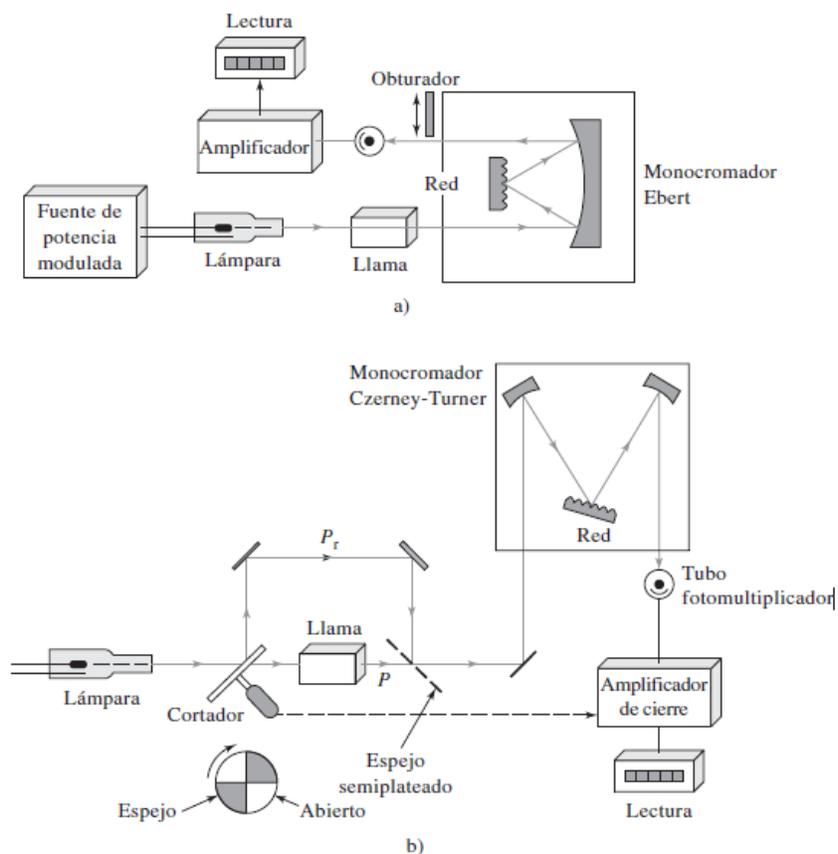


Figura 3. 9 Espectrómetro de llama (a) diseño de un solo haz y (b) diseño de doble haz. Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

iv. Aplicaciones de espectrometría de absorción atómica

La espectrometría de absorción atómica es un medio sensible para la identificación cuantitativa de más de sesenta metales o elementos metaloides. Las líneas de resonancia para los elementos no metálicos se localizan por lo general a longitudes de onda más cortas que 200 nm, de modo que se evita su determinación mediante espectrofotómetros convenientes, sin vacío.

b) Espectrometría de fluorescencia atómica

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) afirma que la espectrometría de fluorescencia, es un tipo de espectroscopia basada en la emisión fluorescente de una muestra. Esto involucra el uso de un haz de luz, comúnmente de luz ultravioleta, que excita a los electrones en ciertas moléculas o átomos y causa la emisión de, típica pero no necesariamente, luz visible.

la espectroscopía de fluorescencia atómica proporciona un medio útil y conveniente para la identificación cuantitativa de un número razonablemente grande de elementos. En años recientes, diversos fabricantes han introducido espectrómetros de fluorescencia atómica útiles para determinar elementos que forman vapores e hidruros, como Pb, Hg, Cd, Zn, As, Sb, Bi, Ge y Se.

i. Instrumentación

Los componentes de instrumentos para medidas de fluorescencia atómica están dispuestos con un soporte de la muestra que comúnmente es una llama, pero podría ser también una celda de atomización electrotérmica, una descarga luminiscente o un plasma acoplado en forma inductiva. Las celdas de flujo se usan con frecuencia junto con métodos de vapor y basados en hidruros.

a. Instrumentos dispersivos

Un sistema dispersivo para medidas de fluorescencia atómica consta de una fuente modulada, un atomizador (con llama o sin ella), un monocromador o un sistema de filtro de interferencia, un detector y un procesador de señal, y un dispositivo de

lectura. Con excepción de la fuente, la mayor parte de estos componentes son similares a los que se analizaron en las primeras partes de este capítulo.

b. Instrumentos no dispersivos

En teoría, ningún monocromador o filtro debe ser necesario para las medidas de fluorescencia atómica cuando una lámpara de descarga sin electrodos o una lámpara de cátodo hueco sirven como fuente de excitación porque, en principio, la radiación emitida es la de un solo elemento y excitará, por consiguiente, sólo átomos de ese elemento. Un sistema no dispersivo podría estar constituido entonces de sólo una fuente, un atomizador y un detector. Hay varias ventajas de tal sistema:

- 1) sencillez e instrumentación de bajo costo
- 2) adaptabilidad a análisis de varios elementos
- 3) alto rendimiento energético y, por tanto, mayor sensibilidad
- 4) recolección simultánea de energía para líneas múltiples, lo cual incrementa también la sensibilidad.

Para darse cuenta de estas ventajas importantes, es necesario que la salida de la fuente esté libre de líneas contaminantes de otros elementos; además, el atomizador no debe emitir radiación de fondo significativa. En algunos casos con atomizadores electrotérmicos, la radiación de fondo es mínima, pero con seguridad no lo es con las llamas típicas. Para superar este problema se han utilizado filtros localizados entre la fuente y el detector para eliminar la mayor parte de la radiación de fondo. Otra posibilidad son los fotomultiplicadores insensibles a la luz solar, que responden sólo a la radiación de longitudes de onda más cortas que 320 nm. Para que estos dispositivos se usen de modo efectivo, la emisión del analito debe estar por debajo de los 320 nm.

ii. Aplicaciones

Los métodos de fluorescencia atómica se han aplicado a la determinación de metales en materiales como aceites lubricantes, agua de mar, muestras geológicas, metalúrgicas, clínicas, ambientales y agrícolas.

c) Espectrometría de emisión atómica

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) afirma que la espectrometría de emisión atómica, es un método de análisis químico que utiliza la intensidad de la luz emitida por una llama, un plasma, un arco o chispa eléctricos en una longitud de onda particular para determinar la cantidad de un elemento en una muestra. La longitud de onda es característica de la línea espectral atómica y determina la identidad del elemento, mientras que la intensidad de la luz emitida es proporcional a la cantidad de átomos del elemento.

La espectrometría de emisión se clasifica en espectrometría de plasma, arco y chispa, estas tienen ventajas si se le compara con los métodos de absorción de llama y electrotérmicos. Entre las ventajas está su baja susceptibilidad a las interferencias químicas, la cual es un resultado directo de sus temperaturas superiores. En segundo lugar, están los buenos espectros que resultan para la mayoría de los elementos con un solo grupo de condiciones de excitación. Por consiguiente, se pueden registrar en forma simultánea los espectros de docenas de elementos. Esta propiedad es de particular importancia en el caso del análisis de varios elementos en muestras muy pequeñas.

i. Espectroscopía de emisión con fuentes de plasma

Un plasma es una mezcla gaseosa eléctricamente conductora que contiene una concentración importante de cationes y electrones. (Las concentraciones de ambos son tales que la carga neta es cero.) En el plasma de argón, que se usa con frecuencia para el análisis de emisión, los iones y los electrones de argón son las especies conductoras principales, aunque los cationes provenientes de la muestra también están presentes en cantidades pequeñas. Los iones de argón, una vez formados en el plasma, son capaces de absorber suficiente potencia de una fuente externa para conservar la temperatura en un nivel en el que la ionización posterior mantiene indefinidamente al plasma, el cual alcanza temperaturas hasta de 10 000 K. Hay tres tipos principales de plasmas de alta temperatura: plasma acoplado por inducción, plasma de corriente continua y plasma inducido por microondas.

ii. Espectroscopía de emisión con fuente de arco

La fuente de arco común para un análisis espectro químico está constituida por un par de electrodos de grafito o de metal separados unos pocos milímetros. El arco se enciende mediante una chispa de baja intensidad de corriente que ocasiona la formación momentánea de iones para conducir electricidad en el espacio entre los electrodos; una vez que se inicia el arco, la ionización térmica mantiene la corriente. Otra posibilidad es iniciar el arco uniendo los electrodos para producir el calor necesario para la ionización; luego, los electrodos se separan a la distancia deseada. En un arco típico se utilizan corrientes de 1 a 30 A.

Por lo general, una fuente de arco de corriente cd tiene un voltaje de circuito abierto de unos 200 V. También hay fuentes de arco de corriente alterna que funcionan entre valores de alta tensión de 2200 a 4400 V o de baja tensión de 100 a 400 V. En ambos tipos, el arco se extingue al finalizar cada medio ciclo. En el tipo de alta tensión, el arco se vuelve a encender de manera espontánea; en el arco de baja tensión la nueva ignición se logra mediante la descarga de una chispa de baja corriente.

iii. Fuentes de chispa y espectros de chispa

Se ha perfeccionado una variedad de circuitos que producen chispas de alta tensión para la espectroscopía de emisión. Se ha comprobado que una chispa intermitente que siempre se propaga en la misma dirección proporciona mayor precisión y menor deriva de la emisión radiante. Por este motivo, a menudo la tensión de la línea de corriente alterna se rectifica antes de subirla de 10 a 50 kV en una bobina. Se utiliza un conjunto de circuitos de estado sólido para controlar tanto la frecuencia como la duración de la chispa. Por lo general, con una corriente de 60 Hz se producen cuatro descargas de chispa por cada semiciclo.

La corriente promedio en una chispa de alta tensión suele ser del orden de unas pocas décimas de ampere, la cual es bastante menor que la corriente de un arco

característico. Por otra parte, en la fase inicial de la descarga, la corriente instantánea puede sobrepasar los 1000 A. En esta fase inicial la electricidad circula por un canal angosto que ocupa sólo una mínima parte del espacio total en el que se produce la chispa. Se calcula que la temperatura en este canal puede llegar a ser de 40 000 K. Por tanto, aunque la temperatura media de una fuente de chispa es mucho menor que la de un arco, la energía en el pequeño volumen del canal puede ser varias veces mayor. Como resultado, los espectros de los iones son más pronunciados en una chispa de alta tensión que en un arco. En efecto, los espectroscopistas denominan a menudo “líneas de chispa” a las que emiten los iones.

iv. Instrumentos de la espectroscopía de emisión

Los instrumentos para la espectroscopía de emisión son de tres tipos básicos: secuenciales, de varios canales simultáneos y de transformada de Fourier. Estos últimos se usan poco en la espectroscopía de emisión. Los instrumentos secuenciales se programan para pasar desde la línea de un elemento hasta la línea del segundo elemento, deteniéndose sólo lo suficiente (algunos segundos) en cada una para medir sus intensidades con una relación señal-ruido satisfactoria. En cambio, los instrumentos multicanal están diseñados para medir en forma simultánea, o casi, las intensidades de las líneas de emisión para una gran cantidad de elementos, a veces 50 o 60. Cuando se tienen que determinar varios elementos, los instrumentos secuenciales requieren mucho más tiempo para la introducción de las muestras que los otros dos tipos. Por tanto, estos instrumentos, aunque son más sencillos, son costosos en cuanto al consumo de muestra y de tiempo. Tanto los espectrómetros secuenciales como los de emisión por varios canales o multicanal son de dos tipos generales: uno usa un espectrómetro de red clásico y el otro un espectrómetro en escalera.

d) Espectrometría de masas atómica

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) afirma que la espectrometría de masas es una técnica de análisis que permite determinar la distribución de las moléculas de una sustancia en función de su masa. La espectrometría de masas está basada en la obtención de iones a partir de moléculas orgánicas en fase gaseosa; una vez obtenidos estos iones, se separan de acuerdo con su masa u su carga, y finalmente se detectan por medio de un dispositivo adecuado.

Un espectro de masas será, en consecuencia, una información bidimensional que representa un parámetro relacionado con la abundancia de los diferentes tipos de iones en función de la relación masa/carga de cada uno de ellos.

La espectrometría de masas atómica es una herramienta multifacética y muy utilizada para identificar los elementos presentes en muestras de materia y determinar sus concentraciones. Casi todos los elementos de la tabla periódica se pueden determinar mediante la espectrometría de masas.

Un análisis por espectrometría de masas atómica consta de las etapas siguientes:

- 1) atomización
- 2) conversión de una fracción significativa de los átomos formados en la etapa 1 en un flujo de iones (casi siempre positivos de una sola carga)
- 3) separación de los iones formados en la segunda etapa con base en su relación masa/carga (m/z), donde m es el número de masa del ion en unidades de masa atómica y z es el número de cargas fundamentales
- 4) conteo del número de iones de cada 2 tipo o medición de la corriente iónica producida cuando los iones formados a partir de la muestra inciden en un detector adecuado.

i. Espectrómetros de masas

Un espectrómetro de masas es un instrumento que produce iones y los separa de acuerdo con sus relaciones masa/carga, m/z . La mayor parte de los iones que se estudian tienen una sola carga, de modo que la relación es simplemente el número

de masa del ion. Los tipos de espectrómetros que se utilizan en la espectrometría de masas atómica son: espectrómetro de masas cuadrupolar, espectrómetro de masas de tiempo de vuelo y espectrómetro de masas de doble enfoque

Todos los tipos de espectrómetros de masa tiene en su interior los principales componentes. El objetivo del sistema de entrada es introducir una cantidad muy pequeña de muestra en la fuente de iones, donde los componentes de dicha muestra se transforman en iones gaseosos gracias al bombardeo con electrones, fotones, iones o moléculas. Otra manera de lograr la ionización es aplicar energía térmica o eléctrica. La salida de la fuente de iones es un flujo de iones positivos, que es lo más común, o iones negativos gaseosos que son acelerados en el analizador de masas.

La función del analizador de masas es similar a la de un monocromador de un espectrómetro óptico. En el analizador de masas la dispersión depende de la relación masa-carga de los iones del analito y no de la longitud de onda de los fotones. Al igual que en un espectrómetro óptico, un espectrómetro de masas contiene un transductor que convierte el haz de iones en una señal eléctrica que pueda ser procesada, almacenada en la memoria de una computadora y mostrada en una pantalla o almacenada en otros medios. A diferencia de la mayoría de los espectrómetros ópticos, los espectrómetros de masas requieren un complejo sistema de vacío para mantener una presión baja en todos los componentes, excepto en los sistemas para procesar la señal y de lectura. La presión baja asegura colisiones no frecuentes en el espectrómetro de masas para producir y conservar iones y electrones libres.

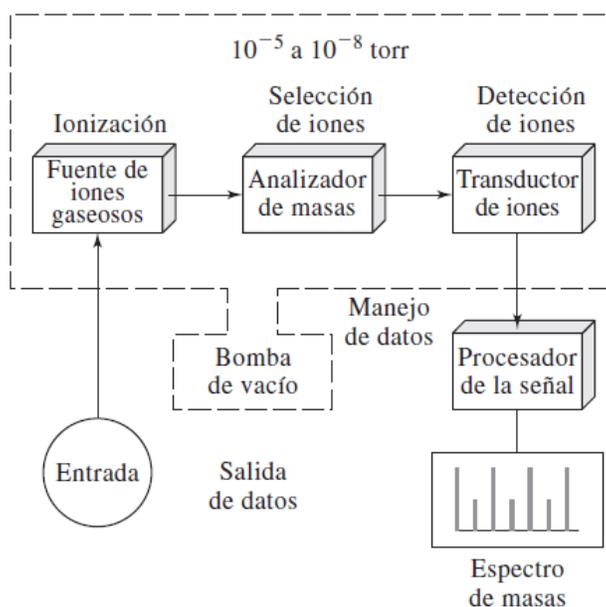


Figura 3. 10 Componentes de un espectrómetro de masas. Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

e) Espectrometría atómica de rayos x

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) afirma sobre los rayos X son radiación electromagnética de longitud de onda corta que se produce cuando se desaceleran los electrones de alta energía o por transiciones de electrones que están en los orbitales internos de los átomos.

Los valores de las longitudes de onda de los rayos X están entre aproximadamente 10^{-5} Å a 100 Å; pero la espectroscopía de rayos X ordinaria se limita a la región de casi 0.1 Å a 25 Å ($1\text{Å} = 0.1\text{nm} = 10^{-10}$ m).

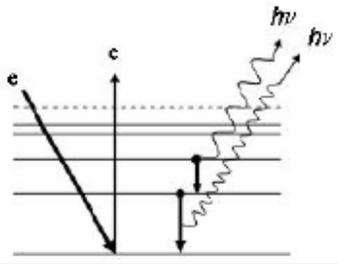
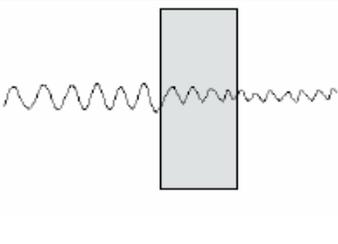
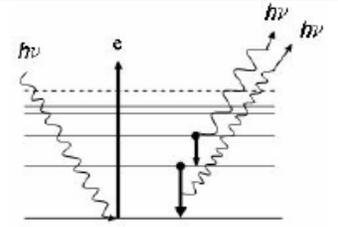
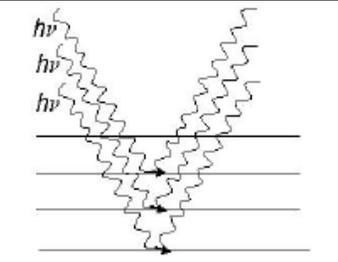
Para fines analíticos, los rayos X se obtienen de cuatro maneras:

- 1) Por bombardeo de un blanco metálico con un haz de electrones de elevada energía.
- 2) Por exposición de una sustancia a un haz primario de rayos X con el objetivo de generar un haz secundario de fluorescencia de rayos X
- 3) Al usar una fuente radiactiva cuyo proceso de desintegración produce una emisión de rayos X

4) A partir de una fuente de radiación sincrotrón.

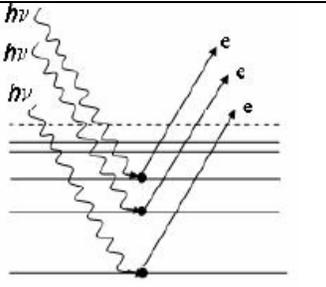
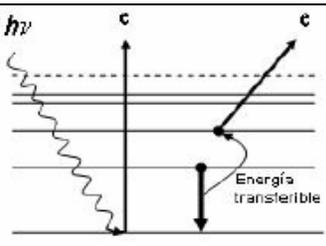
Las fuentes de rayos X, al igual que los emisores de radiación ultravioleta y visible, producen a menudo tanto espectros continuos como de líneas; ambos son importantes en análisis. La radiación continua se denomina también radiación blanca o bremsstrahlung. Este término significa radiación que surge del retardo de las partículas; por lo general, esta radiación es un continuo espectral.

Tabla 3. 8 Comportamiento de la radiación

Comportamiento de la radiación	Ilustración
<p>Espectroscopía de emisión de Rayos X (XES): el haz electrónico primario induce la salida de electrones de los niveles electrónicos internos, emitiendo radiación X secundaria en la medida que los electrones de niveles más externos caen en los niveles internos vacantes.</p>	
<p>Absorción de rayos X: la intensidad de la radiación X disminuye a medida que pasan a través de un material; las discontinuidades en las absorciones aparecen cuando la radiación X posee suficiente energía para extraer electrones</p>	
<p>Espectroscopía de fluorescencia de rayos X (XFS): la radiación primaria promueve la salida de electrones atómicos desde los niveles electrónicos internos; a medida que los electrones de niveles más externos caen a los niveles internos vacantes se emite radiación X secundaria.</p>	
<p>Difracción de rayos X: los rayos X sufren difracción en los diferentes planos de un cristal</p>	

Continúa...

Tabla 3. 8 Comportamiento de la radiación. (Continuación)

Comportamiento de la radiación	Ilustración
<p>Espectroscopía electrónica para el análisis químico (ESCA): los rayos X primarios inducen la salida de electrones atómicos desde los niveles electrónicos internos y se determina la energía de los electrones emitidos.</p>	
<p>Espectroscopía de emisión Auger (AES): la excitación con un haz de electrones primarios induce la salida de electrones atómicos desde niveles electrónicos internos; cuando los electrones caen en los niveles internos vacantes, por un proceso no radiatorio, el exceso de energía induce la salida de electrones desde niveles más externos (electrones Auger)</p>	

Fuente: (Repositorio Institucional de la Universidad de Alicante, 2021)

i. Emisión de rayos X por bombardeo con un haz de electrones

Cuando un conjunto de átomos es bombardeado por un haz de electrones de elevada energía se producen rayos X. Al igual que los emisores del ultravioleta y visible, los rayos X liberados producen un espectro continuo y otro discontinuo (de líneas); ambos tipos tienen interés en análisis. La radiación continua se llama también radiación blanca o Bremsstrahlung (que significa radiación que proviene de la desaceleración por partículas; esta radiación es generalmente continua).

a. Espectros continuos

En un tubo de rayos X, los electrones producidos en un cátodo caliente son acelerados hacia un ánodo metálico (el blanco) por un potencial del orden de los 100 kV; en la colisión, parte de la energía del haz de electrones se convierte en rayos X.

La radiación continua de una fuente de haz de electrones es el resultado de las colisiones entre los electrones del haz y los átomos del material del blanco. En cada colisión, el electrón se desacelera y se produce un fotón de energía de rayos X. La

energía del fotón será igual a la diferencia entre la energía cinética del electrón antes y después de la colisión. Generalmente, los electrones de un haz se desaceleran en una serie de colisiones, y las pérdidas de energía cinética difieren de una colisión a otra.

Por tanto, las energías de los fotones de rayos X emitidos varían de modo continuo en un intervalo considerable. La máxima energía del fotón generada corresponde a la desaceleración instantánea del electrón hasta una energía cinética cero en una única colisión.

b. Espectros de líneas características

El bombardeo de un blanco de molibdeno produce líneas de emisión intensas alrededor de 0.63 y 0.71 Å. Además, una serie de líneas adicionales sencillas aparece en el intervalo de longitudes de onda más largo entre 4 y 6 Å.

El comportamiento del molibdeno como emisor es típico de todos los elementos que tienen números atómicos superiores a 23; esto es, los espectros de líneas de rayos X consisten en dos series de líneas. El grupo de longitud de onda más corta se llama serie K y la otra serie L. Los elementos con números atómicos inferiores a 23 dan sólo la serie K.

Los espectros de líneas de rayos X son el resultado de transiciones electrónicas que implican a los orbitales atómicos más internos. Las series K de longitud de onda más corta se producen cuando los electrones de más energía que provienen del cátodo arrancan electrones de los orbitales más cercanos al núcleo del átomo del blanco. La colisión da lugar a la formación de iones excitados, los cuales entonces emiten cuantos de radiación X cuando los electrones de los orbitales externos sufren transiciones hacia el orbital vacío.

ii. Absorción de rayos X

Cuando un haz de rayos X se hace pasar a través de una fina película de materia, su intensidad o potencia generalmente disminuye como consecuencia de la absorción y la dispersión. El efecto de la dispersión para todos los elementos

excepto los más ligeros es normalmente pequeño, y se puede despreciar en aquellas regiones de longitud de onda donde tiene lugar una absorción apreciable. el Espectro de absorción de un elemento es sencillo y consiste en unos pocos picos de absorción bien definidos. Aquí otra vez, las longitudes de onda de los picos son características del elemento y son independientes en gran parte de su estado químico.

Una peculiaridad de los espectros de absorción de rayos X es la aparición de unas discontinuidades agudas, llamadas discontinuidades de absorción, a longitudes de onda ligeramente superiores del máximo de absorción.

El proceso de absorción. La absorción de un fotón de rayos X produce la expulsión de uno de los electrones más internos de un átomo y la consecuente producción de un ion excitado. En este proceso, la energía total $h\nu$ de la radiación se divide entre la energía cinética del electrón (el fotoelectrón) y la energía potencial del ion excitado. La probabilidad más alta de absorción tiene lugar cuando la energía del fotón es exactamente igual a la energía necesaria para llevar un electrón justo a la periferia del átomo, es decir, la energía cinética se acerca a cero para el electrón expulsado.

El coeficiente de absorción másico. La ley de Beer es aplicable a los procesos de absorción de rayos X:

$$\log \frac{P_0}{P} = \mu_M \rho X$$

Donde P es la potencia de la radiación emitida y P_0 la potencia de la radiación incidente, ρ es la densidad de la muestra y μ_M es el coeficiente de absorción másico. Esta manera de escribir la ley de Beer es conveniente porque μ_M es un parámetro independiente de los estados físico y químico del elemento (así, el valor para el bromo será el mismo para el HBr gaseoso que para el bromato de sodio sólido).

iii. Fluorescencia de rayos X

La absorción de rayos X produce iones excitados electrónicamente que pueden volver a su estado fundamental mediante transiciones que implican a los electrones

de los niveles de energía más altos. Así, cuando el plomo absorbe radiación de longitudes de onda más corta que 0.14 \AA se produce un ión excitado con una capa vacante K. Después de un breve período, el ion vuelve a su estado fundamental a través de una serie de transiciones electrónicas caracterizadas por la emisión de radiación X (fluorescencia) de longitudes de onda idénticas a las que resultan de la excitación producida por bombardeo de electrones. Sin embargo, las longitudes de onda de las líneas fluorescentes son siempre algo mayores que la longitud de onda correspondiente a una discontinuidad de absorción, ya que la absorción requiere la expulsión completa del electrón (ionización), mientras que la emisión implica transiciones de un electrón desde un nivel de energía superior dentro del átomo.

Difracción de rayos X

La interacción entre el vector eléctrico de la radiación X y los electrones de la materia por la que pasa da lugar a una dispersión de los rayos. Cuando los rayos X son dispersados por el entorno ordenado de un cristal, tienen lugar interferencias (tanto constructivas como destructivas) entre los rayos dispersados, ya que las distancias entre los centros de dispersión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de la radiación. El resultado es la difracción.

La ley de Bragg. Cuando un rayo X alcanza la superficie de un cristal a cualquier ángulo θ , una porción es dispersada por la capa de átomos de la superficie. La porción no dispersada penetra en la segunda capa de átomos donde otra vez una fracción es dispersada y la que queda pasa a la tercera capa. El efecto acumulativo de esta dispersión desde los centros regularmente espaciados del cristal es la difracción del haz.

En la ley de Bragg, un haz estrecho de radiación choca con la superficie del cristal con un ángulo de incidencia θ , y la dispersión tiene lugar como consecuencia de la interacción de la radiación con los átomos localizados en O, P y R.

Si se cumple que la distancia $AP + PC = n\lambda$, donde n es un entero, la radiación dispersada estará en fase en OCD y el cristal parecerá reflejar la radiación X. Se puede observar también que $AP = PC = d \sin \theta$, donde d es la distancia interplanar

del cristal. Así pues, las condiciones para una interferencia constructiva del haz con ángulo θ son las que cumplen la ecuación de Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

iv. Emisión de electrones por radiación X

Un átomo o molécula, cuando es sometido a bombardeo con un haz de rayos X de alta energía, produce una emisión de electrones a partir de los niveles internos de los átomos de la muestra. Todos aquellos electrones cuyas energías de enlace sean inferiores a la energía contenida en los rayos X de excitación serán desalojados de la muestra. Las energías de enlace de electrones internos, E_b , se pueden calcular con el uso de la siguiente expresión:

$$E_b = h\nu - E_k - \Phi$$

donde E_k , es el valor de la energía cinética de los fotoelectrones emitidos, $h\nu$ es la energía de la radiación X incidente y Φ un factor corrector del entorno electrostático del electrón. Las energías de enlace definen sin ambigüedad a cada átomo específico.

v. Emisión de electrones Auger

Permite medir los electrones emitidos desde una superficie cuando la emisión es inducida mediante bombardeo electrónico. El primer paso lo constituye la ionización de un nivel atómico interno por un electrón primario. Una vez ionizado el átomo, éste debe relajarse emitiendo un fotón (radiación X) o un electrón (proceso Auger no radiatorio). Una transición Auger KLL significa que un electrón del nivel K experimenta la ionización inicial. Un electrón del nivel L se mueve para llenar la vacante del nivel K y, al mismo tiempo, cede la energía de esa transición (L a K) a otro electrón del nivel L, el cual se convierte en el electrón Auger emitido como emisión electrónica secundaria. Otras emisiones de electrones Auger se originan de transiciones LMM y MNN. La energía del electrón emitido es función única de los niveles energéticos atómicos implicados en la transición Auger, por lo que resultan

característicos del átomo del cual proceden. Existe una energía umbral relacionada con la energía de la transición, y el utilizar una energía primaria cinco o seis veces superior a la energía Auger permite alcanzar el máximo en la sensibilidad de esa transición particular. Todos los elementos, excepto el hidrógeno y el helio, producen picos Auger. La mayoría de los elementos presentan más de un pico Auger intenso, de modo que el registro del espectro de las energías de los electrones Auger liberados desde cualquier superficie permite realizar un análisis químico.

vi. Componentes de los instrumentos

La absorción, emisión, fluorescencia y difracción de los rayos X tienen aplicación en química analítica. Los instrumentos que se usan en estas aplicaciones están constituidos por componentes cuyas funciones son análogas a las de los que se emplean en las mediciones en espectroscopía óptica. Entre los componentes están una fuente, un dispositivo encargado de limitar los valores de longitud de onda de la radiación incidente, un portamuestras, un detector de radiación o transductor, un procesador de la señal y un sistema de lectura. Los detalles de estos componentes son muy distintos de sus homólogos ópticos pero sus funciones son las mismas. Como sucede con los instrumentos ópticos, tanto los fotómetros de rayos X como los espectrofotómetros, los primeros con filtros y los segundos con monocromadores, tienen la capacidad de transmitir radiación de la longitud de onda deseada a partir de la fuente. Además, se dispone de un tercer método para obtener información de ciertas partes de un espectro de rayos X. En este caso, la separación se logra en forma electrónica con dispositivos que discriminan entre varias partes de un espectro con base en la energía y no en la longitud de onda de la radiación. Por consiguiente, los instrumentos de rayos X se describen a menudo como instrumentos que dispersan la longitud de onda o instrumentos que dispersan la energía, lo cual depende del método mediante el cual descompongan el espectro.

3.1.2.3 Cromatografía de gases y de líquidos

La cromatografía es un potente método de separación que tiene aplicación en todas las ramas de la ciencia. La técnica fue inventada y denominada así por el botánico ruso Mikhail Tswett a principios del siglo XX. Él la utilizaba para separar varios pigmentos vegetales, como clorofilas y xantofilas, haciendo pasar soluciones de estos compuestos a través de una columna de vidrio rellena con carbonato de calcio finamente dividido. Las especies separadas aparecían como bandas coloreadas en la columna, lo que justifica el nombre que eligió para el método (del griego chroma que significa “color”, y graphein que significa “escribir”).

Las aplicaciones de la cromatografía han aumentado en forma explosiva en los últimos cincuenta años debido no sólo al perfeccionamiento de nuevos y diversos tipos de técnicas cromatográficas, sino también a las necesidades crecientes de los científicos de mejores métodos para la caracterización de mezclas complejas.

La cromatografía agrupa un conjunto importante y diverso de métodos que facilitan la separación, identificación y determinación de componentes estrechamente relacionados en mezclas complejas; muchas de dichas separaciones son imposibles por otros medios. En todas las separaciones cromatográficas la muestra se disuelve con una fase móvil que puede ser un gas, un líquido o un fluido supercrítico, la cual se hace pasar a través de una fase estacionaria inmisible fija en una columna o en una superficie sólida. Las dos fases se eligen de tal forma que los componentes de la muestra se distribuyen en grados distintos entre la fase móvil y la fase estacionaria. Aquellos componentes que son fuertemente retenidos por la fase estacionaria se mueven con mucha lentitud con el flujo de la fase móvil. En cambio, los componentes unidos débilmente a la fase estacionaria se mueven con rapidez. Como consecuencia de las distintas velocidades de migración, los componentes de la muestra se separan en bandas o zonas distintas que se pueden analizar en forma cualitativa y cuantitativa. (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

Los métodos cromatográficos se pueden clasificar de dos maneras:

1. La primera de ellas se basa en los medios físicos por medio de los cuales las fases estacionaria y móvil se ponen en contacto.
 - a) Cromatografía en columna: en la cromatografía en columna un tubo estrecho contiene la fase estacionaria a través de la cual la fase móvil se fuerza a pasar por presión.
 - b) Cromatografía en plano: en la cromatografía de plano la fase estacionaria se fija sobre una placa plana o en los espacios de un papel, en este caso la fase móvil se desplaza a través de la fase estacionaria por capilaridad o por gravedad.
2. La segunda es una clasificación más fundamental de los métodos cromatográficos se basa en los tipos de fases móviles y estacionarias, y en la clase de equilibrios involucrados en la transferencia de los solutos entre las fases.
 - a) Cromatografía de gases (CG),
 - b) Cromatografía de líquidos (CL)
 - c) Cromatografía de fluidos supercríticos (CFS)

Tabla 3. 9 Clasificación de los métodos cromatográficos según tipo de equilibrio.

Clasificación general	Método específico	Fase estacionaria	Tipo de equilibrio
Cromatografía de gases (CG)	Cromatografía gas-líquido (CGL)	Líquido absorbido o unido a una superficie sólida	Distribución entre un gas y un líquido
	Gas-sólido	Sólido	Adsorción
Cromatografía de líquidos (CL)	Líquido-líquido, o reparto	Líquido absorbido o unido a una superficie sólida	Distribución entre líquidos inmiscibles
	Líquido-sólido, o adsorción	Sólido	Adsorción
	Intercambio de iones	Resina de intercambio iónico	Intercambio iónico

Continúa...

Tabla 3. 9 Clasificación de los métodos cromatográficos según tipo de equilibrio (Continuación).

Cromatografía de líquidos (CL)	Exclusión por tamaño	Líquido en los intersticios de un sólido polímero	Distribución-exclusión
	Afinidad	Grupo de líquidos específicos unido a una superficie sólida	Distribución entre el líquido de la superficie y el líquido móvil
Cromatografía de fluidos supercríticos (CFS; fase móvil: fluido supercrítico)		Especies orgánicas enlazadas a una superficie sólida	Distribución entre el fluido supercrítico y la superficie enlazada

Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

a) Cromatografía de gases

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) establece que en cromatografía de gases los componentes de una muestra vaporizada se separan como consecuencia de que se reparten entre una fase gaseosa y una fase estacionaria contenida en una columna. Al efectuar una separación cromatográfica de gases, la muestra se vaporiza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución se lleva a cabo mediante el flujo de una fase móvil de gas inerte. A diferencia de la mayoría de los otros tipos de cromatografía, la fase móvil no interactúa con las moléculas del analito; su única función es transportar este último a través de la columna.

Existen dos tipos de cromatografía de gases: la cromatografía gas-líquido (CGL) y la cromatografía gas-sólido (CGS).

i. Cromatografía gas-liquido (CGL)

En la cromatografía gas-líquido el analito se divide entre una fase móvil gaseosa y una fase líquida inmovilizada sobre la superficie de un relleno sólido inerte o en las paredes de un tubo capilar. El concepto de cromatografía gas-líquido fue enunciado por primera vez en 1941 por Martin y Synge, quienes también perfeccionaron la cromatografía de distribución líquido-líquido.

Sin embargo, tuvo que pasar más de una década antes de que la importancia de la cromatografía gas-líquido se demostrara en forma experimental y la técnica se empezara a utilizar en forma rutinaria como herramienta de laboratorio. En 1955 apareció en el mercado el primer aparato comercial para cromatografía gas-líquido. Desde entonces, sus aplicaciones han crecido de una forma espectacular. En la actualidad hay casi un millón de cromatógrafos en todo el mundo.

a. Instrumentos para la cromatografía gas-líquido

Los instrumentos de cromatografía de gases que han aparecido en el mercado presentan muchos cambios y mejoras desde su introducción en el comercio. A continuación, se presenta un diagrama de bloques de un cromatógrafo de gases típico.

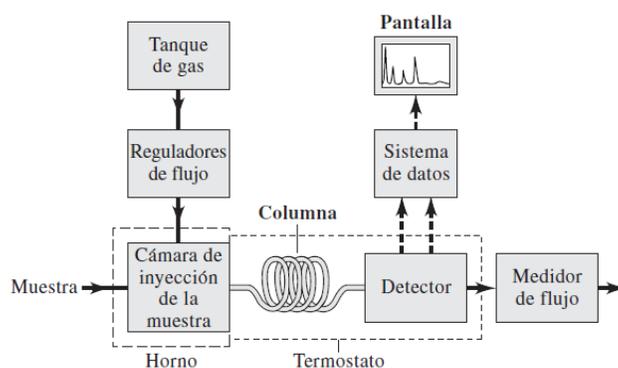


Figura 3. 11 Diagrama de bloques de un cromatógrafo de gases. Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

Los componentes básicos de un instrumento característico para cromatografía de gases se describen a continuación:

b. Sistema de gas portador

En la cromatografía de gases la fase móvil se llama gas portador y debe ser químicamente inerte. El helio es el gas para fase móvil más común, pero también se usan argón, nitrógeno e hidrógeno. Estos gases se surten en recipientes a presión. Se requieren reguladores de presión, manómetros y medidores de flujo

para controlar la corriente del gas. Además, el sistema del gas portador contiene a menudo un tamiz molecular para eliminar el agua y otras impurezas.

Los flujos se controlan mediante un regulador de presión de dos etapas colocado en el cilindro de gas y algún tipo de regulador de presión o de flujo instalado en el cromatógrafo. Las presiones de entrada normalmente oscilan entre 10 y 50 psi (lb/in²) por encima de la presión del entorno, lo que ocasiona flujos de 25 a 150 mL/min con columnas empacadas y de 1 a 25 mL/min en las columnas de capilares tubulares. Por lo general se supone que los flujos son constantes si la presión de entrada permanece constante.

c. Sistemas de inyección de la muestra

Con el fin de tener una alta eficiencia de la columna se requiere que la muestra sea de un tamaño adecuado y que se introduzca como un “tapón” de vapor; la inyección lenta o muestras demasiado grandes causan dispersión de las bandas y una mala resolución.

En el caso de las columnas analíticas rellenas ordinarias, el tamaño de la muestra varía desde unas pocas décimas de microlitro a 20 μ L. Las columnas capilares requieren muestras menores por un factor de 100 o más. En estos casos se emplea un sistema divisor de la muestra que permite entregar una pequeña fracción conocida (1:50 a 1 :500) de la muestra inyectada y el resto se desecha.

En la cromatografía de gases con capilares también hay inyectores en la columna, con las cuales la muestra entera se inyecta en la columna como líquido que luego se vaporiza al programar la temperatura de la columna o de la entrada. En este caso, el analito se separa del solvente por efectos térmicos y del mismo solvente.

d. Configuraciones de columna y hornos para la columna

En cromatografía de gases se usan dos tipos generales de columnas, las empacadas y las tubulares abiertas o capilares. Antes, la mayor parte de los estudios cromatográficos de gases se ejecutaba con columnas empacadas. En la mayoría de aplicaciones actuales, las columnas empacadas dejaron paso a las columnas capilares, más eficaces y rápidas.

Las columnas cromatográficas empacadas varían desde 1 m hasta 5 m de longitud, y las columnas capilares varían de pocos metros hasta 100 m. Están construidas con sílice fundida o con acero inoxidable, pero también se usa el vidrio o el Teflón. A fin de poder colocarse en el interior de un horno con temperatura controlada, se les da la forma de helicoides con diámetros de 10 a 30 cm.

La temperatura de la columna es una variable importante que se tiene que regular hasta unas décimas de grado en el caso de un trabajo preciso. Por consiguiente, la columna se suele alojar dentro de un horno con temperatura controlada. La temperatura óptima de la columna depende del punto de ebullición de la muestra y del grado de separación requerido. En la práctica, con una temperatura igual o ligeramente superior al punto de ebullición promedio de la muestra se obtiene un tiempo de elución razonable (2 a 30 min). Para muestras cuya temperatura de ebullición varía ampliamente, lo mejor es aplicar una programación de temperatura, con la cual se aumenta la temperatura de la columna en forma continua o por etapas a medida que avanza la separación.

e. Sistemas de detección

Durante las separaciones mediante cromatografía de gases se han investigado y utilizado docenas de detectores. A continuación, se describen las características ideales del detector para la cromatografía de gases:

- Sensibilidad adecuada. Justo lo que constituye una adecuada sensibilidad no puede evaluarse de forma cuantitativa.
- Buena estabilidad y reproductibilidad.
- Respuesta lineal para los solutos que se extienda a varios órdenes de magnitud.
- Intervalo de temperaturas desde la temperatura ambiente hasta al menos 400 °C.
- Tiempo de respuesta corto independiente de la tasa de flujo
- Alta confiabilidad y manejo sencillo. El detector debería estar a prueba de la impericia de operadores inexpertos, si es posible.

- Respuesta semejante para todos los solutos o, por el contrario, una respuesta selectiva y altamente predecible para uno o más tipos de solutos.
- No debe destruir la muestra.

Por desgracia, no hay un detector que reúna todas estas características. Algunos de los detectores más comunes son los que se mencionan en la Tabla 3.10.

Tabla 3. 10 Detectores característicos para cromatografía de gases.

Tipo	Muestras aplicables	Limite característico de detección
Ionización por llama	Hidrocarburos	1 pg/s
Conductividad térmica	Detector universal	500 pg/mL
Captura de electrones	Compuestos halogenados	5 fg/s
Espectrómetro de masas (EM)	Sintonizable para cualquier especie	0.25 a 100 pg
Termoiónico	Nitrógeno y compuestos de fosforo	0.1 pg/s(P), 1 pg/s (N)
Conductividad electrolítica (Hall)	Compuestos que contienen halógenos, azufre o nitrógeno	0.5 pg Cl/s, 2 pg S/s, 4 pg N/s
Fotoionización	Compuestos ionizados mediante radiación UV	2 pg C/s
Infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR)	Compuestos orgánicos	0.2 a 40 ng

Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

f. Columnas tubulares abiertas para cromatografía de gases

Las columnas tubulares o columnas capilares son de dos tipos básicos, a saber, columnas tubulares abiertas de pared revestida (WCOT) y columnas tubulares abiertas revestidas con soporte (SCOT). Las primeras son simplemente capilares cuya pared interna está revestida con una fina capa de fase estacionaria. En las segundas la superficie interna del capilar está cubierta con una capa delgada (30 μm) de un material de soporte, tal como tierra de diatomeas. Este tipo de columna contiene varias veces la fase estacionaria que tiene una columna de pared revestida y, por tanto, posee mayor capacidad para la muestra. En general, la efectividad de una columna SCOT es menor que la de una columna WCOT, pero en gran medida superior a la de una columna empacada.

g. Columnas empacadas para cromatografía de gases

Las columnas empacadas modernas se fabrican con tubos de vidrio o de metal; por lo regular, miden de 2 a 3 m de largo y su diámetro interior es de 2 a 4 mm. Estos tubos se rellenan densamente con un material finamente dividido y homogéneo, que es el soporte sólido, cubierto con una capa delgada de 0.05 a 1 μm de fase estacionaria líquida. En general, los tubos se configuran en forma helicoidal con un diámetro aproximado de unos 15 cm con el objetivo de facilitar el control de la temperatura en un horno.

h. Fase estacionaria

Entre las propiedades deseables para una fase líquida inmovilizada en una columna cromatográfica gas-líquido están:

- 1) baja volatilidad (idealmente, el punto de ebullición del líquido debe ser al menos 100 °C mayor que la temperatura de trabajo máxima de la columna)
- 2) estabilidad térmica
- 3) químicamente inerte
- 4) características de solvente tales que los valores de k y α de los solutos por resolver estén dentro de un intervalo satisfactorio.

Durante el perfeccionamiento de la cromatografía gas-líquido se ha propuesto un número incontable de solventes como fases estacionarias. Por ahora, menos de una docena se usa de manera ordinaria. La elección apropiada de la fase estacionaria es a menudo decisiva para el éxito de la separación.

i. Clasificación de la fase estacionaria

Se han publicado muchos esquemas diferentes para clasificar las fases estacionarias y así simplificar su elección. La mayoría de ellos se basa en sondas de soluto que prueban interacciones específicas entre el soluto y la fase líquida al medir las características de retención del soluto.

Tabla 3. 11 Fases estacionarias líquidas comunes en cromatografía gas-líquido.

Fase estacionaria	Nombre comercial común	Temperatura máxima, °C	Aplicaciones comunes
Polidimetilsiloxano	OV-1, SE-30	350	Fase no polar de uso general, hidrocarburos, aromáticos, polinucleares, esteroides, bifenilos policlorados
Fenil-polidimetilsiloxano 5%	OV-3, SE-52	350	Esteres metílicos de ácidos grasos, alcaloides, fármacos, compuestos halogenados
Fenil-polidimetiloxano, 50%	OV-17	250	Fármacos, esteroides, plaguicidas, glicoles
Trifluoropropil-polidimetilsiloxano, 50%	OV-210	200	Aromáticos clorados, nitroaromáticos, bencenos alquilsustituídos
Polietilenglicol	Carbowax 20M	250	Ácidos libres, alcoholes, éteres, aceites esenciales, glicoles
Cianopropil-polidimetilsiloxano, 50%	OV-275	240	Ácidos grasos poliinsaturados, ácidos de la colofonia, ácidos libres, alcoholes

Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

j. Aplicaciones de la cromatografía de gases análisis cualitativo

Los cromatogramas de gases se utilizan extensamente para determinar la pureza de compuestos orgánicos. La aparición de picos adicionales revela que hay contaminantes presentes y las áreas bajo estos picos proporcionan un cálculo aproximado del grado de contaminación. Dichas áreas son sólo cálculos aproximados porque componentes diferentes podrían tener factores de respuesta del detector ampliamente distintos. Las técnicas de la cromatografía de gases también son útiles para evaluar la efectividad de los procedimientos de purificación.

k. Aplicaciones de la cromatografía de gases análisis cuantitativo

La altura del pico o el área bajo el pico de un producto de elución en una columna cromatográfica se utilizan ampliamente en los análisis cuantitativos o semicuantitativos. En condiciones muy bien controladas se puede alcanzar una

exactitud (relativa) de 1% con el método del patrón externo o interno. Como con la mayoría de las técnicas analíticas, la confiabilidad se relaciona directamente con el control de las variables; la exactitud también depende en parte de la naturaleza de la muestra.

ii. **Cromatografía de gas- sólido (CGS).**

Esta técnica se basa en la adsorción de sustancias gaseosas sobre superficies sólidas. Las constantes de distribución son por lo general mucho mayores que en el caso de la cromatografía gas-líquido. Por consiguiente, la cromatografía gas-sólido es útil para la separación de especies que no se retienen en columnas de gas-líquido, como los componentes del aire, sulfuro de hidrógeno, disulfuro de carbono, óxidos de nitrógeno, monóxido de carbono, dióxido de carbono y gases nobles.

La cromatografía gas-sólido se lleva a cabo tanto en columnas de relleno como en columnas tubulares abiertas. En estas últimas se fija una capa delgada del adsorbente en las paredes del capilar. A veces estas columnas reciben el nombre de columnas tubulares abiertas de capa porosa (TACP).

a. **Tamices moleculares**

Los tamices moleculares son intercambiadores de iones de silicato de aluminio cuyo tamaño de poro depende del tipo de catión presente. Las preparaciones comerciales de estos materiales están disponibles en tamaños de partícula desde malla 40 a 60 hasta malla 100 a 120. Los tamices se clasifican de acuerdo con el diámetro máximo de las moléculas que pueden pasar por los poros. Los tamices moleculares comerciales poseen tamaños de poro de 4, 5, 10 y 13 Å. Las moléculas menores a las dimensiones anteriores entran en las partículas donde tiene lugar la adsorción. En el caso de estas moléculas, el área superficial disponible es enorme si se le compara con el área disponible para las moléculas más grandes. Por tanto, los tamices moleculares se utilizan para separar las moléculas pequeñas de las grandes. Por ejemplo, un relleno de 5 Å y 183 cm de largo, a temperatura ambiente,

separará con facilidad una mezcla de helio, oxígeno, nitrógeno, metano y monóxido de carbono en este orden.

b. Polímeros porosos

Las bolitas de polímeros porosos de tamaño uniforme se fabrican con estireno entrelazado o polimerizado con divinilbenceno. El tamaño de poro en estas bolitas es uniforme y se controla por el grado de entrelazamiento. Los polímeros porosos se utilizan en la separación de especies polares gaseosas como sulfuro de hidrógeno, óxidos de nitrógeno, agua, dióxido de carbono, metanol y cloruro de vinilo.

b) Cromatografía de líquidos

(Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008) afirma que en el inicio de la cromatografía de líquidos (LC), ésta se llevaba a cabo en columnas de vidrio con diámetros de 10 a 50 mm. Las longitudes rellenas de la columna eran de 50 a 500 cm de partículas sólidas cubiertas con un líquido adsorbido que formaba la fase estacionaria. Para asegurar tasas de flujo razonables a través de este tipo de fase estacionaria, las dimensiones de las partículas sólidas se mantenían en más de 150 a 200 μm . Incluso así, las tasas de flujo eran bajas, de un máximo de unas pocas décimas de mililitro por minuto. Por consiguiente, los tiempos de separación eran largos, a menudo de varias horas. Los intentos para acelerar el procedimiento clásico mediante la aplicación de vacío o por bombeo no resultaron efectivos, puesto que el aumento en la tasa de flujo originaba un aumento de la altura de plato por encima del mínimo característico que se observa en las gráficas de altura de plato contra tasa de flujo y el resultado era una menor eficiencia.

En las primeras etapas de desarrollo de la cromatografía de líquidos, los científicos se dieron cuenta de que podían conseguir aumentar en forma notable la eficiencia de la columna al disminuir el tamaño de las partículas del empaque. Sin embargo, fue apenas a finales de los años sesenta cuando se perfeccionó la técnica adecuada para producir y utilizar empaques de tamaño de partícula tan pequeños como del orden de 3 a 10 μm . Esta técnica requería instrumentos complejos para poder

trabajar a altas presiones, lo que contrasta de manera notable con las sencillas columnas de vidrio de la cromatografía de líquidos clásica cuyo flujo se debía a la gravedad. Para diferenciar estos procedimientos más nuevos de los métodos originales de flujo por gravedad se empleó en un principio la denominación de cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC, por sus siglas en inglés). En la actualidad, toda la cromatografía de líquidos se efectúa con flujo presurizado y se utilizan las siglas LC o HPLC sin distinción.

i. Campo de aplicación de la cromatografía de líquidos de alta resolución

La cromatografía de líquidos es la técnica analítica de separación más ampliamente utilizada. Las razones de su popularidad son su sensibilidad, su fácil adaptación a las determinaciones cuantitativas exactas, su idoneidad para automatizarla, su capacidad para separar especies no volátiles o termolábiles, pero, sobre todo, su amplia aplicabilidad a sustancias que son importantes en la industria, muchos campos de la ciencia y para la sociedad en general. Algunos ejemplos de estos materiales son aminoácidos, proteínas, ácidos nucleicos, hidrocarburos, carbohidratos, fármacos, terpenoides, plaguicidas, antibióticos, esteroides, especies órgano metálicas y una variedad de sustancias inorgánicas.

ii. Eficiencia de la columna en la cromatografía de líquidos.

Se presenta el importante efecto del tamaño de las partículas del relleno que forma la fase estacionaria y se describen otras dos causas de la dispersión de zona, que a veces son de importancia notable en la cromatografía de líquidos.

iii. Efectos del tamaño de las partículas del relleno.

Un examen del coeficiente de transferencia de masa de la fase móvil revela que C_M está relacionado directamente con el cuadrado del diámetro d_p de las partículas que constituyen el relleno. Como consecuencia de ello, la efectividad de una columna de LC debería mejorar de manera espectacular a medida que disminuye el tamaño de partícula. La figura 3.12 es una demostración experimental del efecto y en ella

se observa que una reducción del tamaño de partícula de 45 a 6 μm origina una disminución de 10 o más veces en la altura de plato.

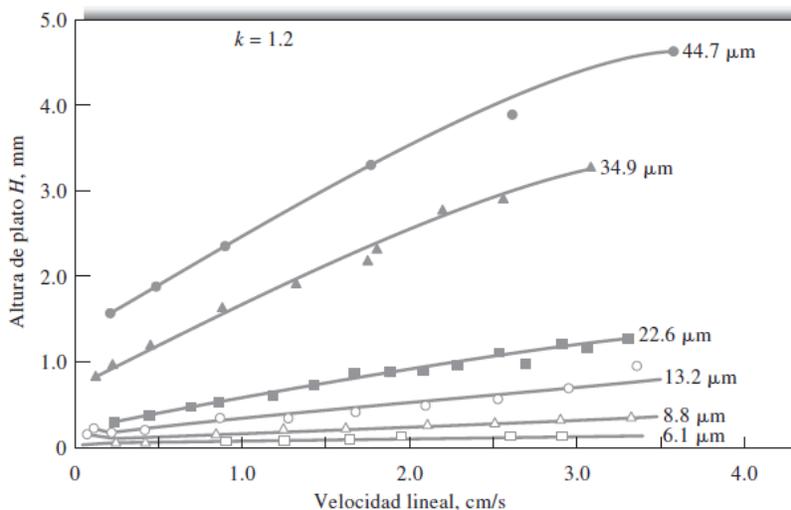


Figura 3. 12 Efecto del tamaño de las partículas del relleno y de la tasa de flujo sobre la altura de plato H . Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

Dimensiones de la columna: 30 cm X 2.4 mm. Soluto: N,N_-dietil-p-aminoazobenceno. Fase móvil: mezcla de hexano, cloruro de metileno y alcohol isopropílico.

iv. Ensanchamiento de banda extracolumna en cromatografía de líquidos.

En la cromatografía de líquidos a veces tiene lugar un ensanchamiento de banda significativo fuera del relleno de la columna propiamente dicho. Este ensanchamiento de banda extracolumna se presenta cuando el soluto se transporta a través de tubos abiertos como los que se utilizan en los sistemas de inyección, en la región de los detectores y en los tubos que conectan los distintos componentes del sistema. El ensanchamiento proviene de diferencias en las tasas de flujo de las capas de líquido adyacentes a las paredes del tubo y de las capas del centro. Como consecuencia, la parte central de una banda de soluto se mueve con más rapidez que la periférica. En cromatografía de gases la difusión compensa con creces la dispersión extracolumna. Sin embargo, en los líquidos la difusión es significativamente menor y, con frecuencia, este tipo de ensanchamiento de banda

es evidente. Se ha demostrado que la contribución de los efectos extracolumna a la altura total de plato H_{ex} está dada por:

$$H_{ex} = \frac{\pi r^2 u}{24 D_M}$$

Donde u es la velocidad del flujo lineal en (cm/s), r es el radio del tubo en cm y D_M es el coeficiente de difusión del soluto en la fase móvil en (cm²/s).

v. Instrumentos para cromatografía de líquidos

Con el objetivo de alcanzar flujos razonables con rellenos de tamaño de partícula de entre 3 y 10 μm , que por otra parte son comunes en la cromatografía de líquidos moderna, se requieren presiones de bombeo de varios cientos de atmósferas. Debido a estas presiones elevadas, el equipo necesario para la cromatografía de líquidos de alta resolución tiende a ser más complejo y caro que el que se utiliza en otros tipos de cromatografía.

vi. Recipientes para la fase móvil y sistemas para el tratamiento del solvente

Un aparato moderno para cromatografía de líquidos está equipado con uno o más recipientes de vidrio, cada uno de los cuales contiene 500 mL o más de un solvente. A menudo están equipados con un sistema para eliminar los gases disueltos y el polvo de los líquidos. Los gases disueltos ocasionan flujos inestables y ensanchamiento de bandas; además, las burbujas y el polvo interfieren con el funcionamiento de la mayoría de los detectores. Los desgasificadores pueden consistir en un sistema de bombeo por vacío, un sistema de destilación, un dispositivo para calentar y agitar los solventes o bien, como sistemas de purga que permiten arrastrar los gases disueltos fuera de la solución mediante finas burbujas de un gas inerte insoluble en la fase móvil.

vii. Sistemas de bombeo

Entre los requisitos para las bombas en cromatografía de líquidos está:

- 1) la generación de presiones de hasta 6000 psi (lb/in.2) o 414 bares
- 2) salida libre de pulsos,
- 3) tasas de flujo de 0.1 a 10mL/min
- 4) reproducibilidad del flujo de 0.5% relativo o mejor
- 5) componentes resistentes a la corrosión a causa de la diversidad de solventes.

Debe subrayarse que las presiones elevadas que generan las bombas de cromatografía de líquidos no constituyen un riesgo de explosión, porque los líquidos no son muy compresibles. Por tanto, la rotura de un componente del sistema sólo supone una pérdida de solvente. Lo que sí es evidente es que ésta puede representar un riesgo de incendio o de contaminación del ambiente.

viii. Sistemas de inyección de muestra

El factor limitante en la precisión de las mediciones en cromatografía de líquidos es la reproductibilidad con que se pueden introducir las muestras en el relleno de la columna. El problema se acentúa por el ensanchamiento de banda que acompaña al tapón o sobrecarga de inyección. Por consiguiente, los volúmenes de muestra que se emplean tienen que ser muy pequeños, de unas pocas décimas de microlitro hasta quizá unos 500 μL . Además, lo apropiado es introducir la muestra sin despresurizar el sistema.

El medio que más se usa para la introducción de las muestras en la cromatografía de líquidos se basa en los rizados de muestreo. Con frecuencia, estos dispositivos forman parte del equipo cromatográfico y hay rizados intercambiables que permiten la elección de tamaños de muestra desde 1 hasta 100 μL o más. Con rizados de este tipo se puede introducir la muestra a presiones de hasta 7000 psi con una desviación estándar relativa de unas décimas porcentuales. La mayor parte de los cromatógrafos actuales se venden con autoinyectores. Dichas unidades tienen la capacidad de inyectar muestras en el cromatógrafo de líquidos a partir de frascos que están en un carrusel o desde placas microtituladoras. Por lo regular, contienen

rizos de muestreo y una bomba de jeringa para inyectar volúmenes desde menos de 1 μL hasta más de 1 mL.

ix. Columnas para cromatografía de líquidos de alta resolución

Las columnas para esta técnica se construyen de ordinario con tubo de acero inoxidable de diámetro interno uniforme. Algunas ocasiones las columnas para cromatografía de líquidos de alta resolución se fabrican con tubos de vidrio de paredes resistentes o con polímeros como el polieteretercetona. Además, también hay columnas de acero inoxidable cuyo interior está revestido con vidrio o polieteretercetona. Están disponibles cientos de columnas de diversos precios y rellenos.

x. Tipos de rellenos de la columna

En cromatografía de líquidos se utilizan dos tipos básicos de rellenos, pelicular y de partícula porosa. Las partículas peliculares originales eran cuentas esféricas de vidrio o de polímero no porosas cuyos diámetros característicos eran de 30 a 40 μm . En la superficie de éstas se depositaba una fina capa porosa de sílice, de alúmina o de una resina sintética de poliestireno-divinilbenceno, o bien, una resina de intercambio iónico. Las micropartículas porosas reemplazaron por completo a las partículas peliculares. En los años recientes se han reintroducido rellenos peliculares de (5 μm) para separar proteínas y biomoléculas grandes. Los rellenos de partículas porosas característicos para cromatografía de líquidos están formados por micropartículas porosas cuyos diámetros varían entre 3 y 10 μm ; para un tamaño de partícula dado es deseable tener una distribución muy estrecha de dimensiones de partícula. Las partículas son de sílice, alúmina, de una resina sintética de poliestireno-divinilbenceno o resinas de intercambio iónico. La sílice es el material de relleno más común en cromatografía de líquidos; las partículas se preparan aglutinando partículas de sílice de dimensiones inferiores al micrómetro en condiciones tales que se forman partículas mayores con diámetros muy uniformes. Las partículas que resultan se recubren muchas veces con películas orgánicas que se unen química o físicamente a la superficie. El relleno de las

columnas para modos cromatográficos específicos se estudia más adelante en este capítulo.

xi. Detectores

los detectores de cromatografía de líquidos han sido instrumentos analíticos tradicionales adaptados con celdas de flujo para medir concentraciones bajas de solutos en flujos de líquidos. El problema principal en el mejoramiento de la cromatografía de líquidos es la adaptación y perfeccionamiento de dichos dispositivos.

a. Características del detector ideal

El detector ideal para cromatografía de líquidos debería poseer todas las características que un detector para cromatografía de gases, con excepción de que un detector de cromatografía de líquidos no requiere ser sensible en un intervalo tan grande de temperaturas. Además, un detector de HPLC debe tener un volumen interno mínimo con el fin de reducir el ensanchamiento de banda y ser compatible con el flujo de líquidos.

b. Tipos de detectores

Los detectores para cromatografía de líquidos son de dos tipos básicos. Los detectores basados en una propiedad de la solución son sensibles a una propiedad de la fase móvil, como el índice de refracción, la constante dieléctrica o la densidad, la cual es modulada por la presencia de solutos. En cambio, los detectores basados en una propiedad del soluto responden a alguna de las propiedades de este último, como la absorbancia en el UV, fluorescencia o corriente de difusión, que no son inherentes a la fase móvil.

A continuación, se presenta un diagrama de bloques de un cromatógrafo de líquido, un aparato característico de CLAR.

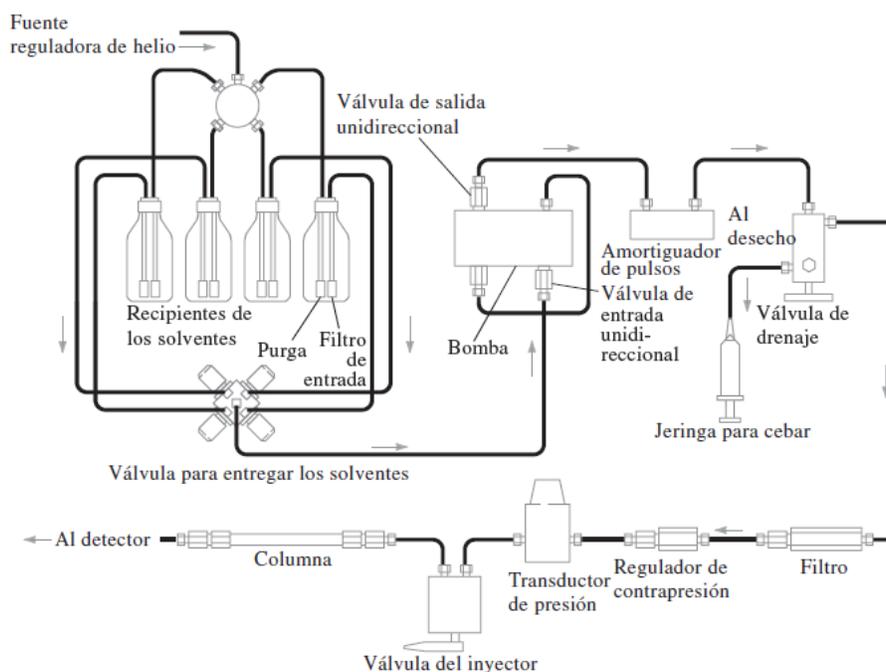


Figura 3. 13 Cromatógrafo líquido, aparato característico de Clar. Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

xii. Tipos de cromatografía de líquido

En varios tipos básicos de cromatografía la fase móvil es un líquido. A menudo, estos tipos se clasifican de acuerdo con el mecanismo de separación o el tipo de fase estacionaria. Entre estos tipos están:

a. Cromatografía de reparto

El tipo de cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC) más ampliamente utilizado es la cromatografía de reparto, en la cual la fase estacionaria es un segundo líquido que es inmisible con la fase líquida móvil. En el pasado, la mayoría de las aplicaciones se refería a compuestos polares, no iónicos, de baja a moderada masa molecular (por lo regular <3000). Sin embargo, recientemente se han desarrollado algunos métodos (derivación y formación de pares iónicos) que han ampliado las separaciones de reparto a los compuestos iónicos. Al principio, en la cromatografía de reparto se utilizaban columnas del tipo líquido-líquido. En la actualidad éstas han sido reemplazadas por columnas de fase líquida unida en los sistemas de cromatografía de líquidos modernos. En la

cromatografía líquido-líquido, éstos se mantienen en su lugar mediante adsorción física. Por otro lado, en la cromatografía de fase unida, están ligados por medio de un enlace iónico, lo que da por resultado rellenos muy estables e insolubles en la fase móvil. Asimismo, las columnas de fase unida son compatibles con las técnicas de elución con gradiente.

Una de las aplicaciones de la cromatografía de reparto es cuando se usan rellenos unidos químicamente en fase inversa junto con solventes muy polares (a menudo acuosos) se aproximan al sistema ideal y universal para la cromatografía de líquidos. Debido a su amplia aplicabilidad, su conveniencia y la facilidad con que pueden modificarse k y α al variar las fases móviles acuosas, estos rellenos se aplican con frecuencia antes que todos los otros en el caso de separaciones de exploración con nuevos tipos de muestras.

Tabla 3. 12 Aplicaciones características de la cromatografía de reparto.

Campo	Mezclas características
Fármacos	Antibióticos, sedantes, esteroides, analgésicos
Bioquímica	Aminoácidos, proteínas, carbohidratos, lípidos
Productos alimenticios	Edulcorantes artificiales, antioxidantes, aflatoxinas, aditivos
Productos de la industria química	Aromáticos condensados, tensoactivos, propulsores, colorantes
Contaminantes	Plaguicidas, herbicidas, fenoles, bifenilos policlorados
Ciencias forenses	Fármacos, venenos, alcohol en sangre, narcóticos
Química clínica	Ácidos biliares, metabolitos de fármacos, extractos de orina, estrógenos

Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

b. Cromatografía de adsorción o cromatografía líquido-sólido

La cromatografía de adsorción, o líquido-sólido, es la forma clásica de cromatografía de líquidos que introdujo Tswett por vez primera a principios del siglo XX. Debido a que hay muchos aspectos iguales entre la cromatografía de reparto en fase normal y la cromatografía de adsorción, muchos de los principios

y las técnicas que se utilizan en la primera se aplican también en la cromatografía de adsorción. De hecho, en muchas separaciones en fase normal, los procesos de adsorción desplazamiento rigen la retención. Las únicas fases estacionarias que se utilizan en la cromatografía de adsorción son la sílice y la alúmina finamente dividida. Se prefiere la sílice para la mayoría de las aplicaciones debido a su mayor capacidad de muestra. Las características de adsorción de las dos sustancias son similares. Con ambas, los tiempos de retención se vuelven más largos a medida que la polaridad del analito aumenta.

c. Cromatografía de intercambio de iones o cromatografía iónica

La cromatografía iónica (IC) se refiere a los métodos modernos y eficientes para separar y determinar iones en columnas con relativamente baja capacidad de intercambio iónico o aniónico. la cromatografía iónica tal como se practica en la actualidad se formuló a mediados de los años setenta cuando se demostró que las mezclas de aniones o de cationes se podían separar en columnas para HPLC rellenas con resinas de intercambio aniónico o de intercambio iónico. Los procesos de intercambio iónico se basan en los equilibrios de intercambio entre los iones de una solución y los iones del mismo signo que están en la superficie de un sólido de elevada masa molecular y esencialmente insoluble.

d. Cromatografía de exclusión por tamaño

La cromatografía de exclusión por tamaño, o de gel, es una técnica muy valiosa que se aplica en particular a especies de elevada masa molecular. Los rellenos para la cromatografía de exclusión por tamaño son pequeñas partículas (10 μ m) de sílice o de polímeros que contienen una red de poros uniforme en los que se pueden difundir las moléculas del soluto y el solvente. Las moléculas quedan atrapadas en los poros y son eliminadas del flujo de la fase móvil. El tiempo de residencia medio en los poros depende del tamaño efectivo de las moléculas del analito. Las que son más grandes que el tamaño medio de los poros del relleno que son excluidas y, por consiguiente, no son retenidas, tales especies son las primeras en ser eluidas. Las moléculas cuyos diámetros son significativamente

menores que los poros pueden penetrar a través de ellos y así pasan mucho tiempo atrapadas; éstas son las últimas en ser eluidas. Entre estos dos extremos están las moléculas de tamaño intermedio cuya penetración media en los poros depende de su diámetro. Dentro de este grupo tiene lugar la división, que está directamente relacionada con las dimensiones de la molécula y, en cierto modo, con la forma molecular. Observe que las separaciones por exclusión por tamaño difieren de los otros procedimientos que se han considerado en que no hay una interacción química o física entre los analitos y la fase estacionaria. De hecho, se procura evitar este tipo de interacciones dado que originan una baja efectividad de la columna. Tenga en cuenta también que, a diferencia de otros tipos de cromatografía, hay un límite superior para el tiempo de retención, ya que ningún analito es retenido más que aquel que atraviesa por completo la fase estacionaria.

e. Cromatografía por afinidad

Para la cromatografía por afinidad se requiere el enlace covalente de un reactivo, llamado ligando por afinidad, con un soporte sólido. Los ligandos por afinidad característicos son anticuerpos, inhibidores de enzimas u otras moléculas que en forma reversible y selectiva se enlazan a las moléculas del analito en la muestra. Cuando esta última pasa por la columna, sólo son retenidas las moléculas que se unen de manera selectiva al ligando por afinidad. Las moléculas que no se unen atraviesan la columna con la fase móvil. Después de que se eliminan las moléculas indeseables, los analitos retenidos pueden ser arrastrados cambiando las condiciones de la fase móvil.

La fase estacionaria para la cromatografía por afinidad es un sólido como la agarosa o cuentas de vidrio poroso en las que el ligando por afinidad está inmovilizado. La fase móvil en la cromatografía por afinidad desempeña dos papeles distintos. Primero, debe soportar el fuerte enlace de las moléculas del analito con el ligando. Segundo, una vez que se han eliminado las especies indeseables, la fase móvil debe debilitar o eliminar la interacción analito-ligando de modo que el analito pueda ser eluido. Con frecuencia se aprovechan los

cambios en el pH o la potencia iónica para modifica las condiciones de elución durante las dos etapas del proceso.

La principal ventaja de la cromatografía por afinidad es que es muy específica. Se utiliza de modo principal para aislar con rapidez biomoléculas durante el trabajo de preparación.

3.1.2.4 Refractómetro. (Pickering, W. , 1980) (Skoog, D., Holler, J., y Crouch, S., 2008)

La refractometría, es una técnica analítica que consiste en la medida del índice de refracción de un líquido con objeto de investigar su composición si se trata de una disolución o de su pureza si es un compuesto único. Poco han variado los refractómetros desde el diseño original de Abbé (1874) y Pulfrich (1887).

Un rayo de luz que pasa oblicuamente desde un medio hacia otro de diferente densidad, cambia su dirección cuando traspasa la superficie. Este cambio en la dirección se denomina refracción. Cuando el segundo medio es más denso que el primero, el rayo se aproxima a la perpendicular trazada sobre la superficie divisoria en el punto de incidencia. La causa fundamental de este cambio en la dirección se debe al cambio en la velocidad de la luz que se hace más lenta cuanto más denso sea el medio por el que pasa el haz. La luz amarilla de la lámpara de sodio disminuye su velocidad desde $3 \times 10^{10} \text{ cm/s}$ en el vacío hasta $2.25 \times 10^{10} \text{ cm/s}$ en el agua. (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

a) Índice de refracción

El índice de refracción es un parámetro propio de cada medio que indica el comportamiento de la luz al atravesarlo y este se obtiene por el cociente de la velocidad de la luz en el vacío y la velocidad de la luz en el medio cuyo índice se calcula. Se simboliza con la letra n y se trata de un valor adimensional.

El ángulo formado entre el rayo en el primer medio y la perpendicular se llama ángulo de incidencia, θ_1 , mientras que el correspondiente ángulo en el segundo medio se denomina ángulo de refracción, θ_2 . El índice de refracción, n_{1-2} , es la

razón entre las velocidades de la luz en ambos medios. (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

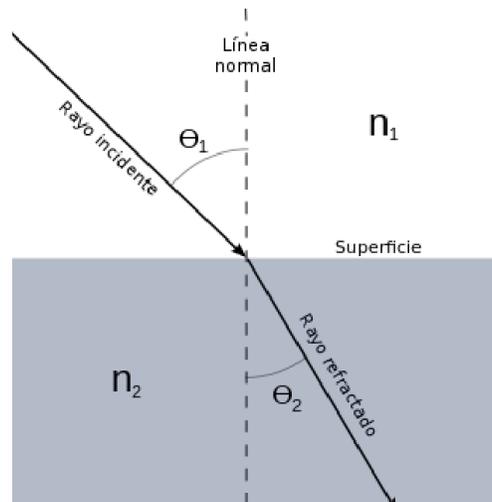


Figura 3. 14 Índice de refracción. Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

b) Ley de Snell

La ley de Snell representa a este índice como la razón de los senos de los ángulos de incidencia y refracción.

$$n_1 \text{sen } \theta_1 = n_2 \text{sen } \theta_2$$

Donde n_1 y n_2 son los índices de refracción del primer y segundo medio, θ_1 y θ_2 los ángulos que forman los rayos dentro de cada medio con la normal a la superficie de separación. El índice de refracción es una magnitud adimensional siempre mayor que uno (el índice del vacío). Para el aire se puede usar también el valor 1.

El índice de refracción es una constante adimensional, por lo tanto, cuyo valor para una luz de una determinada longitud de onda viene determinada por las características del medio líquido o sólido y el aire como medio de referencia. Si se va a comparar los índices de líquidos o disoluciones se debe indicar el medio de referencia, así como otras variables que afectan a la velocidad de la luz en la muestra a medir. El símbolo n_D^{20} , por ejemplo, se refiere a la medida a 20 °C del índice para las líneas D del sodio. (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

c) Refractómetros

(Pickering, W. , 1980) determina que los refractómetros son instrumentos de medición, en los que éste fenómeno de la refracción de la luz se pone en práctica. Ellos se basan en el principio por el cual, cuando aumenta la densidad de una sustancia (por ejemplo: cuando se disuelve el azúcar en el agua), el índice de refracción aumenta proporcionalmente con la concentración de la sustancia. Los refractómetros fueron inventados por Ernst Abbe, a principios del siglo XX. Existen dos tipos de refractómetros en función de la detección del índice de refracción; sistemas transparentes y sistemas de reflexión. Los refractómetros portátiles y los refractómetros Abbe usan los sistemas transparentes, mientras que los refractómetros digitales usan los sistemas de reflexión. Los aparatos más importantes se basan en dos principios: refractómetros de ángulo límite o crítico y los refractómetros de desplazamiento de imagen.

i. Refractómetros de ángulo límite

En estos aparatos se observa el campo del ocular dividido en una zona oscura y otra clara. La separación entre ambas corresponde al rayo límite. La luz pasa a través de una capa delgada de muestra (0,1 mm) y entra en el prisma de difracción P1. El prisma P1 es de difusión de manera que muestra una superficie rugosa y actúa como fuente de un número infinito de rayos que entran en la muestra en todas direcciones. La radiación que únicamente roza la superficie del prisma P2 penetra en él formando un ángulo Φ_c llamado ángulo límite o crítico y su valor depende de la longitud de onda y de los índices de refracción de la muestra y del prisma. Ningún rayo puede formar un ángulo superior al límite ya que la fuente de tales rayos no penetra en el prisma y todos los demás rayos que penetran en el prisma se refractan según ángulos menores (a la derecha), que el ángulo límite, e iluminarán la parte derecha del ocular. La zona de la izquierda permanece oscura ya que no se refractan rayos a ángulos superiores al límite. La medida de este ángulo permite medir el índice de refracción de la muestra. En un aparato de Abbé, lo que se mide es α que es el complementario de Φ_c , y es el ángulo con el que emergen los rayos

del prisma P2. La mayoría de los refractómetros utilizan este principio y los más importantes son los de Abbé, Pulfrich y los de inmersión. Figura 3.15.

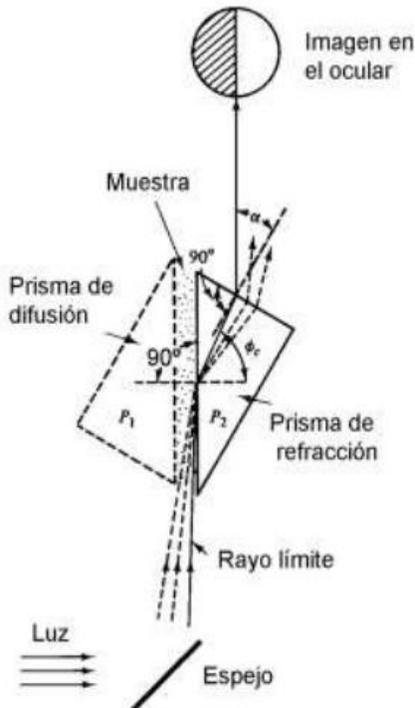


Figura 3. 15 Diagrama refractómetro de Abbé. Fuente: (Pickering, W. , 1980)

ii. Refractómetro de Abbé

Aparece un esquema que muestra dos prismas articulados entre los cuales se coloca la muestra. Por el centro de los prismas pasa un eje que permite mover el prisma de refracción P2 y así medir α en una escala graduada que es proyectada en el ocular y que se gradúa en unidades de n_D hasta 0,001. El amplificador permite determinar la siguiente cifra, 0,0001. Se miden índices entre 1,3 y 1,7. Los denominados compensadores están formados por unos prismas (prismas de Amici), y permiten utilizar luz blanca como fuente. Estos prismas de vidrio permiten dispersar todas las longitudes de onda excepto el color amarillo en la vecindad de la línea D del sodio, que es la única que atraviesa el prisma. Es decir, actúa como un monocromador, pero la resolución no es perfecta.

iii. Refractómetro de inmersión

Es el más simple de todos. Requiere sólo 10-15 ml de muestra. En prisma simple va montado en un telescopio que contiene el compensador y el ocular. La escala se sitúa debajo del ocular dentro del tubo. La superficie inferior del prisma se sumerge en un pequeño vaso que contiene a la muestra, con un espejo debajo para reflejar la luz hacia arriba a través del líquido.

iv. Refractómetro de Pulfrich

Se usa sobre todo para medidas precisas en disoluciones o líquidos muy volátiles, o reactivos higroscópicos, y para medidas de dispersión. Los valores absolutos obtenidos no son fiables en la quinta cifra decimal, pero una comparación a dos longitudes de onda o con dos sustancias puede dar una precisión de $\pm 1 \times 10^{-5}$. Los sólidos o líquidos con índices entre 1,33 y 1,86 pueden ser determinados en un amplio intervalo de temperaturas. El índice de refracción n , no puede ser determinado directamente, sino después de una serie de observaciones. Una vez estabilizado el aparato es posible obtener el índice en unos cinco minutos.

v. Refractómetros de desplazamiento de imagen

En estos aparatos se mide el desplazamiento del rayo refractado en relación al rayo incidente, en vez de medir el desplazamiento de la línea de separación entre la zona clara y oscura debido al ángulo límite. Se construye un prisma con la muestra y el índice se calcula en base al desplazamiento angular de la luz al pasar por la muestra. Si la muestra es líquida se coloca en un recipiente en forma de prisma. La precisión es superior a la obtenida con el refractómetro de Abbé. No hay límite en la determinación de índices de refracción y se puede trabajar en un mayor número de longitudes de onda, incluso zonas del ultravioleta o infrarrojo cercano, si se usan prismas de cuarzo. Entre estos aparatos están los refractómetros diferenciales.

vi. Refractómetros diferenciales

Se emplean primariamente para el análisis de mezclas líquidas. Se aplican a cualquier mezcla cuyo índice de refracción es una función simple de la composición;

esto incluye aproximadamente a todos los sistemas binarios. En la medida de los índices de refracción, siempre es un problema la temperatura, que debe controlarse cuidadosamente. Estos instrumentos emplean una sola célula a través de la cual la luz es transmitida. El rayo es difractado en un ángulo cuyo valor depende de la diferencia del índice de refracción entre la muestra y una muestra estándar que constituye una parte de la célula. El ángulo de refracción se mide con un dispositivo fotoeléctrico.

La aplicabilidad al análisis de líquidos es mediante un procedimiento empírico. Muestras de composición química conocida se hacen pasar a través del instrumento, obteniendo así una curva de composición frente a lecturas del refractómetro. Algunos instrumentos pueden dar rangos de valores hasta $\Delta n = 10^{-5}$ a cualquier valor nominal. La mínima diferencia de índice detectable es del 1% para rango de 10^{-7} unidades del índice de refracción para los instrumentos más precisos. La precisión viene condicionada por los cambios de temperatura y deformaciones del aparato.

d) Aplicaciones de la refractometría

La refractometría tiene una amplia aplicación para alimentos, ya sean líquidos o viscosos, con cierto contenido en sólidos, tales como ketchup, mermeladas, zumos, etc. Así como también es utilizada en la industria de bebidas carbonatadas y otros procesos industriales, en los que se mide la concentración de azúcar después de ser carbonatada y justo antes de envasar.

Otras aplicaciones en la industria alimentaria son en la hidrogenación de grasas y aceites cuyo análisis continuo se ve dificultado por las cantidades variables de metales usados como catalizadores tales como níquel o platino. En general la instalación de refractómetros en línea proporciona análisis rápidos y precisos en multitud de procesos industriales.

Las aplicaciones de la refractometría no solo se limitan a la industria alimenticia, sino que también son aplicados en la industria química y farmacéutica para el control

de calidad de jarabes, perfumes, detergentes, toda clase de emulsiones y para medir la concentración de urea en la sangre.

3.1.2.5 Colorimetría.

La colorimetría es un método óptico de análisis que se basa en la comparación del color, usando el ojo humano como detector. En el mejor de los casos podemos tener una exactitud de aproximadamente 5%.

El fundamento de la técnica consiste en que, si se pasa luz blanca a través de una solución coloreada, algunas longitudes de onda se absorben con preferencia sobre las otras. Muchos compuestos no son coloreados, pero pueden absorber luz en la región visible si se someten a la acción de un reactivo apropiado. Estas reacciones son a menudo específicas y muy sensibles, hasta el punto de poder medir cantidades de material en concentraciones de milimol por litro. La mayor ventaja consiste en que no es necesario el aislamiento del compuesto y que se pueden determinar los constituyentes de una mezcla compleja tal como sangre, sin que se requiera mucho tratamiento previo. La intensidad del color es proporcional a la concentración del compuesto que se mide, mientras que la cantidad de la luz absorbida es proporcional a la intensidad del color y por lo tanto a la concentración. (Olsen , E., 1990)

a) Instrumentos de la colorimetría

Los primeros colorímetros se calibraban a ojo comparando el color de una solución con los de una serie de discos coloreados. Los resultados obtenidos eran muy subjetivos y no muy exactos. Los colorímetros visuales solo tienen ahora un interés histórico. La célula fotoeléctrica tiene la ventaja sobre el ojo humano de poder determinar el grado de absorción de un color y de ser mucho más objetiva. (Olsen , E., 1990)

i. Colorímetro fotoeléctrico

(Plummer, D. y Barrera, L., 1981) determina que en la actualidad para aplicar los métodos colorimétricos se utiliza el colorímetro fotoeléctrico. En la figura 3.16 se observa el diagrama de un fotocolorímetro.

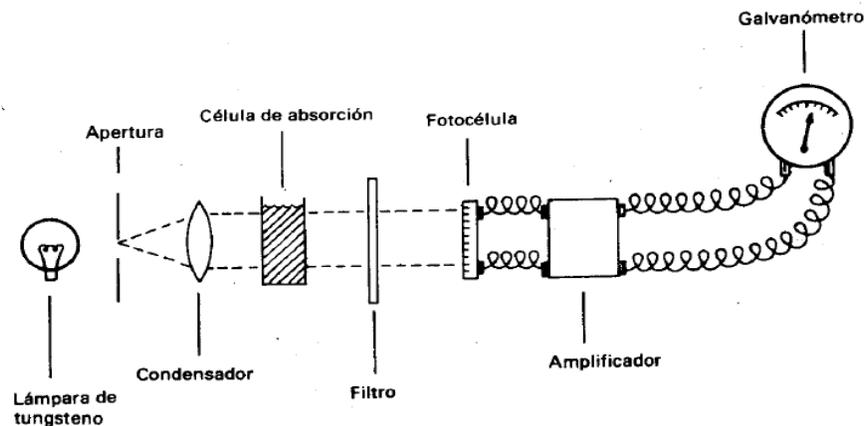


Figura 3. 16 Diagrama de un fotocolorímetro. Fuente: (Plummer, D. y Barrera, L., 1981)

La luz blanca de una lámpara de tungsteno pasa a través de una rendija, luego a través de una lente condensador, hasta obtener un rayo paralelo que incide sobre la solución que se investiga, la cual se ha colocado en una celda de absorción o cubeta. La cubeta es generalmente de vidrio y las paredes a través de las cuales pasa el haz de luz son paralelas. En muchos casos, las cubetas tienen una base de 1 cm cuadrado y pueden contener fácilmente 3 ml de líquido.

Después de la cubierta se encuentra el filtro, el cual se selecciona para permitir la transmisión máxima del color no absorbido. Si se quiere examinar una solución azul, entonces se absorbe el rojo y por lo tanto se selecciona un filtro rojo. El color del filtro es, pues, complementario a la solución que se estudia. En algunos instrumentos el filtro se encuentra antes de la cubeta. El filtro produce bandas angostas de transmisión y, por lo tanto, da luz aproximadamente monocromática. Los filtros Ilford son los más comunes. Los filtros se seleccionan en forma tal que cumplan la ley de Beer.

Tabla 3. 13 Relación entre el color de la solución estudiada y el filtro

Color de la solución	Filtro
Rojo-Naranja	Azul-Azul verdoso
Azul	Rojo
Verde	Rojo
Púrpura	Verde
Amarillo	Violeta

Fuente: (Plummer, D. y Barrera, L., 1981)

A continuación, la luz llega a una fotocelda que genera una corriente eléctrica en proporción directa a la intensidad de la luz incidente. Esta señal eléctrica pequeña se incrementa mediante un amplificador, y la señal amplificada pasa a un galvanómetro calibrado en una escala logarítmica que da directamente medidas de absorbancia. Las fotocélulas usadas en colorímetros no son muy finas tienen una precisión de aproximadamente 0.5%. La solución blanca se coloca primero en el colorímetro y se ajusta el galvanómetro a una absorbancia de cero. Luego se coloca la muestra y se lee directamente la absorbancia.

Un método mejor consiste en dividir el haz en dos partes, una de las cuales pasa a través de la mezcla y otra a través del blanco; los circuitos se equilibran hasta que no se mueva la aguja del galvanómetro. La extinción está dada por la lectura del potenciómetro cuando el circuito queda en equilibrio.

Tabla 3. 14 Transmisión máxima para filtros Ilford

Número del filtro Ilford	Color	Transmisión máxima (nm)
600	Violeta intenso	420
601	Violeta	430
602	Azul	470
603	Azul verdoso	490
604	Verde	520
605	Amarillo verdoso	550
606	Amarillo	880
607	Naranja	600
608	Rojo	680
609	Rojo fuerte	700

Fuente: (Plummer, D. y Barrera, L., 1981)

ii. La diferencia entre colorimetría y espectrofotometría

La diferencia entre colorimetría y espectrofotometría consiste en el tipo de instrumental que se usa. El colorímetro que es el instrumento utilizado en la colorimetría es un aparato en los que la longitud de onda se selecciona por medio de filtros ópticos que son insertados en este. Mientras que en el espectrofotómetro que es el instrumento utilizado en la espectrofotometría es un aparato que la longitud de onda es seleccionada mediante dispositivos monocromadores los cuales están integrados a la máquina.

3.1.2.6 Polarimetría.

La polarimetría es la técnica que permite la determinación del ángulo de rotación del plano de polarización cuando la luz linealmente polarizada interactúa con una sustancia ópticamente activa. Es una técnica no destructiva que presenta variantes a macro, semimicro y microescala. (Pickering, W. , 1980)

a) Bases de la polarimetría

En un haz de luz no polarizada, al igual que en cualquier otro tipo de paquete de ondas transversales sin polarizar, el campo eléctrico resultante oscila en todas las direcciones normales a la dirección de propagación de la onda. Una fuente de luz típica contiene millones de emisores que actúan independientemente. El campo eléctrico resultante correspondiente a luz proveniente de la fuente puede resolverse en sus componentes, que varían aleatoriamente debido a que no existe correlación de fase entre los emisores que producen dicha luz. Nos referimos a estos haces, en los que resulta imposible identificar cualquier estado de polarización, como luz natural o luz no polarizada, aunque algunos autores consideran esta última denominación imprecisa, ya que en realidad se trataría de una sucesión rápidamente variable de diferentes estados de polarización. Al contrario, la polarización electromagnética es un fenómeno que puede producirse en un haz de luz y que determina que el vector campo eléctrico resultante oscile en un plano determinado, denominado plano de polarización. En un plano perpendicular al plano de polarización vibra en fase el vector campo magnético. El plano de polarización

se define por dos vectores, uno de ellos paralelo a la dirección de propagación de la onda y otro perpendicular a dicha dirección y que indica la dirección del campo eléctrico. Existen diferentes tipos de luz polarizada, pero nos centraremos en la luz linealmente polarizada, en la cual el campo eléctrico vibra en la misma dirección en todo momento en un punto específico.

La Figura 3.17 intenta representar luz linealmente polarizada, se muestra una onda polarizada en el plano que se propaga a lo largo del eje x. El campo eléctrico oscila en un plano perpendicular al campo magnético. Si la radiación no fuera polarizada, en todos los planos se vería un componente del campo eléctrico.

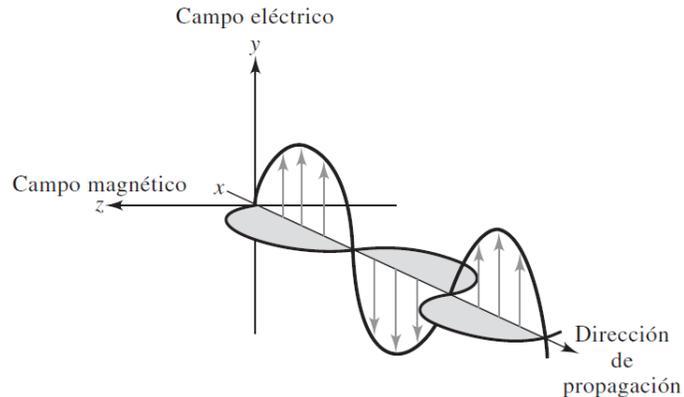


Figura 3. 17 Luz linealmente polarizada. Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

El uso de luz linealmente polarizada tiene numerosas aplicaciones profesionales. Como se mencionó anteriormente, las fuentes de luz habituales no producen luz polarizada pura, de modo que se debe recurrir a ciertos artificios para obtener luz polarizada a partir de luz natural. (Levitt, P., 1979)

b) Actividad óptica

Una sustancia es ópticamente activa cuando gira el plano de polarización de la luz transmitida. Cuando la rotación del plano se produce en sentido del reloj se dice que la sustancia es dextrógira y cuando ocurre en sentido contrario, es levógira. La actividad óptica de un material se debe a la asimetría en la forma de sus moléculas, por presencia de centros quirales o planos de quiralidad.

Las soluciones de muchos compuestos orgánicos son ópticamente activas. La actividad óptica está determinada por la presencia en la molécula, de por lo menos un carbono asimétrico, esto es, de un carbono unido a cuatro radicales distintos. Para una misma fórmula estructural existen dos isómeros ópticamente activos, el dextrógiro y el levógiro, y un isómero inactivo, el racémico, formado por una mezcla de aquellos. La actividad óptica no es exclusiva de sustancias en solución, sino también de cristales como el cuarzo, líquidos puros como los aceites esenciales, y los azúcares en solución acuosa. En el cuarzo, la actividad óptica está asociada a la distribución estructural de las moléculas en su conjunto, ya que ni el cuarzo fundido ni el cuarzo derretido (que no son cristales) poseen actividad óptica. De igual forma, los cristales de sacarosa, glucosa, fructosa, etc., no poseen dicha actividad, a menos que estén en solución.

La polarimetría permite medir el ángulo de rotación del plano de polarización de luz linealmente polarizada cuando atraviesa sustancias ópticamente activas. En la práctica, mediante polarimetría se puede determinar la concentración de soluciones de solutos ópticamente activos. Esto tiene amplia aplicación en la industria farmacéutica, química y alimenticia, especialmente en la industria azucarera. (Levitt, P., 1979)

c) Leyes de Biot

Las leyes de Biot son las que describen la interacción entre la luz linealmente polarizada y las sustancias ópticamente activas. Jean Baptiste Biot (físico, astrónomo y matemático francés) fue uno de los primeros en concluir que la actividad óptica era reflejo de una propiedad molecular, de forma tal que el grado de rotación del plano de polarización de la luz linealmente polarizada era proporcional a la longitud de su recorrido en interacción con la sustancia y, en el caso de las soluciones, a la concentración del soluto ópticamente activo. Con estos enunciados, Biot estableció en 1870 una serie de leyes que llevan su nombre (leyes de Biot), que posteriormente demostraron ser de gran utilidad para el desarrollo de la polarimetría.

Las leyes de Biot relacionan el ángulo de rotación α del plano de polarización, medido en grados sexagesimales, con la naturaleza y geometría del sistema ópticamente activo atravesado. Las leyes de Biot se representan a partir de tres ecuaciones:

$$\alpha = [\alpha]_{T\lambda} \cdot I \quad (1)$$

$$\alpha = [\alpha]_{T\lambda} \cdot I \cdot \delta \quad (2)$$

$$\alpha = [\alpha]_{T\lambda} \cdot I \cdot c \quad (3)$$

La ecuación uno describe lo que ocurre cuando el material atravesado por la luz linealmente polarizada es un sólido ópticamente activo. La dos describe cuando es un líquido y la tercera describe cuando es una solución de soluto ópticamente activo y solvente sin actividad óptica.

Donde I representa el paso óptico, es decir la longitud del recorrido donde la luz interacciona con el material. En general para líquidos y soluciones se mide en decímetros y para sólidos en milímetros. δ representa la densidad y se expresa en g/mL. c representa la concentración, expresada generalmente en g/mL. La actividad óptica de la sustancia está reflejada por el poder rotatorio específico, $[\alpha]_{T\lambda}$, que en general se expresa en $^{\circ}$ mL/dm g, y da idea de la rotación ocurrida cuando los demás parámetros toman valores unitarios.

El poder rotatorio específico es una propiedad física característica de las sustancias ópticamente activas y está definido para una longitud de onda y una temperatura determinada. Dependiendo si se trata de una sustancia dextrógira o levógira, el poder rotatorio específico se considerará positivo o negativo respectivamente. Se encuentran tabulados los poderes rotatorios específicos de una gran variedad de sustancias a distintas temperaturas. Dichas tablas informan el poder rotatorio específico a la longitud de onda correspondiente a la banda D de emisión de sodio (589nm).

Además de la temperatura y longitud de onda de la luz empleada, otros parámetros de los cuales depende el poder rotatorio específico son el solvente empleado para

disolver solutos ópticamente activos (por la posibilidad de que ocurran interacciones), el pH, la aplicación de campos eléctricos o magnéticos a la muestra y la aplicación de esfuerzos mecánicos.

En el caso de que existiese más de un material con actividad óptica interactuando con la luz polarizada, el ángulo total de rotación obtenido puede considerarse la sumatoria de los procesos de rotación individuales:

$$\alpha = \sum \alpha$$

d) Polarímetro de Laurent

(Pickering, W. , 1980) determina que el polarímetro de Laurent, que se utiliza para determinar cuántos grados ha rotado el plano de polarización de la luz linealmente polarizada luego de atravesar la sustancia contenida en un tubo. El instrumento necesita una fuente de luz monocromática o la presencia de un monocromador, y se compone por un polarizador, una semilámina retardadora de media longitud de onda, un tubo porta muestra, una escala graduada y un analizador.

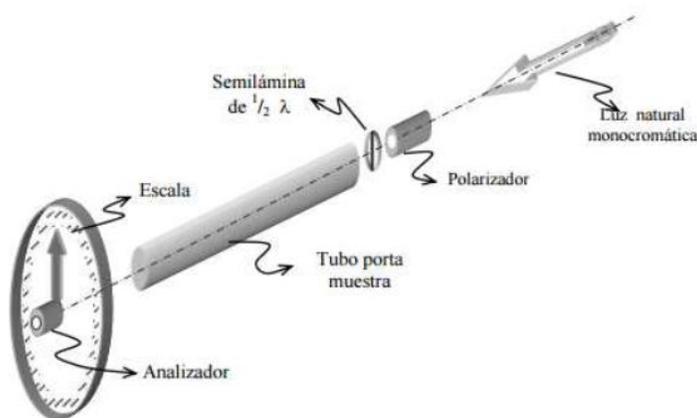


Figura 3. 18 Diagrama del polarímetro de Laurent. Fuente: (Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S., 2008)

e) Fuente de luz

La fuente de luz debe ser monocromática, es decir de una única longitud de onda, debido a que el poder rotatorio específico está definido para una longitud de onda

determinada, generalmente la correspondiente a la banda D de emisión de sodio (589nm). Es por ello que es frecuente el uso de lámparas de sodio como fuentes de luz en polarimetría. En caso de no contar con una fuente de luz monocromática se debe colocar antes del polarizador un monocromador; es decir, un dispositivo óptico que, por distintos mecanismos, permita seleccionar y transmitir una estrecha banda de longitudes de onda que incluya, idealmente, la de 589nm.

f) Polarizador

El polarizador es un dispositivo destinado a producir luz linealmente polarizada a partir de luz natural.

Sobre los polarizadores puede definirse una dirección particular, llamada eje de transmisión, que corresponde al plano de polarización de la luz linealmente polarizada que es transmitida. La figura 3.19 intenta representar qué sucede cuando la luz natural atraviesa un polarizador: las componentes perpendiculares al eje de transmisión son especialmente absorbidas (el sistema se comporta como opaco), mientras que las componentes paralelas a dicho eje son transmitidas (el sistema se comporta como transparente).

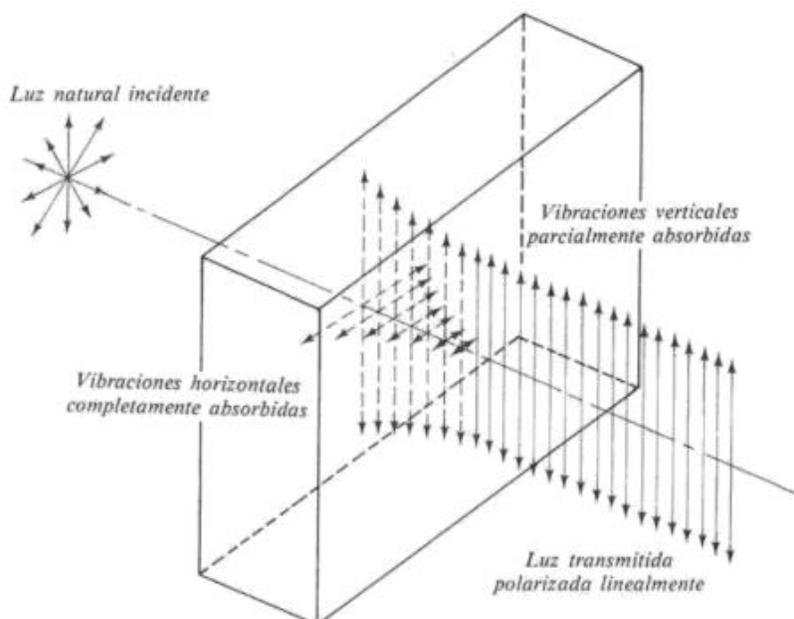


Figura 3. 19 Luz a través de un polarizador. Fuente: (Olsen , E., 1990)

g) Semilamina retardadora de media longitud de onda

La semilamina retardadora de media longitud de onda cubre sólo la mitad del polarizador. Como se analizará más adelante, ésta es una característica del diseño del polarímetro de Laurent. Una lámina retardadora, retardador o lámina de onda, es un dispositivo óptico de material transparente que altera el estado de polarización de la luz polarizada que lo atraviesa. Típicamente se trata de un cristal birrefringente como el espato de Islandia o el cuarzo, con un espesor cuidadosamente elegido; el cristal es tallado de modo tal que dos de sus caras resultan paralelas al eje óptico del material (no confundir con eje de transmisión).

Al iluminar perpendicularmente una de las caras paralelas al eje óptico de la lámina retardadora con un haz de luz monocromática linealmente polarizada, el material descompone dicha luz en haces donde el campo eléctrico es paralelo al eje óptico y en haces donde el campo eléctrico es perpendicular al mencionado eje. Se pueden definir entonces dos rayos luminosos dentro del cristal (birrefringencia, doble refracción) que compartirán la misma dirección, dado el tallado de la lámina, pero que poseen diferente velocidad. Para cada uno de estos rayos, denominados ordinario y extraordinario, se define un índice de refracción diferente, es decir, una velocidad de propagación diferente; por lo que cada uno tendrá una longitud de onda distinta dentro del cristal ya que la frecuencia es constante y depende de la fuente emisora.

Si el espesor de la lámina, el grado de birrefringencia del material, y la longitud de onda con la que se ilumina son los adecuados, uno de los rayos se retrasa media longitud de onda respecto del otro, de modo tal que al emerger del cristal se recombinan ambos rayos, componiendo nuevamente luz linealmente polarizada, pero con un plano de vibración diferente, simétrico al de la luz incidente respecto de la dirección del eje óptico.

En el caso del polarímetro de Laurent la lámina retardadora sólo cubre la mitad del polarizador. Esto divide el campo visual en dos semicampos donde la luz

linealmente polarizada presenta planos de polarización simétricos dado el retraso producido.

h) Analizador

La función del analizador consiste en determinar el plano de polarización de la luz que es transmitida luego de interactuar con la muestra contenida en el tubo portamuestra. El físico, matemático e ingeniero francés Étienne Louis Malus, es considerado el descubridor de la polarización de la luz. Desarrolló la teoría de la birrefringencia y elaboró la llamada ley de Malus que describe como se afecta la intensidad de luz transmitida por un analizador conforme al ángulo que forma su eje de transmisión y el plano de polarización de la luz incidente, la que provendría de un polarizador.

i) Ley de Malus

La ley de Malus relaciona la intensidad de luz transmitida (I_t) por un analizador con la intensidad de luz proveniente de un polarizador (I_0) y el ángulo entre el eje de transmisión del analizador y el plano de polarización de la luz incidente (θ).

$$I_t = I_0 \cos^2 \theta$$

Entonces, es posible aumentar o disminuir la intensidad de luz que se transmite por el analizador modificando el ángulo que forman su eje de transmisión y el plano de polarización incidente, es decir rotando el analizador. Por tanto, en los polarímetros se puede cambiar la intensidad de luz que se observa por el ocular modificando el ángulo que forman entre sí los ejes de transmisión del polarizador y del analizador; esto se logra rotando el analizador que es solidario a una escala graduada en grados sexagesimales. En particular si el ángulo entre los ejes es 0° se transmite toda la luz incidente, si el ángulo es 90° no se transmite la luz. Pero en el caso particular del polarímetro de Laurent, dado el retraso producido por la semilámina, que determina la existencia de dos semicampos con planos de polarización simétricos, la intensidad en cada semicampo dependerá del ángulo que forme el plano de polarización correspondiente y el eje de transmisión del analizador. Se verá

que al rotar el analizador para un semicampo aumenta la intensidad de luz transmitida y para el otro disminuye.

j) Aplicaciones de la polarimetría

La polarimetría en industria alimenticia es utilizada en los procesos que intervienen sustancias orgánicas ópticamente activas. Es muy utilizada en la industria que se relaciona con los azúcares. El examen polarimétrico de disoluciones de azúcar (azúcar de caña o de remolacha, sacarosa) desempeña un papel de importancia extraordinaria en la industria azucarera. En muchos casos, una rotación determinada en sustancias ópticamente inactivas deja suponer impurezas.

Para poner en práctica los conocimientos de la unidad dos, es necesario la realización de prácticas de laboratorio y para ello en el manual se plantea la práctica 3 denominada “Aplicación de espectroscopia de luz visible (VIS) en el análisis de muestras de alimentos”, la práctica 4 denominada “Aplicación de espectroscopia ultravioleta (UV) en el análisis de muestras de alimentos” y la práctica 5 denominada “Aplicación de espectroscopia infrarroja (IR) en el análisis de muestras de alimentos” para que pueda ser desarrollada en el transcurso esta unidad. Ver anexo A

3.1.3 UNIDAD III: Análisis físico, químico y mecánico de alimentos.

INTRODUCCION

El análisis de los alimentos es la disciplina que se ocupa del desarrollo, uso y estudio de los procedimientos analíticos para evaluar las características de los alimentos y de sus componentes.

Esta información es crítica para el entendimiento de los factores que determinan las propiedades de los alimentos, así como la habilidad para producir alimentos que sean consistentemente seguros, nutritivos y deseables para el consumidor.

Los análisis Físico químicos, se tratan de métodos cuyo objetivo es estudiar las relaciones entre propiedades físicas y composición del sistema para establecer interacciones entre los componentes químicos, es decir, que se encarga de medir diversas propiedades como temperatura, densidad, viscosidad, dureza, pH, entre otras, con el objetivo de garantizar la calidad alimentaria de los productos.

Además de las pruebas o análisis físico químicos, el análisis mecánico en los alimentos, juega un papel importante, ya que, en dichos análisis, los alimentos son sometidos a esfuerzos mediante la aplicación de una fuerza externa hasta su deformación y/o ruptura, para determinar sus propiedades de dureza, elasticidad, fragilidad, y resistencia a la penetración.

3.1.3.1 Determinación de análisis físico y químico de: Lácteos, cárnicos, granos y cereales, frutas y hortalizas, grasas y aceites, bebidas, especies, huevos.

a) LACTEOS: Análisis físicos y químicos de los lácteos

El grupo de los lácteos (también productos lácteos, lácticos o derivados lácteos) incluye alimentos como la leche y sus derivados procesados.

La leche de vaca es la secreción excluyendo el calostro producido por las glándulas mamarias, que se puede obtener mediante métodos de ordeño.

La leche es un alimento de primer orden, sano de fácil digestión y económico; así que es un objeto de gran comercio.

Se puede considerar que contiene tres componentes básicos: agua, grasa y sólidos no grasos (SNG). La materia orgánica de la porción no grasa consiste principalmente de las proteínas (caseína 80%, albúminas 5% y globulinas 12%), lactosa y ácidos láctico y cítrico. (Revilla, A., 1982)

En la producción de derivados lácteos, el proceso provoca la concentración de algunos de los componentes.

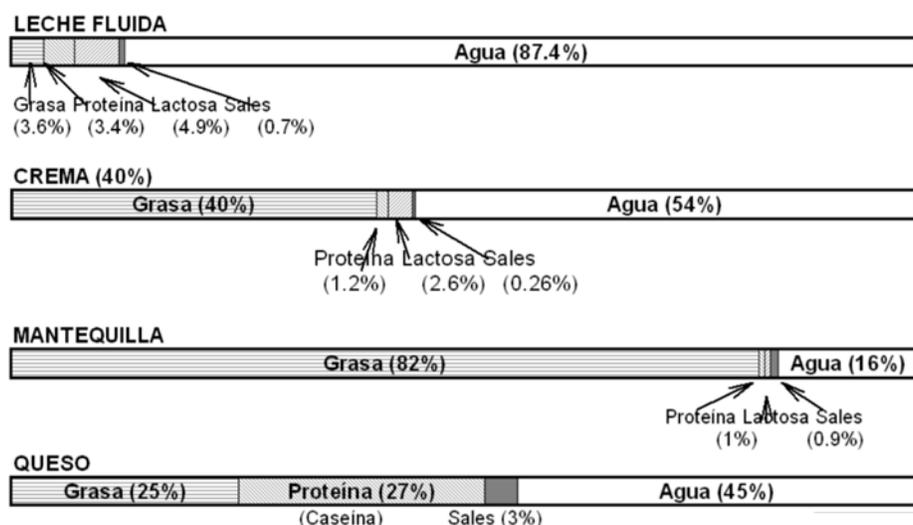


Figura 3. 20 Concentración de componentes dependiendo el producto lácteo. Fuente: (Blanco, M. 2011)

Las pruebas más empleadas en la leche son:

i. Acidez

La acidez verdadera es la que está dada por la presencia del ácido láctico y otros ácidos originados durante la fermentación; a esta acidez también se le conoce como acidez desarrollada o real. Durante la fermentación de la lactosa ocurren además otras fermentaciones que dan origen a olores o aromas característicos y por esto a pesar de que el ácido láctico es inodoro se dice que la leche ácida posee un olor característico.

La acidez es probablemente uno de los parámetros más importantes, el cual controla la calidad en el proceso de la leche.

La acidez titulable corresponde al número de mililitros de solución 0.1N de NaOH, necesarios para neutralizar 100ml de muestra. El grado de acidez corresponde a la suma de todas las sustancias de reacción ácida contenidas en la leche. (Revilla, A., 1982)

La capacidad buffering de la leche, es solamente afectada por los iones de calcio y magnesio, que se precipitan con un fosfato coloidal cuando el pH es elevado.

Lo que habitualmente se conoce como acidez de la leche es el resultado de una valoración; se añade a la leche el volumen necesario de solución alcalina valorada para alcanzar el punto de viraje de un indicador, generalmente la fenolftaleína que vira del incoloro al rosa hacia pH 8.4. Se trata de un nivel arbitrario.

La acidez permitida en la leche es de 6.6 a 8.4, su representación es en grados dornic. (Revilla, A., 1982)

a. Acidez titulable

Es una medida del contenido de ácidos grasos libres en una muestra. Su cálculo se basa en la masa molar de un ácido graso o una mezcla de ácidos grasos. Normalmente se mide por titulación directa en la solución y con indicador visual.

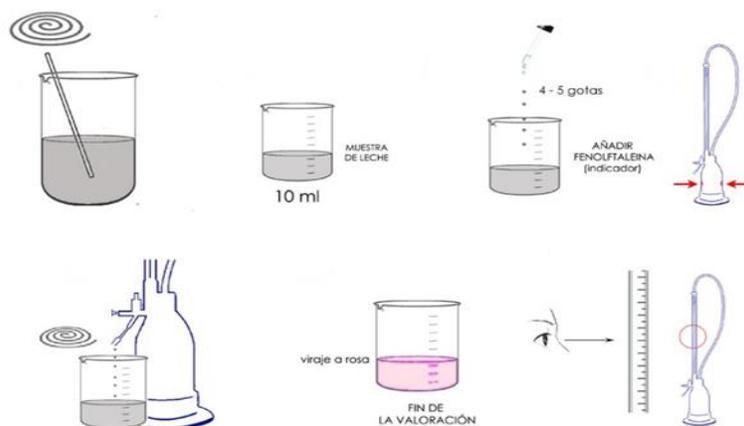


Figura 3. 21 Procedimiento de la acidez titulable en la leche. Fuente: (Lopez, L., Barriga, D., Jara, J. y Ruz, J., 2015)

ii. pH

Potencial hidrógeno, es una medida de la acidez o alcalinidad de una disolución.

La leche tiene una reacción débilmente ácida, con un pH comprendido entre 6.5 y 6.6 como consecuencia de la presencia de caseína, y de los aniones fosfóricos y cítricos.

La diferencia entre la escala pH y los grados dornic es que el pH nos indica la acidez real que existe en este momento, mientras que la acidez dornic nos indica la cantidad de ácido láctico que se puede producir a partir de la lactosa. Cuando toda la lactosa se ha transformado en ácido láctico, el pH y los grados dornic coinciden. (Revilla, A., 1982)

La medición potenciométrica con el "pH-metro" es la única precisa; el sistema de electrodos más utilizado está formado por el par electrodo con cloruro potásico saturado (electrodo de vidrio).

Hay pH-metros especiales para la selección de las leches en la plataforma de recepción de las fábricas.

La regulación de estos aparatos se hace con soluciones tampón de pH conocido; para la leche y sus derivados se emplea el tampón de fosfato M/15 y pH 7 para la zona neutra, y el tampón de ftalato ácido de potasio M/20 de pH 4 para la zona ácida. (Revilla, A., 1982)

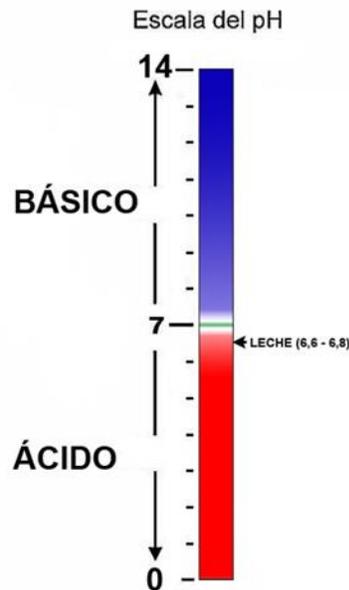


Figura 3. 22 pH de la leche Fuente: (Lopez, L., Barriga, D., Jara, J. y Ruz, J., 2015)

iii. Prueba de fosfatasa

Se ha demostrado que esta enzima es más difícil de destruir que la mayoría de los organismos patogénicos termorresistentes que pudieran estar presentes en la leche, como por ejemplo el bacilo tuberculoso. (Revilla, A., 1982)

La prueba es de gran utilidad para decidir si la leche ha sido o no pasteurizada, si la leche pasteurizada se ha mezclado con leche cruda, o incluso si la pasteurización ha sido deficiente.

(Revilla, A., 1982) afirma que La determinación de la fosfatasa es una prueba que permite comprobar la correcta pasteurización de una leche; es decir, comprobar que el tiempo y la temperatura de tratamiento térmico de pasteurización se ha realizado correctamente.

La fosfatasa es una enzima que se encuentra en la leche cruda y se desnaturaliza por el calor, por lo cual al pasteurizar la leche se destruye.

Se ha demostrado que esta enzima es más difícil de destruir que la mayoría de los organismos patogénicos termorresistentes que pudieran estar presentes en la leche, como por ejemplo el bacilo tuberculoso.

Para comprobar la existencia (mala pasteurización) de fosfatasa se usa un “método colorimétrico”. La fosfatasa tiene la propiedad de desdoblar el fenilfosfato disódico en fenol y fosfato de sodio. También existen tiras indicadoras para esta prueba.

Este método pone de manifiesto la existencia de fenol mediante un indicador de color que reacciona con él formando un compuesto de color azul (existe fenol y por tanto fosfatasa por lo que no se ha pasteurizado correctamente). Si no existe fosfatasa (leche bien pasteurizada), no existe fenol y se forma un compuesto de color marrón. (Revilla, A., 1982)

Esta técnica puede aplicarse a la mantequilla y a los quesos, pero en este último caso es preciso tener en cuenta el hecho de que ciertos microorganismos, normalmente presentes en el curso de la maduración, secretan fosfatasa. La prueba puede entonces ser negativa y volverse luego positiva, sobre todo en los quesos pequeños. (Lopez, L., Barriga, D., Jara, J. y Ruz, J., 2015)



Figura 3. 23 Prueba de fosfatasa en la leche Fuente: (Lopez, L., Barriga, D., Jara, J. y Ruz, J., 2015)

iv. Prueba de reductasa

Para estimar el número aproximado de microorganismos en la leche cruda se utiliza un método indirecto basado en la reducción del colorante azul de metileno que es un indicador de oxido-reducción (es azul cuando está oxidado e incoloro cuando esta reducido). La actividad reductora de los microorganismos se manifiesta por el tiempo de la reducción del colorante a una temperatura de 37 a 38 grados centígrados la cual se indica en la Tabla 3.15.

Tabla 3. 15 Contenido microbiano en la leche según prueba de reductasa

TIEMPO DE REDUCCIÓN DEL AZUL DE METILENO	CONTENIDO MICROBIANO UFC/mL
5 horas (300 minutos)	100 000-200 000
2 a 4 horas (120 a 240 minutos)	200 000 a 2 millones
Menor a 2 horas (120 minutos)	2 a 10 millones

Fuente: (Alais, C. , 1988)

La incubación se hace tubos estériles a 37 grados con 10 c.c de leche y 1 c.c. de indicador, constituido por 5 mg de azul de metileno disueltos en 100 c.c. de agua estéril. A intervalos regulares se observa el color de la mezcla, pudiendo así definirse diferentes categorías de leches. (Revilla, A., 1982)

(Revilla, A., 1982) describe algunos ejemplos:

- a. La decoloración se produce en menos de 15 minutos: leche de muy mala calidad, altamente contaminada.
- b. La decoloración se produce entre 15 y 60 minutos: leche bastante contaminada.
- c. La decoloración se produce entre 1 y 3 horas: ligeramente contaminada.
- d. La decoloración se produce tras 3 horas: leche poco contaminada, de calidad satisfactoria para la industria; la microflora total es probablemente inferior a 1 millón de gérmenes / c.c.

En la figura se puede apreciar que el tiempo que tarde en pasar de azul de metileno (forma oxidada) a la reducida (incolores), bajo condiciones controladas, es proporcional a la calidad sanitaria de la leche.

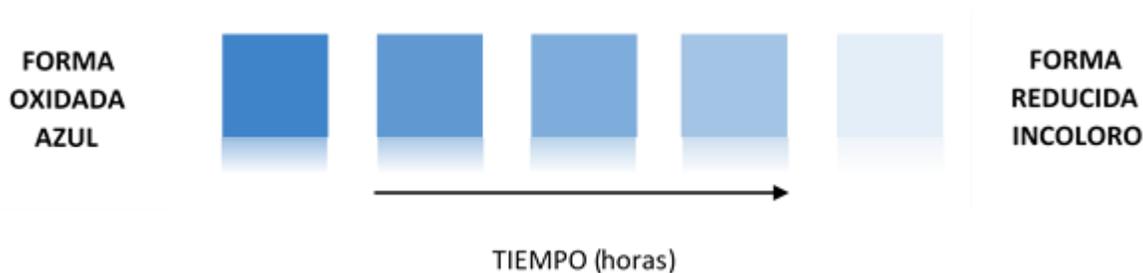


Figura 3. 24 Transición de color en la prueba de reductasa en la leche.
Fuente: (Lopez, L., Barriga, D., Jara, J. y Ruz, J., 2015)

Este método es el más difundido en el mundo para apreciar la calidad de los suministros de la leche a las fábricas y para fijar el precio según la calidad.

v. Prueba de alcohol

Esta prueba sirve para determinar la facilidad de coagulación de la leche expuesta al calor; si la leche coagula en presencia de alcohol significa que no puede ser sometida a tratamiento térmico. (Revilla, A., 1982)

Los componentes de la leche se encuentran en estado de equilibrio, existiendo numerosas causas o factores que pueden alterar este estado de equilibrio, haciendo que la leche no sea estable y por tanto no resista los tratamientos térmicos.

(Revilla, A., 1982) afirma que estas causas o factores pueden ser:

- a. Exceso de ácido láctico (la más frecuente). Una leche ácida será inestable.
- b. Presencia de conservantes (agua oxigenada) y sustancias extrañas.
- c. Larga conservación de la leche. Las llamadas “leches viejas”, que han sido conservadas en frío durante 4-5 días.
- d. Estado de los animales. Leches mamíticas o calostrales.
- e. Largo tiempo de transporte y excesiva agitación de la leche

Por ello no se puede depender de esta prueba para aceptar o rechazar leche en una planta.

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

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.

Existe una buena correspondencia entre esta prueba y la estabilidad de la suspensión coloidal, aunque ésta depende sólo de la acidificación de la leche por las bacterias. Las leches con un contenido elevado de calcio iónico o de composición anormal, especialmente las del final de la lactación, pueden coagular por el alcohol sin ser ácidas. Esta limitación de la prueba no se refiere más que a leches de pequeñas mezclas. En realidad, la prueba se utiliza mucho para la selección de las leches a su llegada a la fábrica. Puede añadirse un indicador al alcohol de pH para hacer la prueba más significativa. (Lopez, L., Barriga, D., Jara, J. y Ruz, J., 2015)

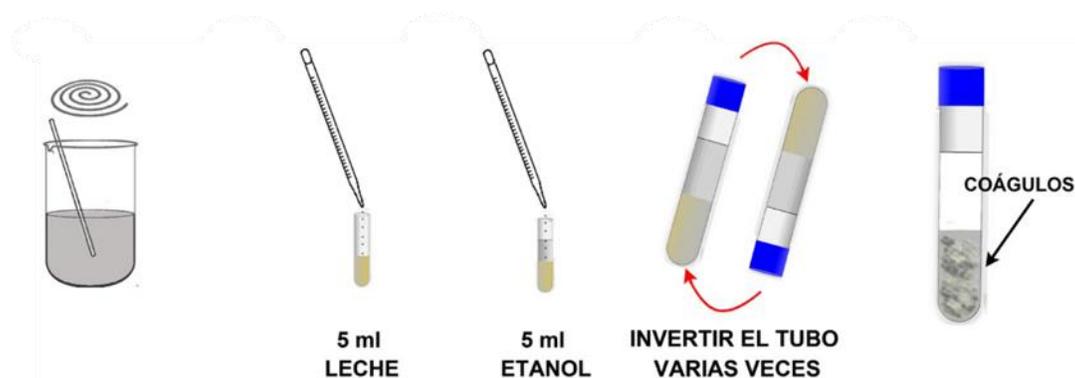


Figura 3. 25 Prueba de alcohol en la leche. Fuente: (Lopez, L., Barriga, D., Jara, J. y Ruz, J., 2015)

vi. Prueba de nutrientes

a. Minerales

El término elementos minerales es poco preciso porque en los minerales se encuentran elementos orgánicos como carbono, hidrógeno, nitrógeno, oxígeno y azufre. Sirve para agrupar a aquellos elementos, en su mayoría metálicos, que se presentan en cantidades minoritarias en los alimentos, suelen determinarse como elementos más que como compuestos específicos o grupos de compuestos.

El número de compuestos que se encuentran en los alimentos es muy considerable incluyéndose en el: calcio, magnesio, sodio, potasio, azufre, cloro, fósforo, hierro, flúor, cobre, plomo, entre otros. En algunos casos estos elementos son naturales en los alimentos mientras que en otros casos son producto de la contaminación.

Los métodos de determinación más comunes se basan en la titulación complejométrica con EDTA o algún otro quelante y por gravimetría. (Alais, C., 1986)

b. Determinación de cloruros (Método de Mohr)

Se utiliza para determinar iones cloruro y bromuro de metales alcalinos, magnesio y amonio. La valoración se hace con solución patrón de nitrato de plata.

El método se basa en la formación de un precipitado ladrillo proveniente del cromato de plata formado a partir del precipitado de cloruro de plata, una vez que todo el Cl- haya reaccionado con el nitrato de plata.

La solución debe tener un pH neutro cercano a la neutralidad. Un pH de 8.3 es adecuado para la determinación. (Alais, C., 1986)

c. Determinación de calcio (Método AOAC 944.03)

Titulación por permanganato

El calcio se precipita a pH 4 como oxalato (si hay fosfato presente se puede eliminar con ácido acético), posteriormente el oxalato se disuelve en ácido sulfúrico liberando

ácido oxálico el cual se titula con una solución valorada de permanganato de potasio. (Alais, C., 1986)

Las reacciones del Calcio con Oxalato de Amonio son:

- (1) Precipitación del Calcio con Oxalato de Amonio.
- (2) Liberación del ácido oxálico por la acción del ácido sulfúrico sobre el oxalato.
- (3) Titulación del ácido oxálico con permanganato de potasio.

vii. Contenido en grasa

Para poder separar la materia grasa de la leche es necesario destruir el estado globular o extraerla por medio de un disolvente. Como se sabe, la emulsión es frágil y pueden destruirla reactivos muy diversos; los ácidos concentrados y calientes son los más empleados, lo mismo para la leche que para sus productos derivados.

De esta manera se logra, además de la destrucción de la "membrana" globular, la disolución total de la caseína y una buena separación de las dos fases. Este tratamiento puede provocar una degradación parcial de los glúcidos presentes, con formación de sustancias solubles en las grasas y en sus disolventes.

Los lípidos, junto con las proteínas y carbohidratos, constituyen los principales componentes estructurales de los alimentos.

Estos se definen como un grupo heterogéneo de compuestos que son insolubles en agua, pero solubles en disolventes orgánicos tales como éter, cloroformo, benceno o acetona.

El contenido total de lípidos se determina comúnmente por métodos de extracción con disolventes orgánicos (por ejemplo: Soxhlet, Goldfish, Mojonnier), también puede cuantificarse por métodos de extracción que no incluyen disolventes (por ejemplo, Babcock, Gerber) y por métodos instrumentales que se basan en sus propiedades físicas o químicas de los lípidos (por ejemplo, infrarrojo, densidad, y absorción es rayos X) (Alais, C., 1986)

a. Método de Soxhlet

Es una extracción semicontinua con un disolvente orgánico. En este método el disolvente se calienta, se volatiliza y condensa goteando sobre la muestra la cual queda sumergida en el disolvente. Posteriormente éste es sifoneado al matraz de calentamiento para empezar de nuevo el proceso. El contenido de grasa se cuantifica por diferencia de peso. (Alais, C., 1986)

b. Método de Goldfish

Es una extracción continua con un disolvente orgánico. Éste se calienta, volatiliza para posteriormente condensarse sobre la muestra. El disolvente gotea continuamente a través de la muestra para extraer la grasa. El contenido de grasa se cuantifica por diferencia de peso entre la muestra o la grasa removida. (Alais, C., 1986)

(Alais, C., 1986) describe que para la determinación de la materia grasa libre, se utilizan dos tipos de método:

(1) Métodos volumétricos.

Se mide simplemente el volumen de la fase grasa, separada de la fase acuosa por centrifugación, en aparatos graduados especialmente llamados butirómetros.

Método de Gerber: El método ácido-butirométrico de Gerber, sigue siendo el más utilizado para análisis de la leche, a pesar del empleo de un reactivo peligroso, el ácido sulfúrico.

Éste, así como los demás métodos volumétricos presentan un carácter un tanto cuanto empírico ya que varios factores afectan la gravedad específica de la grasa separada, variaciones propias de la grasa, ácidos grasos presentes, solubilidad de la grasa en los disolventes, etc. Con estos métodos volumétricos la muestra se sitúa en un butirómetro y se descompone utilizando ácidos o álcalis de manera que la grasa es liberada, esta se separa por métodos mecánicos y se colecta en el cuello calibrado.

(2) Métodos ponderales

La grasa se extrae mediante disolventes, en general el éter ordinario, ya sea de una manera discontinua, por decantaciones sucesivas en tubos, o de una manera continua en aparatos especiales hasta agotamiento, como el "Soxhlet" o el "Extractor B.B.S.". Tras la evaporación del disolvente, que no es más que un vehículo transitorio, se pesa la grasa. Son métodos precisos, pero de ejecución relativamente larga.

El reactivo empleado en la leche para liberar la grasa es el amoníaco (método de Rose-Gottlieb). La leche es un líquido de composición compleja, se puede aceptar que está formada aproximadamente por un 87.5% de sólido o materia seca total.

El agua es el soporte de los componentes sólidos de la leche y se encuentra presente en dos estados: como agua libre que es la mayor parte y como absorbida en la superficie de los componentes.

En lo que se refiere a los sólidos o materia seca la composición porcentual más comúnmente encontrada, es la siguiente:

Materia grasa (lípidos): 3.5-4%

Lactosa: 4.7%

Sustancias nitrogenadas: 3.5%

Minerales: 0.8%

A pesar de estos porcentajes en la composición de la leche se acepta como los más comunes, no es fácil precisar con certeza los mismos, pues dependen de una serie de factores aún para una misma vaca.

Esto hace que no todas las leches sean iguales en sus propiedades y la variación en la composición hace que determinadas leches sean útiles para la elaboración de cierto producto lácteo, pero a su vez es inapropiada para otros. De la misma manera, se tendrán algunas leches más nutritivas que otras.

Algunos de los factores que influyen en su composición son:

Ciclo de lactancia.

Incidencia de la alimentación.

Incidencia climática.

Incidencia del ordeño.

Incidencia de la raza.

viii. Prueba de formaldehído

La titulación con formaldehído es una prueba importante química de la leche. Ya que permite conocer el porcentaje de caseínas y de proteínas en la leche, importantes en la elaboración de productos lácteos.

Este el método más rápido, y probablemente el menos costoso, este reduce a una valoración acidimétrica. El volumen de solución de sosa valorada, necesaria para neutralizar la acidez resultante de la adición del formol, es proporcional a la cantidad de proteínas y de aminoácidos libres presentes.

Tiene la ventaja de ser simple y de una ejecución fácil, pero después de múltiples experiencias realizadas durante varias décadas, se ha llegado a la conclusión de que adolece de un defecto de presión, especialmente cuando se trata de aplicarlo a leches individuales.

El método de formol se conoce bajo diferentes nombres, que corresponden de variantes en el modo de operar: Método de SORENSEN y GRAF, de WALKER, de PYNE, de SCHULZE y KAY. (Alais, C., 1986)

ix. Determinación de inhibidores

La detección de inhibidores es una prueba que nos permite conocer la presencia en la leche de antibióticos tales como los β -lactámicos y las tetraciclinas, y por tanto su inutilización para el consumo humano.

Se trata de un test competitivo que utiliza dos receptores en una misma reacción.

Cuando se mezcla el reactivo contenido en el microtubo con la muestra de leche, ambos receptores pueden unirse a sus correspondientes analitos durante la primera incubación. Cuando la muestra de leche no tiene antibióticos, se produce la coloración de las líneas de captura presentes en la tira reactiva, indicando la ausencia de moléculas de antibiótico en la muestra. (Alais, C., 1986)

La presencia de antibióticos en la muestra se determina por la débil coloración de las líneas de captura existentes en la tira reactiva.

La interpretación visual se realiza a través de una comparación entre la intensidad de color de la línea test y la línea control. Las líneas test se corresponden con la inferior relativa a β -lactámicos y con la superior correspondiente a tetraciclinas. Si las líneas test son más visibles que la de control, la muestra se considera Negativa. Si las líneas test son igual de visibles que la línea control o menos visibles que ésta, la muestra se considera positiva. En caso de duda, la muestra se considera positiva. (Blanco, M. 2011)

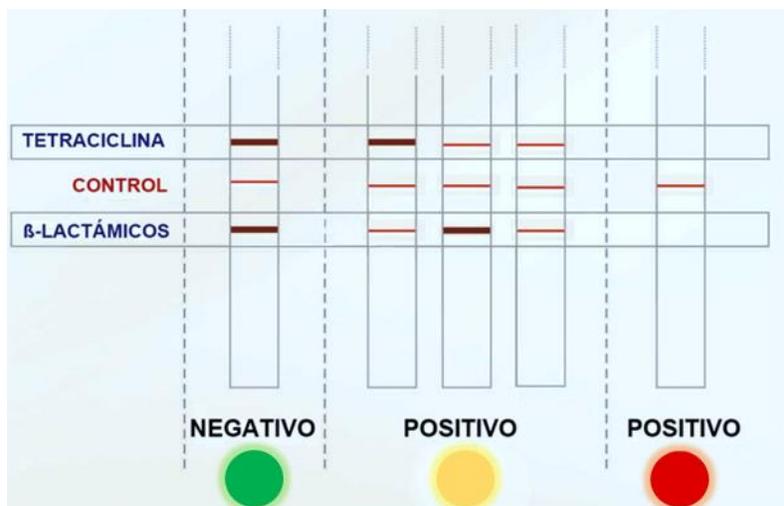


Figura 3. 26 Comparación entre intensidad de color de la línea test y de control (Blanco, M. 2011)

b) CÁRNICOS: Análisis físicos y químicos de los cárnicos

Se define en forma genérica como Carne la porción comestible, sana y limpia de los músculos de los bovinos, ovinos, porcinos y caprinos declarados aptos para la alimentación humana por la inspección veterinaria oficial, antes y después de la

faena, en la Figura 3.27 se presenta la composición básica de la carne según la especie (Guerrero, I. y Arteaga, M., 2012)

CARNE	AGUA	PROTEINA	GRASA	MINERALES	CONT ENERGÉTICO Kcal./100 g
VACUNO	76,4	21,8	0,7	1,2	96
TERNERA	76,7	21,5	0,6	1,3	93
CERDO	75	21,9	1,9	1,2	108
CORDERO	75,2	19,4	4,3	1,1	120
CABRA	70	19,5	7,9	1,0	153
CONEJO	69,6	20,8	7,6	1,1	155
POLLO	72,7	20,6	5,6	1,1	136
PAVO	58,4	20,1	20,2	1,0	270
PATO	63,7	18,1	17,2	1,0	234

Figura 3. 27 Composición básica de la carne, según la especie. Fuente: (Guerrero, I. y Arteaga, M., 2012)

Los principales análisis fisicoquímicos que se le realizan a las carnes son:

i. Determinación de pH

El pH, es un parámetro determinante de la calidad de la carne, ya que afecta a los procesos bioquímicos que tienen lugar durante la transformación del músculo en carne, influyendo directamente sobre la estabilidad y propiedades de las proteínas y características físico-químicas de la carne, así como en el color, terneza, sabor, capacidad de retención de agua y conservabilidad. (Auqui, S., 2014)

El músculo de un animal vivo presenta un pH comprendido entre 7,08 y 7,30. Sin embargo, tras el sacrificio del animal se detiene el flujo sanguíneo y da comienzo la generación de adenosín trifosfato (ATP) mediante la glucólisis anaeróbica a partir de la glucosa almacenada en el músculo en forma de glucógeno.

A medida que disminuyen los niveles de glucógeno se incrementa los metabolitos intermedios, principalmente el ácido láctico y otros ácidos orgánicos, provocando un descenso del pH que oscila entre 5,4 y 5,6 tras 24 o 48 horas *postmortem* (Auqui, S., 2014)

La determinación del pH en carnes desempeña, junto con los exámenes de coloración y textura, un papel importante en el control de calidad, tanto durante el transcurso de su elaboración, como en el producto terminado.

Como es sabido, esta determinación puede efectuarse por métodos potenciométricos o colorimétricos. La determinación electrométrica directa del pH en el tejido muscular puede practicarse, pero el manejo, ajuste y fragilidad del instrumento en el matadero o en la industria suele ser difícil. Por otra parte, la aplicación de papeles coloreados, indicadores de pH, no da resultados satisfactorios debido a que los colorantes destiñen y se presenta el “error de proteínas” debido a reacciones secundarias entre los colorantes del papel y las proteínas de la carne.

La determinación del valor del pH se realiza a través de una medición instrumental con un aparato denominado pH-metro, el cual se basa en el registro de la diferencia de potencial eléctrico entre un electrodo y otro de referencia, a una temperatura conocida. Existen diferentes tipos de electrodos clasificados según el material que están contruidos (metálicos y de vidrio) y según su forma y función (de inmersión u homogeneizado y de penetración). Así mismo, existen equipos que llevan acoplado un control de temperatura, ya que el valor del pH puede verse por ello siendo necesario realizar las correspondientes correcciones. (Auqui, S., 2014)

ii. Determinación de Bases nitrogenadas volátiles totales (BNVT)

a. Método de titulación

Las bases nitrogenadas volátiles se extraen en un medio alcalinizado, los componentes básicos volátiles se absorben en un receptor ácido. La concentración de BNVT se determina mediante valoración de las bases absorbidas, considerando que 1 ml de HCl 0.01N equivale a 14 mg de nitrógeno.

Un producto se considera fresco cuando el valor de BNVT es inferior a 20 mg N/100g, valores superiores son indicativos de alteración e inadecuados para su consumo cuando se alcanzan valores superiores a 35 mg N/100g. (Auqui, S., 2014)

b. Método de microdestilación

Las bases nitrogenadas volátiles se extraen con ácido tricloroacético, una vez alcalinizado, el extracto se somete a destilación al vapor y los componentes básicos volátiles se absorben en un receptor ácido. (Auqui, S., 2014)

iii. Capacidad de retención de agua (CRA)

La capacidad de retención de agua (CRA) se define como la cualidad que presenta la carne para mantener el agua de constitución durante la aplicación de fuerzas externas como pueden ser la gravedad, corte, calentamiento, picado o presión, siendo importante ya que puede afectar al peso y al valor económico de la carne y parámetros de calidad tales como la jugosidad, ternura y aspecto.

La parte muscular de los mamíferos contiene cerca del 75 % de agua, inmediatamente después del sacrificio lo cual puede variar con la especie, la edad, el músculo y el contenido de grasa. Sin embargo, transcurrido el sacrificio este contenido de agua disminuye como consecuencia de diversos procesos como la evaporación producida durante el almacenamiento, pérdidas por gravedad y/o presión como consecuencia de la sección de los tejidos, y principalmente durante el cocinado donde las pérdidas pueden superar el 40%. (Auqui, S., 2014)

(Auqui, S., 2014) afirma que dentro de los factores que pueden influir en la CRA, destacan los siguientes:

- a. Sistema de aturdimiento empleado: la estimulación eléctrica produce una caída muy rápida del pH y por consiguiente menor valor de CRA frente al empleo de cámara de CO₂.
- b. Suplementación con vitamina E: mejora la CRA en porcino.
- c. Ayuno previo al sacrificio: mejora la CRA al disminuir los depósitos musculares de glucógeno y, por tanto, aumenta el pH.
- d. Enfriamiento excesivamente rápido de la canal: tiene un efecto negativo sobre la CRA, especialmente si el nivel de energía del músculo es muy elevado.

(Auqui, S., 2014) menciona que en cuanto a los métodos para determinar la capacidad de retención de agua, Hamm (1986) propuso cuatro maneras diferentes de medir este atributo, según la forma en que se presente el músculo y a los mecanismos que la retienen en él:

- a. *Pérdidas por goteo* (drip loss): determinada por la formación de exudado sobre la carne sin la aplicación de fuerzas externas, por acción de la gravedad.
- b. *Pérdidas por descongelación* (thawing loss): determinada por el agua exudada tras el proceso de congelación y descongelación sin la aplicación de fuerzas externas.
- c. *Pérdidas por cocinado* (cooking loss): determinado por los fluidos liberados por el calentamiento o cocinado de la carne, sin aplicación de fuerzas externas.
- d. *Pérdidas por Presión* (jugo exprimible): se realiza en carne cruda y algunas veces descongelada a la cual se le aplican fuerzas externas originadas por compresión, centrifugación o succión.

El pH, la estabilidad oxidativa, el tipo de carne, así como la presencia de sales y otros aditivos pueden potenciar o reducir los valores de CRA; a un pH de 5.5 el valor de CRA es mínimo y alcanza un máximo a valores de pH cercanos a la neutralidad.

iv. Capacidad de emulsificación (CE)

Esta propiedad funcional se define como la cantidad de grasa que se puede emulsionar por gramo de carne. Esta característica es importante para evaluar la aptitud tecnológica de la carne destinada a la elaboración de productos de pasta fina como salchichas.

Los productos cárnicos de pasta fina se consideran sistemas tipo emulsión; están formados por dos fases, una matriz compleja formada por una solución salina que extrae proteínas miofibrilares que a su vez actúan como agentes emulgentes. La fase dispersa está formada por finas partículas de grasa. La CE disminuye en el

punto isoeléctrico (pH= 5.5) de las proteínas miofibrilares y aumenta a valores de pH cercanos a la neutralidad. (Auqui, S., 2014)

v. Contenido total de agua

Se puede determinar por desecación hasta peso constante, ya sea en una estufa al vacío (menos de 100 mm Hg) a 80-100°C; o en de ventilación forzada a 100-103°C. Para una mayor división de la muestra puede ser necesaria su desecación junto con un peso conocido de arena calcinada, tamizada y lavada, en la Tabla 3.16 se observa el contenido de agua en carnes y aves, antes y después de ser sometidas a cocción. (Auqui, S., 2014)

Tabla 3. 16 Contenido de agua en carnes y aves después de cocción

Nombre del producto	Porcentaje de agua	
	Crudo	Cocido
Carne blanca de pollo, con pellejo	69%	61%
Carne oscura de pollo, con pellejo	66%	59%
Carne molida de res, 85% magra	64%	60%
Carne molida, 73% magra	56%	55%
Carne de res, centro de cuarto trasero	73%	65%
Carne de res, del pecho, entera	71%	56%

Fuente: (Auqui, S., 2014)

vi. Actividad de agua (Aw)

En productos higroscópicos, es decir, que absorben humedad por diferentes mecanismos (por formación de hidratos, por la energía superficial, difusión, condensación, disolución o una reacción química) las moléculas de agua, presentes en el producto, no son retenidas por él con la misma intensidad o energía.

En efecto, sólo una parte del agua total contenida puede intercambiarse en condiciones normales entre el producto y el ambiente gaseoso que lo rodea (normalmente aire). Por lo tanto, el contenido total de agua comprende una porción

inmovilizada o ligada tenazmente por fuerzas físicas (atribuidas a fuerzas de Van der Waals o de formación de enlaces de H) a componentes polímeros como proteínas y polisacáridos, de modo que no se congela, ni actúa como disolvente; la otra porción corresponde al agua libre que evapora por el calor. (Auqui, S., 2014)

Si se coloca entonces el producto en un recipiente cerrado que forma una cámara de aire, el producto intercambia vapor de agua hasta llegar a una situación de equilibrio.

Esta porción de agua activa o libre se mide habitualmente en términos de su presión de vapor, expresada como porcentaje de la “humedad relativa de equilibrio” generada por el producto en dicho sistema cerrado y a temperatura constante.

Se entiende por “actividad de agua” a la relación entre la presión de vapor del agua contenida en el producto y la del agua pura, a la misma temperatura. Siendo igual a 1 para el agua pura, (Auqui, S., 2014) afirma que los valores en los diferentes productos son inferiores a la unidad y en el caso de los alimentos esta disminución en la presión de vapor del agua contenida con respecto al agua pura se debe a las siguientes circunstancias:

- a. Interacción de las moléculas de agua con los grupos polares de los componentes polímeros de los alimentos (proteínas, polisacáridos)
- b. Disolución de componentes hidrosolubles de los alimentos (sales, azúcares)
- c. Presencia de agua dentro de los poros capilares, la cual ejerce una presión menor que el agua existente en la superficie plana, por la distribución heterogénea del agua en el alimento.

vii. Color

Es una de las cualidades más importantes de la carne, ya que es el primer atributo que el consumidor puede apreciar y por lo tanto motivará su adquisición o no en el momento de la compra. Además, el color o apariencia externa de la carne se asocia inmediatamente con el término de frescura y salubridad del producto.

El color de la carne dependerá de la estructura y tipo de músculo, de la concentración de pigmentos hemínicos que contenga el músculo y del estado de oxidación del mismo. (Auqui, S., 2014)

El principal pigmento determinante del color de la carne y de los productos cárnicos de la carne es la mioglobina, en sus diferentes formas. El contenido de este pigmento en el músculo depende de diversos factores productivos (especie, raza, edad, sexo, músculo, tipo de alimentación, etc.) mientras que su estado de oxidación o desnaturalización dependerá de diversos procesos *post-mortem* tales como la reducción de temperatura y el descenso del pH, así como también el tiempo de almacenamiento y las condiciones de comercialización.

El color percibido puede definirse técnicamente como el atributo visual que se compone de una combinación de cualquiera de los contenidos cromáticos y acromáticos. (Guerrero, I. y Arteaga, M., 2012)

(Peña, F. 2015) afirma que la determinación del color de modo objetivo está siendo el sistema más utilizado

actualmente, y se basa en la transformación del color en valores triestímulos del espectro visible: rojo (X), verde (Y) y azul (Z), a partir de los cuales son transformados matemáticamente en coordenadas de color, siendo las más comunes aquellas del espacio del color CIElab definidas como:

L: (Luminosidad),

a: (rojo-verde)

b:(amarillo-azul)

Cada coordenada está representada en una escala: la coordenada **L** varía de 0 (toda la luz es absorbida: negro) a 100 (toda la luz es reflejada: blanco); la coordenada **a** representa el índice rojo que oscila de +60 (rojo) a -60 (verde) y la coordenada **b** representa el índice de amarillo y tiene un rango de variación de +60 (amarillo) a -60 (azul).

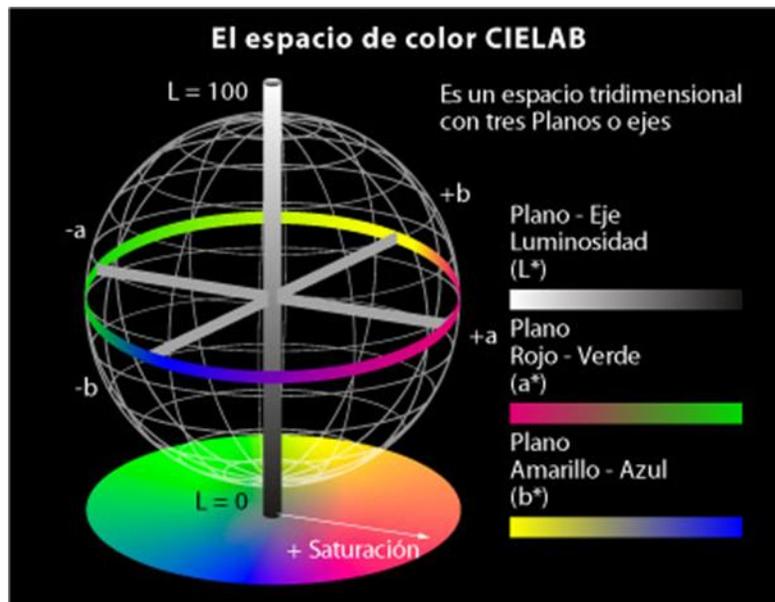


Figura 3. 28 El espacio de color CIElab. Fuente: (Peña, F. 2015)

- a. Análisis químico del contenido de pigmentos, desarrollado por Hornsey (1956). Este método se basa en la determinación del hierro hemo, el cual es extraído a través de solventes orgánicos. La intensidad del color es medida por espectrofotometría y comparado con un estándar de hematina.
- b. Medición de reflectancia superficial “Colorimetría”, realizado mediante instrumentos denominados colorímetros. Se basa en la determinación superficial de las coordenadas CIElab (L^* , a^* , b^*).

viii. Grasa intramuscular

Después del contenido de agua y proteínas, el porcentaje de grasa es el tercer componente mayoritario en la carne. Sin embargo, muchos factores influyen sobre su contenido, tales como la especie, raza, genotipo, sexo, estado fisiológico, alimentación, sistema de manejo, tipo de músculo, etc.; los cuales no solo afectan al contenido total de grasa intramuscular sino también al perfil lipídico de la misma, siendo de gran interés desde el punto de vista de la salud humana y, además puede tener efectos sobre determinados atributos sensoriales como el flavor, la textura y

el color, y puede afectar la estabilidad oxidativa de la carne durante la maduración post-mortem. (Guerrero, I. y Arteaga, M., 2012)

En la carne, los lípidos se encuentran localizados en el tejido adiposo (subcutáneo e intramuscular) y en el tejido muscular. La grasa subcutánea, generalmente es destinada a la industria cárnica como materia prima mientras que, la grasa intramuscular, por sus propias características, proporciona jugosidad a la carne, así mismo actúa como aislante durante los tratamientos térmicos al que es sometido evitando pérdidas de calidad, sin embargo, es la más susceptible a los procesos oxidativos. (Auqui, S., 2014)

En cuanto a la composición de ácidos grasos presentes en los lípidos de la carne, predominan los ácidos grasos libres y esterificados que presentan cadenas de 2 a 30 carbonos, de tipo saturado o insaturado.

Dentro de los métodos novedosos para determinar la grasa intramuscular, se encuentra el análisis de frecuencia por ultrasonidos que consiste en la penetración de ciertas ondas que reflejan o refractan las distintas zonas del músculo, es un método rápido, no invasivo ni destructivo; también existe el método por espectroscopia de infrarrojo cercano muy utilizado para la cuantificación de componentes de la carne (grasa, agua, etc.) y consiste en medir la cantidad de radiación del infrarrojo cercano absorbido por la carne, es una técnica rápida y no destructiva. (Auqui, S., 2014)

ix. Oxidación de lípidos

La oxidación de los lípidos es uno de los principales factores que limita la calidad y aceptabilidad de la carne y productos cárnicos, junto con el crecimiento microbiano.

Este fenómeno puede provocar la pérdida de capacidad de retención de agua, alteraciones en el color de la carne, generación de aromas anómalos o la producción de compuestos potencialmente tóxicos.

Este proceso de oxidación comienza en el animal vivo como consecuencia de la

aparición de sustancias capaces de reaccionar con el O₂ y que actúan como catalizadores del proceso, contribuyendo a la iniciación de la cadena de reacciones. Así mismo, las modificaciones que se van produciendo durante la maduración post mortem en las fibras musculares comprende un descenso de la defensa antioxidante y un incremento del grado de oxidación de lípidos y proteínas debido a la acción de radicales libres. En la Tabla 3.17 se resumen las modificaciones que se producen durante la maduración de la carne. (Auqui, S., 2014)

Tabla 3. 17 Modificaciones generadas durante la maduración de la carne

Interrupción de la circulación sanguínea
Bajada del pH hasta 5.5, debido al metabolismo anaerobio
Pérdida de función del sistema enzimático de defensa (glutación, peroxidasa, catalasa)
Pérdida de función de las proteínas secuestradores de hierro (transferrina, ceruloplasmina)
Actuación de las enzimas proteolíticas dependientes sobre las proteínas musculares
Destrucción parcial de la composición celular
Liberación de hierro unido a proteínas
Reacción en cadena catalizada por hierro
Inicio de la oxidación de los lípidos de las membranas celulares

Fuente: (Auqui, S., 2014)

c) FRUTAS Y HORTALIZAS: Análisis físico químicos de frutas y hortalizas

Las frutas son plantas o parte de plantas que se consumen crudas o cocidas como acompañantes del plato principal. Las hortalizas incluyen hojas, tallos, bulbos, raíces, tubérculos, flores, germinados y semillas. Existe una gran variedad de frutas y hortalizas disponibles en el mercado en diferentes formas: frescas, enlatadas, congeladas y secas. Usualmente las frutas y hortalizas frescas se cosechan previo a su punto óptimo de madurez y luego son almacenadas bajo temperaturas y ambientes controlados. (Salas, C., 2015)

Los análisis que comúnmente se le realizan tanto a las frutas como a las hortalizas son:

i. Acidez

El ácido cítrico existe en mayoría de las trazas en una variedad de frutas y verduras, especialmente en los cítricos. Los limones y limas tienen particularmente altas concentraciones de ácido; que pueden constituir hasta el 8% del peso en seco de estos frutos. Los valores de estos varían dependiendo de la variedad y de las circunstancias en las que se cultiva la fruta.

Dependiendo de la relación de ácido, puede haber derivaciones ligeras cuando se mide la acidez. En lugar de medir cada ácido orgánico separado, el ácido orgánico se mide usando un “conversión de acidez total”. Por ejemplo, las uvas contienen una mezcla de ácido tartárico y málico. Mediante la medición de la acidez total y la conversión a ácido tartárico, la combinación de los ácidos se puede medir. Del mismo modo, los tomates contienen una abundancia de ácidos cítrico y málico, la medición de la acidez total y la conversión a cítrico permite obtener el valor de ácido. El porcentaje de acidez se define como la cantidad de ácido predominante en las frutas. (Salas, C., 2015)

Algunos de los ácidos que se encuentran más comúnmente, se presentan en la Tabla 3.18

Tabla 3. 18 Ácido predominante, según la fruta

Fruta	Ácido	Fruta	Ácido
Manzana	Málico	Frambuesas	Cítrico.
Cerezas	Málico.	Fresas	Cítrico.
Mora	Málico	Pera	Cítrico.
Melocotones	Predomina con cítrico.	Piña	Cítrico.
Ciruelas	Málico.	Zarzamora	Cítrico
Membrillo	Málico.	Naranjas	Cítrico.
Durazno	Málico.	Limones	Cítrico
Uvas espina	Cítrico	Uvas	Tartárico y málico
Pitahaya	Málico	Higo	Tartárico
Banano	Málico.	Tomates	Cítrico.

Fuente: (Salas, C., 2015)

Comúnmente la acidez se determina mediante una valoración también conocida como titulación. El resultado (para el índice de acidez) se expresa como el % del ácido predominante en el material, en la figura, se representa el ácido predominante según algunas frutas. (RedAgricola, 2017)



Figura 3. 29 Ácido predominante para el índice de acidez en la fruta. Fuente: (RedAgricola, 2017)

ii. Contenido de sólidos solubles.

El contenido de sólidos solubles se determina con el índice de refracción. Este método se emplea mucho en la elaboración de productos de frutas y hortalizas, para determinar la concentración de sacarosa de estos productos.

La concentración de sacarosa se expresa con el grado Brix. A una temperatura de 20°C, el grado Brix equivale al porcentaje de peso de la sacarosa contenido en una solución acuosa. Si a 20°C una solución tiene 60 °Brix, esto significa que la solución contiene 60% de sacarosa o 60 gramos de azúcar por cada 100 gramos de muestra.

En productos tales como jugos y mermeladas, la presencia de otras sustancias sólidas influye en la refracción de la luz. Sin embargo, el índice de refracción y el grado Brix son suficientes para determinar el contenido de sólidos solubles en el producto. (Salas, C., 2015)

Cuando se toma el índice de refracción a temperaturas diferentes de 20°C, se utiliza una tabla con lecturas de corrección.

Tabla 3. 19 Corrección para grados Brix

°Brix	10	15	20	25	30	40	50	60	70
°C Para restar de la lectura									
15	0.31	0.33	0.34	0.34	0.35	0.37	0.38	0.39	0.40
16	0.25	0.26	0.27	0.28	0.28	0.30	0.30	0.31	0.32
17	0.19	0.20	0.21	0.21	0.22	0.22	0.23	0.24	0.24
18	0.13	0.14	0.14	0.14	0.14	0.15	0.15	0.16	0.16
19	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08
Para adicionar a la lectura									
21	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08
22	0.14	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.16	0.16	0.16
23	0.21	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.24	0.24	0.24
24	0.28	0.29	0.30	0.30	0.31	0.31	0.31	0.32	0.32
25	0.36	0.37	0.38	0.38	0.39	0.40	0.40	0.40	0.40

Fuente: (Salas, C., 2015)

En lecturas hechas a temperaturas menores de 20°C, se resta la cantidad indicada en la tabla del valor obtenido. En las lecturas a temperaturas mayores a 20°C, se sumará la cantidad indicada en la tabla y el valor obtenido. Por ejemplo, si se busca la corrección de 44 °Brix a 18°C, se consulta la columna más cercana; en este caso, la de 40 °Brix. Así se obtiene la lectura corregida de 43.85 °Brix. (Salas, C., 2015)

El índice de refracción se determina con refractómetros derivados del aparato de Abbe. Por comodidad se usa mucho el refractómetro portátil que normalmente tiene sólo una escala en grados Brix, que se representa en la figura 3.30.



Figura 3. 30 Refractómetro y sus partes. Fuente: (TP Laboratorio Químico, 2021)

iii. **Materia seca, humedad y cenizas**

Mediante la evaporación del agua contenida en un producto, se determina el porcentaje de materia seca y la humedad de dicho producto. La evaporación se efectúa en una estufa a una temperatura constante de 105°C o 110°C.

Muchos productos vegetales independientes del proceso de elaboración contienen agua en mayor o menor proporción. En los tejidos vegetales el agua existe en dos formas; libre y ligada. El agua libre o absorbida que es la forma predominante, es la que se considera en la mayor parte de los métodos usados para el cálculo del contenido de agua. El agua ligada, se encuentra como agua de cristalización o ligada a las moléculas de proteínas y sacáridos. (Salas, C., 2015)

Para determinar el contenido de cenizas, el producto se incinera en una mufla o en un horno de alta temperatura. Todos los alimentos contienen elementos minerales formando parte de compuestos orgánicos e inorgánicos. En las cenizas de vegetales predominan los derivados del potasio, mientras que en las cenizas de animales predominan las del sodio.

Los análisis se hacen dobles, para un mejor control de los resultados, y no deben diferir mucho entre sí. Si los resultados difieren considerablemente, esto indica que se ha hecho un mal muestreo o que el manejo de las muestras fue deficiente. (Salas, C., 2015)

iv. **pH**

La escala de pH mide la concentración de hidrógenos cargados positivamente, que están presentes en una sustancia, cuando la concentración de iones de hidrogeno aumenta, también lo hace su acidez.

El valor del pH en los alimentos se puede medir de diversas maneras, la forma más precisa y sencilla de hacerlo es utilizando un potenciómetro o pH-metro, este aparato, cuenta con un bulbo sensor que se introduce en el alimento, en dicho bulbo

se encuentran los electrodos, uno calibrado y uno sensibles a los iones H⁺, al activarlo la diferencia de potencial entre los electrodos informa en una pantalla, digital sobre el valor exacto de pH en la muestra analizada. El pH se ve afectado ligeramente por la temperatura. (Salas, C., 2015)

Los valores de pH en los alimentos, no son constantes, varía en función de la variedad y el grado de madurez, además de su temperatura, por lo que siempre es recomendable realizar las mediciones a 20 °C, en la tabla 3.20, se muestran algunos valores de pH en frutas y hortalizas, los cuales podrían variar un poco de acuerdo a lo antes mencionado. (Salas, C., 2015)

Tabla 3. 20 pH en Frutas y Hortalizas

Fruta	pH	Hortaliza	pH
Manzanas	3.4 a 3.9	Zanahoria	4.9 a 5.2
Higos	4.6	Tomate	4.2 a 4.9
Plátano	4.5 a 5.2	Remolacha	4.9 a 5.6
Limón	2.2 a 2.4	Col	5.2 a 6.0
Lima	1.8 a 2.0	Coliflor	5.6
Fresas	3.0 a 3.5	Apio	5.7 a 6.0
Melón	6.3 a 6.7	Pepino	5.1 a 5.7
Papaya	5.2 a 5.8	Berenjena	4.5 a 5.3
Piña	3.3 a 4.8	Cebolla	5.3 a 5.8
Ciruelas	2.8 a 4.6	Guisantes	5.8 a 7.0
Melocotón	3.4 a 3.6	Pimientos	4.6 a 4.9
Arándanos	3.7	Lentejas	6.3 a 6.8
Uvas	3.4 a 4.5	Calabacín	5.8 a 6.2

Fuente: (Salas, C., 2015)

v. Temperatura

El enfriamiento de los productos no climatéricos frena simplemente su ritmo de deterioro; en los climatéricos en cambio, retrasa además el comienzo de la maduración. Descendiendo la temperatura no solo se frena la producción de etileno sino también la velocidad de respuesta de los tejidos al citado gas, de manera que cuanto más baja sea la temperatura mayor tendrá que ser, a una determinada concentración de etileno, el tiempo de exposición requerido para que la maduración se inicie. No existe una temperatura ideal para el almacenamiento de todas las

frutas y hortalizas, dado que son distintas sus respuestas a las bajas temperaturas. (Salas, C., 2015)

vi. Firmeza

La firmeza es una de las técnicas más utilizadas en el control de la maduración de la fruta. Se trata de una técnica muy sencilla cuyos resultados se obtienen en cuestión de segundos. Además, el instrumento que se utiliza para aplicar esta técnica (el penetrómetro Figura 3.31) es una herramienta relativamente barata y de un tamaño reducido que permite hacer mediciones en campo con suma facilidad.

La firmeza es uno de los métodos físico-químicos que mejor se relaciona con el estado de maduración de la fruta, ya que la dureza de la pulpa está directamente relacionada con la madurez de la muestra. (HUALIX, 2020)



Figura 3. 31 Penetrómetro. Fuente: (HUALIX, 2020)

vii. Colorimetría

La colorimetría es el único de los métodos físico-químicos que no requiere la destrucción de la muestra. Para realizar la medición se utiliza un aparato calibrado denominado colorímetro. InfoAgro, 2020

En el caso de variedades rojas se realizan mediciones de color tanto en las zonas más coloreadas como en las menos coloreadas. En cambio, en las variedades verdes y amarillas se miden varios puntos y se hace la media.

La función del colorímetro es describir la coloración de la epidermis de la pieza de fruta objeto de la medición.

Para ello devuelve tres parámetros, **L**, **a**, **b**, siguiendo el estándar CIELab

La saturación nos da la pureza de un color y el tono es el color propiamente dicho.

Para el cálculo se utilizan las siguientes expresiones:

$$\text{saturation} = (a^2 + b^2)^{1/2}$$

$$\text{Tonos en variedades rojos} = \tan^{-1} \frac{b}{a}$$

$$\text{Tono en variedades verdes y amarillas} = a + b$$



Figura 3. 32 Colorímetro digital. Fuente: InfoAgro, 2020

viii. Índice de almidón

Durante el proceso de maduración, el almidón de algunas variedades de fruta se rompe en azúcares. Esta conversión empieza en el corazón del fruto y avanza por la pulpa hacia la periferia. La pauta de conversión del almidón es característica de

cada variedad y para cuantificarla se pueden utilizar diferentes escalas. (Caudan, A. 2015)

La utilización de yodo, que reacciona con el almidón formando un color negro, permite visualizar las zonas en las que todavía existe almidón, como se observa en la Figura 3.33.

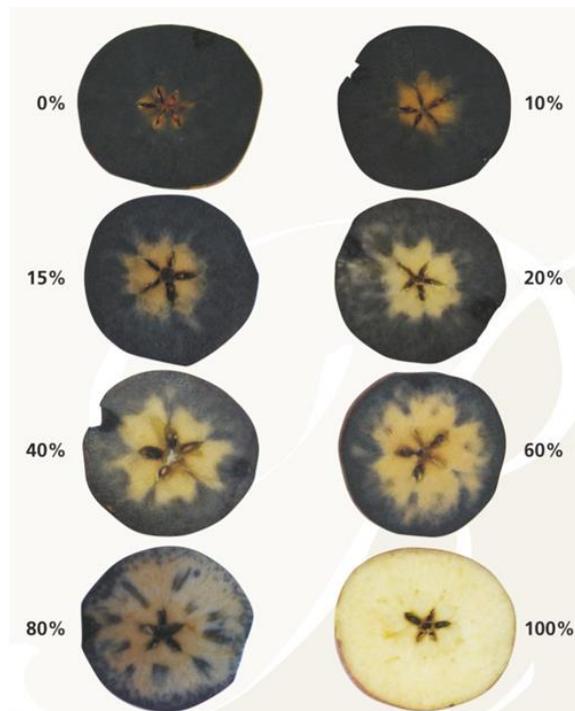


Figura 3. 33 Pruebas de almidón en frutos. Fuente: (Caudan, A. 2015)

d) GRASAS Y ACEITES: Análisis físico y químicos de grasas y aceites

El grupo de aceites y grasas incluye alimentos de origen animal y vegetal que casi en su totalidad están compuestos por lípidos, es decir, grasas. Aunque en todos ellos la composición sea básicamente lípidos, la calidad de éstos será muy distinta dependiendo del producto; así, podrán ser más ricos en ácidos grasos monoinsaturados o poliinsaturados o saturados o incluso ácidos grasos tipo “trans”.

Todos los alimentos pertenecientes a este grupo (aceites, mantequilla, margarina) poseen un elevado valor calórico. (FEN (Fundación Española de Nutrición), 2016)

Los aceites son líquidos llenos de grasa que obtenemos de las semillas o los frutos oleaginosos, es decir, los que contienen muchas grasas.

La mantequilla es una grasa, pero también es un derivado lácteo. La margarina es una grasa que obtenemos de otras grasas de origen vegetal o de origen animal y que tratamos en la industria para que se parezca lo más posible a la mantequilla, pero más fácil de usar, en la Figura 3.34 se encuentra el porcentaje aproximado, de los componentes principales entre el aceite de girasol, el aceite de oliva y la mantequilla. (FEN (Fundación Española de Nutrición), 2016)

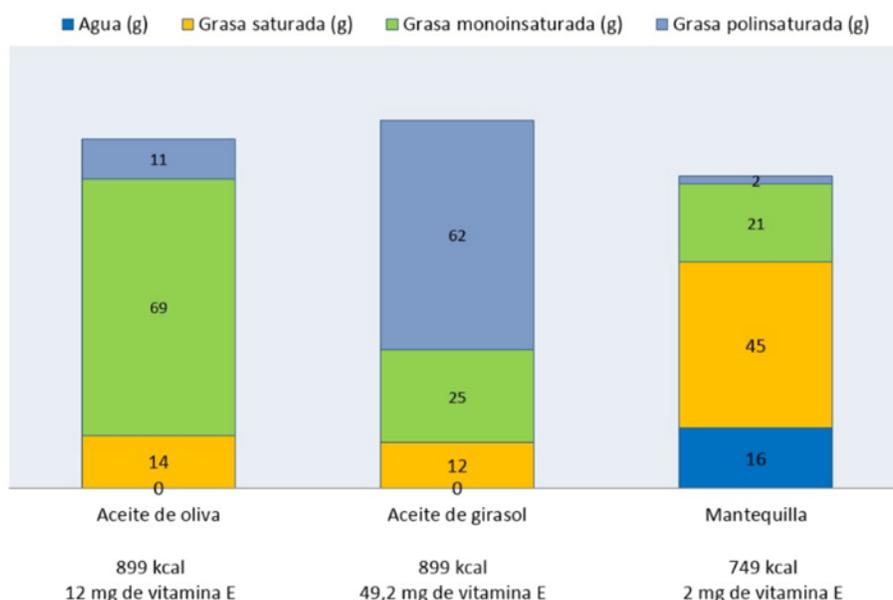


Figura 3. 34 Porcentaje aproximado de componentes principales entre aceites Fuente: (FEN (Fundación Española de Nutrición), 2016)

Existe un gran número de análisis para evaluar las características físicas y químicas de las grasas y aceites a lo que continuamente se añaden nuevos procedimientos, sobre todo instrumentales, que son más rápidos y exactos; sin embargo, los tradicionalmente empleados son de rutina en muchos laboratorios e industrias y se usan para llevar a cabo un control de calidad adecuado. Los resultados de estos

análisis ofrecen mucha información sobre la naturaleza, el origen y el posible comportamiento de las grasas y aceites en diferentes condiciones de almacenamiento y procesamiento.

i. Índice de saponificación o de Koettsdorfer (IS)

Se define como los miligramos de KOH necesarios para saponificar 1 g de grasa, reacción en la que intervienen triglicéridos, diglicéridos, monoglicéridos, ácidos grasos libres y cualquier otro lípido saponificable. Es equivalente a la masa en mg de KOH necesaria para neutralizar los ácidos grasos libres y los ácidos grasos liberados de los glicéridos, luego de su saponificación. (Manrique, G., 2014)

(Manrique, G., 2014) afirma que para determinarlo, la grasa o aceite se saponifica con un exceso medido de KOH y luego se valora el excedente de KOH frente a HCl normalizado con fenolftaleína como indicador. El procedimiento incluye la saponificación bajo reflujo de 4-5 g de aceite filtrado con 50 mL de KOH aproximadamente 0,5 M en etanol al 96 % durante 30-60 min.

El exceso de KOH se determina por retro-titulación con solución estandarizada de HCl 0,5 M en presencia de fenolftaleína.

$$IS = (V1HCL - V2HCL)MHCL * \frac{56.108}{m}$$

Donde:

- a. V1 HCl: Volumen de HCl consumido en la valoración del ensayo blanco (sin grasa)
- b. V2 HCl: Volumen de HCl consumido en la valoración de la muestra
- c. MHCl: Molaridad del HCl
- d. m: masa en gramos de la muestra

Puede deducirse que, a mayor IS, mayor concentración de ácidos grasos de bajo peso molecular (IS es mayor para una grasa dada, en la medida que aumenta el número de funciones éster saponificables/ g de la misma).

Algunos valores orientativos de este índice son:

- a. Grasas: de 160 a 250 (manteca: 230)
- b. Aceites vegetales: alrededor de 190 (coco y palma: 260)

ii. Índice de acidez (IA)

Se define como la masa en mg de KOH necesaria para neutralizar la acidez libre en 1 gramo de grasa. Mediante este índice se evalúan, esencialmente, los ácidos grasos libres. Este índice es indicativo de la calidad de un aceite o grasa, pudiéndose relacionar tanto con las características de la materia prima utilizada como con el procesamiento. Así, por ejemplo, la calidad del aceite de oliva se relaciona directamente con el grado de hidrólisis de los triglicéridos componentes. En la medida que este grado aumenta, la cantidad de ácidos grasos libres se incrementa, aumentando consecuentemente su acidez, con el detrimento proporcional de su calidad. En este sentido, la calidad de un aceite de oliva dependerá del tipo de aceituna, de su estado y grado de maduración como se observa en la Figura 3.35, como así también de las condiciones de procesamiento y almacenamiento del aceite. (Manrique, G., 2014)

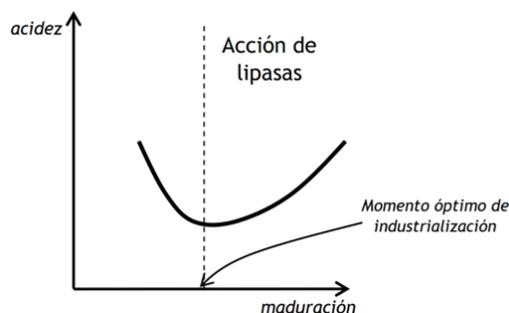


Figura 3. 35 Acidez según grado de maduración de los aceites. Fuente: (Manrique, G., 2014)

Los ensayos de acidez permiten asegurar y mantener un estándar de calidad y frescura deseados para el aceite.

En función de la acidez (expresada como equivalentes de ácido oleico), nuestra legislación determina los siguientes tipos de aceites de oliva: Extra virgen: máx. 0,8 % Virgen: máx. 2 % Virgen corriente: máx. 3,3 % Refinado: máx. 0,3 % Sin otro calificativo: máx. 1,0 %

(Manrique, G., 2014) afirma que la técnica para la determinación del IA se basa en la solubilidad diferencial, en alcohol frío, de los ácidos grasos libres frente a los glicéridos.

$$IS = (V1KOH - V2KOH)MHCL * \frac{56.108}{m}$$

Donde:

- a. V1 KOH: Volumen de KOH consumido en la valoración de la muestra
- b. V2 KOH: Volumen de KOH consumido en el blanco del ensayo
- c. MHCl: Molaridad del KOH
- d. m: masa en gramos de la muestra

Algunos valores orientativos de este índice son:

- a. Aceites y grasas refinados: de 0,2 a 1
- b. Aceites y grasas crudos: de 1 a 10
- c. Ácidos grasos libres: de 80 a 260 (dependiendo del Peso Molecular)

iii. Equivalente de saponificación (ES)

Para una grasa que está formada por un solo tipo de triglicérido, el ES se corresponde con el peso molecular del mismo. (Manrique, G., 2014) Podemos escribir la reacción correspondiente a la saponificación de dicho triglicérido como la Figura 3.36:

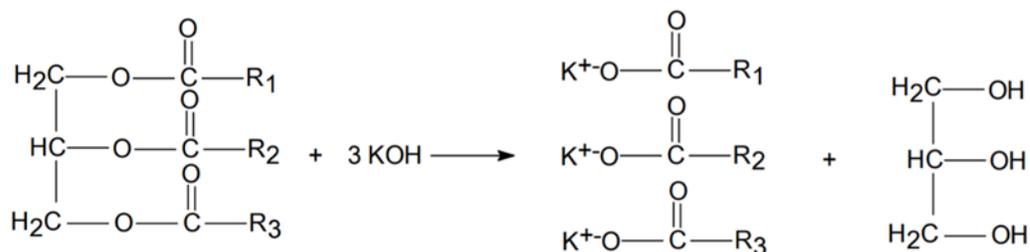


Figura 3. 36 Reacción de Saponificación. Fuente: (Manrique, G., 2014)

Por definición, son necesarios IS mg de KOH para saponificar 1 g de grasa, por lo que, según la estequiometría de la reacción, $(3 \times \text{PMKOH})$ mg de la base reaccionarán con un mol del triglicérido. Así, puedo conocer su peso molecular mediante la expresión:

$$\text{PMTG} = (3 * 56.108 * 1000) / \text{IS}$$

Considerando que la materia grasa está compuesta por una mezcla de distintos triglicéridos, este valor representa en realidad un peso molecular promedio de los triglicéridos componentes. Si se descuenta del mismo el peso del radical glicerilo, se puede aproximar un peso molecular medio de los ácidos grasos componentes presentes en la grasa. (Manrique, G., 2014)

iv. Índice éster (IE)

Representa la masa en mg de KOH necesaria para saponificar los glicéridos presentes en 1 g de grasa. Podemos aproximarlos mediante la siguiente expresión:
 $\text{IE} = (\text{IS} - \text{IA})$

El IE permite obtener una mejor aproximación del peso molecular promedio de los triglicéridos de una grasa. (Manrique, G., 2014)

v. Índice de Reichert-Meissl (IRM) e índice de Polenske (IPo)

Ambos índices pueden determinarse conjuntamente y resultan útiles para diferenciar grasas ricas en ácidos láurico (C12), eicosanoico (C20) y docosanoico (C22) de otras ricas en ácidos palmítico (C16) y esteárico (C18).

La técnica se basa en una destilación por arrastre con vapor de agua y se fundamenta en el hecho de que los ácidos grasos volátiles son arrastrados por el vapor (C4 a C14), mientras que los no volátiles no lo son (C16 y superiores). A su vez, los ácidos grasos que resultaron arrastrados por el vapor de agua, pueden separarse de acuerdo a su solubilidad. C4 y C6 resultan solubles en agua fría, mientras que C8 a C12 y parte de C14 son insolubles en agua y solubles en alcohol. En la práctica, se saponifica una cantidad dada de la grasa con un exceso de KOH en glicerol (no se utiliza alcohol, ya que éste destilaría solubilizando todos los ácidos grasos volátiles). Los jabones obtenidos se acidifican con ácidos no destilables, como H₂SO₄ o H₃PO₄, (para no interferir en la valoración posterior), y los ácidos obtenidos son arrastrados con vapor de agua. Se procede luego a fraccionar los ácidos arrastrados en agua y alcohol para una posterior valoración. (Manrique, G., 2014)

vi. Índice de Kirschner (IK)

Sirve para diferenciar grasas de acuerdo a su contenido en ácido butírico. De la fracción de ácidos arrastrados por vapor de agua y solubles en agua fría (C4 y C6), se puede diferenciar el ácido butírico, obteniendo las sales de plata de ambos. (Manrique, G., 2014)

En la Tabla 3.21, se presentan índices que se relacionan con la estructura de los ácidos grasos componentes, en particular en lo referente a su grado de insaturación, lo que a su vez tiene importancia a la hora de evaluar la identidad, pureza y grado de frescura de una grasa.

Tabla 3. 21 Índices según la estructura de los ácidos grasos componentes.

ÍNDICE	Manteca	Aceite de coco	Aceite de palmiste	Grasas y aceites ordinarios
IS	210-240	245-260	240-250	< 200
IRM	22-34	6-8	5-7	< 1
IP	2-4	14-18	10-12	< 1
IK	20-26	1-2	0,5-1	< 0,5

Fuente: (Manrique, G., 2014)

vii. Índice de Yodo (II)

Se define como la masa de yodo (atómico), en gramos, que se adiciona a las instauraciones presentes en 100 g de materia grasa. A mayor II, mayor grado de insaturación de la grasa. (Manrique, G., 2014) afirma que los valores típicos de este índice son:

- a. Ácido oleico: 90, ácido
- b. Linoleico: 181
- c. Ácido linolénico: 274

Este índice se ve afectado por la presencia de otras sustancias acompañantes insaturadas.

Si bien se habla de índice de yodo (II), no es el yodo molecular (I_2) el que se utiliza en el ensayo para Determinarlo, esto es debido a que las reacciones de adición de I_2 a dobles enlaces no son cuantitativas, siendo dependientes de la configuración de los dobles enlaces, solvente y otras condiciones experimentales, resultando así difíciles de reproducir. En su defecto se utilizan estrategias experimentales que hacen uso de Bromo (Br_2), y de los mono halogenuros de yodo: ICl y IBr. (Manrique, G., 2014)

I. Método de Kaufmann

Utiliza un exceso medido de Br_2 en metanol para halogenar la grasa. El excedente de halógeno que no se adicionó a los dobles enlaces, se reduce frente a una solución de KI, y el I_2 resultante se retrovalora con una solución normalizada de $Na_2S_2O_3$. (Manrique, G., 2014)

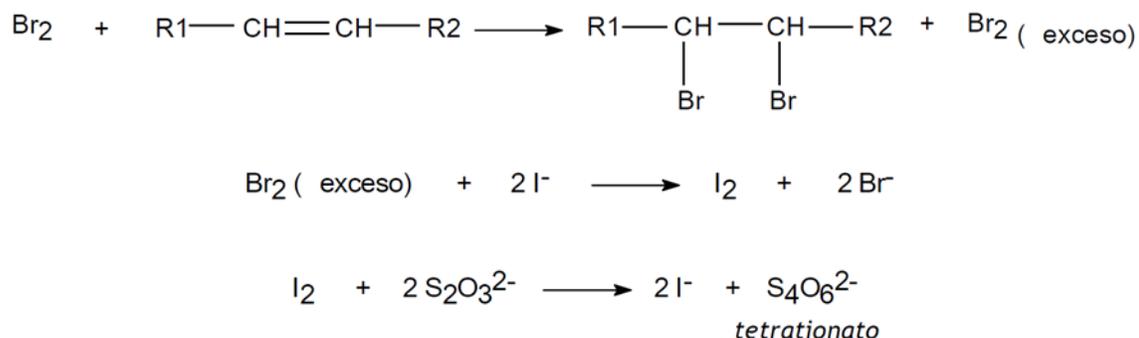


Figura 3. 37 Reacción del método de Kaufmann. Fuente: (Manrrique, G., 2014)

II. Método de Wijs

Utiliza solución de ICl en ácido acético glacial:

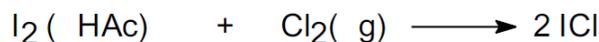


Figura 3. 38 Reacción del método de Wijs. Fuente: (Manrrique, G., 2014)

Se hace reaccionar la grasa con un exceso medido de ICl. El ICl que no se adicionó a los dobles enlaces, se reduce frente a una solución de I⁻, y el I₂ resultante se retrovalora con una solución normalizada de Na₂S₂O₃. (Manrrique, G., 2014)

viii. Índice de acetilo (IAC)

Corresponde a la masa en mg de KOH necesaria para neutralizar el ácido acético proveniente de la hidrólisis de 1 g de grasa, previamente acetilada. (Manrrique, G., 2014) afirma que la determinación de este índice incluye dos etapas:

- a. Una masa dada de grasa se acetila mediante ácido acético o anhídrido acético
- b. El ácido acético incorporado por acetilación de la grasa se libera por hidrólisis en medio H₂SO₄ y se arrastra con vapor de agua para luego valorar el destilado.

El arrastre conjunto de ácidos grasos volátiles representa una fuente de error. Una variante para determinar este índice es mediante el IS de la grasa acetilada y sin acetilar.

ix. Índice de hidroxilo (IH)

Corresponde a la masa en mg de KOH necesaria para neutralizar el ácido acético que se combina por acetilación con 1 g de grasa.

Para determinarlo, una masa de la muestra se acetila con una cantidad en exceso conocida de anhídrido acético en piridina. El anhídrido acético que no reaccionó se hidroliza y finalmente el hidrolizado se valora frente a una solución alcohólica de KOH con fenolftaleína como indicador.

Se requiere de un blanco realizado bajo las mismas condiciones, pero sin la muestra. Este índice no distingue hidroxilos, es decir, reaccionan todos los disponibles en la muestra. (Manrrique, G., 2014)

x. Índice de peróxidos (IPO)

Es una medida del O₂ absorbido por la grasa en la forma de –O-O- (peroxilo) y se define como la masa de O₂ activo contenida en 1 Kg de grasa. (Manrrique, G., 2014)

a. Método de Wheeler

Se hace reaccionar la grasa en cloroformo en medio de ácido acético con KI. El I₂ formado se valora luego con una solución normalizada de Na₂S₂O₃. (Manrrique, G., 2014)

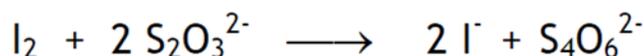


Figura 3. 39 Reacción de índice de peróxidos según el método de Wheeler.
Fuente: (Manrrique, G., 2014)

Valores orientativos para este índice, a excepción del aceite de oliva, son:

IPO < 6: calidad buena

IPO > 10: índice de alteración oxidativa

b. Determinación de la oxidabilidad

Es un ensayo que sirve para evaluar la estabilidad o vida útil de un aceite o grasa bajo determinadas condiciones. Se induce artificialmente una alteración acelerada de la materia grasa, y a T constante se va determinando el IPO a distintos tiempos. Se obtienen gráficos como el siguiente:

(Manrique, G., 2014) afirma que con los resultados de este ensayo puede estimarse el tiempo de vida media de una grasa, como se muestra en la figura 3.40:

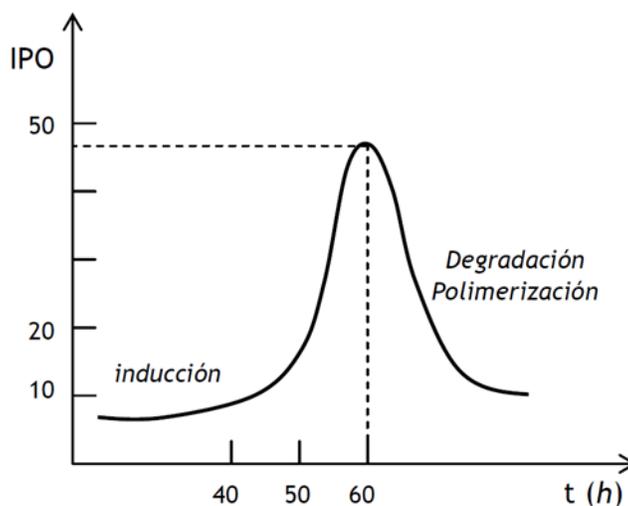


Figura 3. 40 Determinación de la vida media de una grasa. Fuente: (Manrique, G., 2014)

IPO a las 48 hs a 60 °C:

8 – 12 Estable

20 – 24 Media (3 o 4 meses a T ambiente)

> 24 Poco estable

e) BEBIDAS: Análisis físicos y químicos de bebidas

La palabra bebida es una palabra de uso común que se refiere a todo tipo de líquidos (naturales o artificiales) que puedan ser utilizados para el consumo humano. Desde

el agua potable hasta los productos líquidos más exóticos pueden ser considerados bebidas siempre y cuando su consumo esté permitido para el hombre. Cuando se habla de bebidas se hace referencia principalmente a aquellos productos que suponen cierta elaboración como lo pueden ser las bebidas gaseosas, los jugos, las infusiones o las bebidas alcohólicas. Sin embargo, como el agua potable también es consumida como bebida, la misma puede fácilmente entrar dentro de esta categoría.

Algunas de las pruebas fisicoquímicas que se les realizan a las bebidas son:

i. Medición del pH

El valor de pH es un parámetro importante en el control de calidad de las bebidas. Tiene una influencia esencial en la digestibilidad, el sabor y la estabilidad de las bebidas. (Metrohm, 2014)

Durante la fermentación alcohólica, el valor de pH controla la actividad de las enzimas, por lo que debe comprobarse regularmente.

Los requisitos del electrodo de pH que se usa para las medidas son tan diversos como la variedad de bebidas para ser analizadas. La selección de un diafragma adecuado para el tipo de bebida es especialmente importante, dado que, de lo contrario, la muestra puede bloquear el puente salino. Esto puede dar como resultado valores de medida inexactos, algunos valores de pH promedio se presentan en la Tabla 3.22.

Tabla 3. 22 pH promedio en bebidas comerciales.

Nombre comercial de la bebida	pH promedio
Coca-Cola	2.30
Sprite	3.32
Jugo de Naranja	2.89
Jugo del Valle naranja	2.76
Jugo del Valle Limón	2.81
Red Bull	2.98
Monster	3.22
Powerade (Sabor uva)	2.63
Fuze tea, té de limón	2.96

Fuente: (Metrohm, 2014)

Determinación de pH en bebidas alcohólicas El valor de pH es muy importante para los sistemas biológicos. Influye en el crecimiento de los microorganismos, en la coloración o tonalidad, en el sabor, el potencial redox, el comportamiento del SO₂ libre y combinado, en la posibilidad de formación o impedimento de enturbiamientos por fosfato de hierro, etc. (Metrohm, 2014)

No existe una relación directa entre el valor de pH y la acidez total titulable; en cambio, existe una relación (empírica) entre el valor de pH y la relación tartrato potásico/ ácido tartárico. (Metrohm, 2014)

La medición se hace a partir de un pH-metro digital, como la Figura 3.41:



Figura 3. 41 pH-metro digital. Fuente: (TP Laboratorio Químico, 2021)

ii. Alfa ácidos en lúpulo

El lúpulo tiene un papel importante en el proceso de elaboración de la cerveza; dado que influye de manera determinante en el sabor, amargura y conservación de la cerveza. Los alfa ácidos que contiene el lúpulo son decisivos para la amargura de la cerveza. La amargura se indica en IBU (International Bittering Units), siendo 1 IBU el equivalente a 1 mg de alfa ácidos disueltos. Para lograr la amargura deseada al finalizar el proceso de elaboración de la cerveza, la cantidad de lúpulo agregada debe estar dosificada con exactitud. Dependiendo del tipo de cerveza, se utilizan diferentes tipos de lúpulo con diferentes cantidades de alfa ácidos. Según la European Brewery Convention, la cantidad de alfa ácidos se determina mediante

titulación conductométrica con acetato de plomo. Este método se puede utilizar para todos los productos del lúpulo como, por ejemplo, la planta de lúpulo, pellets de lúpulo o extracto de lúpulo. (Metrohm, 2014)

iii. Titulación termométrica

La titulación termométrica es un método de determinación adecuado para una amplia gama de aplicaciones y complementa la titulación potenciométrica; especialmente cuando los sensores potenciométricos no son adecuados para la aplicación correspondiente. El único requisito para la titulación termométrica es una modificación de la temperatura lo suficientemente grande en la solución de la muestra. (Metrohm, 2014)

a. El principio de la titulación termométrica

Cada reacción química va asociada a un cambio en la entalpía de la reacción. Esto provoca bien un incremento (reacción exotérmica), bien un descenso (reacción endotérmica) de la temperatura de la solución de la muestra. (Maldonado, C. y Rodolfo, E., 2012)

La adición continua del reactivo de titulación modifica la temperatura en la solución de la muestra hasta que todo el analito reacciona de manera cuantitativa. (Metrohm, 2014) Este es el punto final de la titulación, que se puede reconocer en la curva de titulación por un doblez según la Figura 3.42.

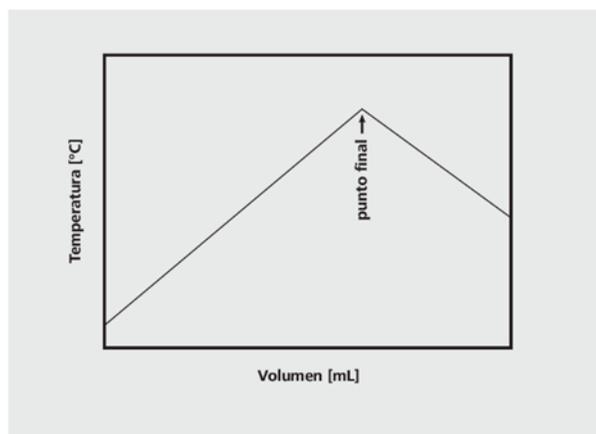


Figura 3. 42 Punto final de la titulación. Fuente: (Metrohm, 2014)

iv. Determinación del agua según Karl Fischer

El contenido de agua en las bebidas y en sustancias sólidas como cacao o café determina en gran medida la calidad y su conservación. El contenido de agua se puede determinar fácilmente por medio de la titulación Karl Fischer. (Maldonado, C. y Rodolfo, E., 2012)

En las bebidas puede ser de entre el 40% y el 98%. Debido a estos altos contenidos de agua, no resulta representativo pesar la muestra directamente en el recipiente de titulación, porque el error de pesada podría ser demasiado grande en el caso de muestras de peso reducido. Estas muestras se diluyen previamente con metanol y se determinan por medio de la titulación volumétrica Karl Fischer. (Metrohm, 2014)

La valoración de Karl-Fischer se usa con muchas sustancias como método de referencia, y se trata de un análisis químico basado en la oxidación del dióxido de azufre mediante yodo en una solución metanólica de hidróxido. En principio, tiene lugar la siguiente reacción química:



Figura 3. 43 Reacción de Karl-Fischer. Fuente: (Metrohm, 2014)

La valoración se puede realizar de forma volumétrica o coulométrica.

- a. En el método volumétrico, se añade una solución Karl-Fischer que contenga yodo hasta que se muestre la primera traza de exceso de yodo. La cantidad de yodo convertido se determina mediante el volumen de la bureta de la solución Karl-Fischer que contiene yodo. (Maldonado, C. y Rodolfo, E., 2012)
- b. En el procedimiento coulométrico, el yodo que participa en la reacción se genera directamente en la célula de valoración mediante oxidación electroquímica del yodo hasta que se vuelva a detectar una traza de yodo sin reaccionar. La ley de Faraday se puede usar para calcular la cantidad de yodo generado a partir de la cantidad de electricidad requerida. (Maldonado, C. y Rodolfo, E., 2012)

Aplicación:

La valoración de Karl-Fischer es un método de determinación de la humedad específico para el agua, compatible tanto con muestras con un alto contenido en agua (titrimetría) como con muestras con alto contenido en agua en el rango de ppm (coulometría). Se desarrolló originalmente para líquidos no acuosos, pero también resulta adecuado para componentes sólidos si son solubles o si el agua que contienen se puede eliminar mediante calentamiento en una corriente de gas o extracción. (Metrohm, 2014)

v. La cromatografía iónica (CI)

Es un método estándar para el análisis de bebidas. Numerosos ingredientes principales y secundarios que afectan al sabor y al valor nutritivo, así como trazas de contaminantes, se pueden determinar de forma segura y precisa por medio de la CI.

Además de aniones y cationes, también es posible determinar hidratos de carbono, ácidos orgánicos y sustancias polares en una amplia variedad de bebidas. La ventaja de la cromatografía iónica es que las sustancias químicas similares se pueden determinar simultáneamente en un solo análisis. Además, la concentración de los analitos puede variar desde ng/L hasta porcentajes. (Metrohm, 2014)

vi. Análisis de hidratos de carbono y edulcorantes

Se realiza el análisis para conocer la composición de los hidratos de carbono. Además, es necesario determinar los alcoholes del azúcar y los edulcorantes como los glicósidos de esteviol. La siguiente figura 3.44 muestra diferentes componentes en matrices de bebidas que se pueden analizar de forma segura por medio de la cromatografía iónica y la detección amperométrica de pulsos (PAD). También se determina el tipo de preparación de las muestras. (Suh, H., 2017)

Matriz	Preparación de muestras	Hidratos de carbono y edulcorantes																								
		Propilenglicol	Inositol	Glicerol	Xilitol	Sorbitol	Manitol	Ribosa	Xilosa	Arabinosa	Manosa	Glucosa	Fructosa	Galactosa	Maltosa	Lactosa	Lactulosa	Sacarosa	Celobiosa	Maltotriosa	Rafinosa	Maltotriosa	Maltopentaosa	Maltohexosa	Maltoheptaosa	Esteviosido (Stevia)
Cola	D											+	+													
Cola light	D			+				+				+														
Zumo de manzana	F, D											+	+					+	+							+
Zumo de naranja	F, D		+									+	+					+								+
Zumo de tomate	F, D											+	+													
Sirope de arce	D											+	+					+								
Sirope de maíz	D											+									+					
Extracto de remolacha	D		+				+	+	+		+	+	+					+				+				
Café instantáneo	E, F, D							+	+	+	+	+	+					+				+				
Té instantáneo	F, D											+	+					+	+							
Cerveza	U, D	+																								
Mosto de cerveza	F, D											+					+	+		+		+				
Vodka	D											+	+					+								
IBebidas lácteas	Dialisis		+		+					+	+	+	+	+			+	+	+							

Poliol, alcohóles de azúcar, monosacáridos, disacáridos, oligosacáridos, esteviosido

E: extracción, F: filtración, U: tratamiento con ultrasonidos, D: dilución

Figura 3. 44 Hidratos de carbono y edulcorantes en bebidas comerciales.
Fuente: (Metrohm, 2014)

vii. Voltamperometría

La voltamperometría es un método analítico electroquímico que informa del tipo y de la cantidad de sustancias contenidas en una muestra disuelta basada en la relación intensidad-potencial. La importancia de la voltamperometría reside en su alta precisión y sensibilidad, en la posibilidad de realizar análisis de especiación y en su ventajosa relación precio/rendimiento. Los iones de metales pesados que contaminan alimentos se pueden determinar de forma muy sensible por medio de la voltamperometría. Dado que la matriz de bebida orgánica hace más complejos los metales pesados, las muestras deben digerirse antes. Algunas sustancias orgánicas en las bebidas como, p. ej., la vitamina C, vitaminas del grupo B o quinina, se pueden determinar también mediante voltametría. (Metrohm, 2014)

viii. Determinación de grados Brix

Los grados Brix muestran el porcentaje de sólidos disueltos en un producto azucarado. Es decir, se mide la densidad del azúcar. Para poder determinar la concentración de la misma, se utiliza con frecuencia el método refractométrico, el

cual se basa en el cambio de dirección que sufren los rayos de luz en el límite de separación de dos medios en los cuales es distinta la velocidad de propagación.

En la práctica, para la medición de concentraciones en la industria de bebidas se utiliza el refractómetro. Este permite determinar con exactitud el extracto total que se ofrece en grados Brix ($^{\circ}\text{Bx}$). Los zumos de fruta contienen sacarosa, pero también otros azúcares, ácidos, como el ácido ascórbico o el ácido cítrico, y minerales. Pero contienen también aditivos, como vitaminas, gluconato ferroso, compuestos de calcio o pectinas, para aportar la viscosidad deseada a los zumos, afectan al índice de refracción. Dado que los ácidos de frutas tienen un índice de refracción considerablemente menor que el de la sacarosa, su concentración se determina comúnmente mediante análisis volumétricos y el valor para los grados Brix se corrige a través de tablas. (Metrohm, 2014) afirma que es por esto que en los intercambios comerciales la medida se describe también como:

- a. $^{\circ}\text{Bx}$ ref. = Resultado de medición no corregido
- b. $^{\circ}\text{Bx}$ corr. = Resultado de medición tras la corrección ácida.

Algunos valores promedios de $^{\circ}\text{Brix}$ en bebidas comerciales se presentan en la Tabla 3.23:

Tabla 3. 23 Promedio de grados Brix en bebidas comerciales.

Nombre comercial de la bebida	pH promedio
Coca-Cola	11
Sprite	9.8
Jugo del Valle naranja	10.7
Jugo del Valle Limón	9.8
Red Bull	11.6
Monster	12.6
Gatorade (Sabor uva)	6.2
Powerade (Sabor uva)	5.8
Fuze tea, té de limón	8.1

Fuente: (Metrohm, 2014)

f) ESPECIES: Análisis físicos y químicos de especies

Especia (del latín *speciēs*), también llamada condimento (del latín *condimentum*) es el nombre dado a ciertos aromas de origen vegetal, que se usan para preservar

o dar sabor a los alimentos. Técnicamente se considera una especia a las partes duras, como las semillas o cortezas, de ciertas plantas aromáticas, aunque, por similitud, muchas veces también se engloba a las fragantes hojas de algunas plantas herbáceas

Para toda la industria alimentaria es de suma importancia asegurar que sus productos son comercializados o exportados con todas las garantías de seguridad y calidad que las normativas de los diferentes mercados establecen.

Debido a su naturaleza, son fácilmente adulteradas, lo cual consiste en la adición de madera inerte como lo son desechos de maní y nuez, aserrín, cáscara y carozos de frutas o cereales tostados.

En aquellas especias de mayor valor comercial se suele adicionar especias más comunes como lo es la pimienta de Jamaica o pimiento y para enmascarar sabores fuertes suelen ser adicionados diluyentes como la harina. (Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993)

Para la industria de Condimentos los principales análisis físicos y químicos son los siguientes:

i. Examen micrográfico

Estudio microscópico que requiere de personal entrenado en anatomía vegetal.

Una micrografía es la imagen obtenida de objetos no visibles a simple vista mediante la ayuda de instrumentos ópticos o electrónicos como lupas y microscopios. No debe confundirse con la microfotografía, que se refiere a fotografías realizadas a tamaño miniaturizado como los microfilm.

Sigue siendo el método de elección para establecer genuinidad de especias y para determinar la presencia de materiales extraños en muchos casos utilizados para adulterarlas. (Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993)

ii. Humedad

Debido al alto contenido de sustancias volátiles presente en las especias, se utiliza como método recomendado el de destilación azeotrópica. (Dobado, J., s.f.)

a. Método de Dean Stark (figura 3.45)

Cantidad de material necesario para obtener un volumen aproximado de 2 ml de agua. Características del solvente:

- (1) Inmiscible con el agua
- (2) Punto de ebullición superior al del agua
- (3) Con menor densidad que el agua

Un azeótropo es una mezcla de dos o más componentes, cuyas proporciones son tales que el vapor producido por evaporación parcial tiene la misma composición que el líquido. Por tanto, se comportan en la destilación como si fuesen un compuesto puro. Cuando en una mezcla se encuentra en el punto del azeótropo (mezcla azeotrópica), dicha mezcla no puede ser destilable o separada en sus componentes. (Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993)

Tabla 3. 24 Diferentes azeótropos formados por disolventes más comunes.

Componente A		Componente B		Azeótropo
P.e. (°C)	% (peso)	P.e. (°C)	% (peso)	P.e. (°C)
H ₂ O (100)	1.3	Éter dietílico (34.5)	98.7	34.2
H ₂ O (100)	1.4	Pentano (36.1)	98.6	34.6
H ₂ O (100)	13.5	Tolueno (110.7)	86.5	84.1

Fuente: (Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993)

La destilación azeotrópica es un procedimiento útil para eliminar un líquido de un crudo de reacción por destilación conjunta con un disolvente orgánico inmiscible. Esta técnica se suele usar en reacciones de equilibrio en donde se genera agua como subproducto de la reacción. La eliminación de agua desplazará el equilibrio de la reacción hacia el lado del producto. (DeQuimica, 2021)

Si la reacción se lleva a cabo por ejemplo con tolueno, que es menos denso que el agua, el vapor en el condensador de reflujo estará formado por una mezcla azeotrópica de tolueno y agua. Cuando esta mezcla se condensa, cae en el denominado Dean-Stark, formándose dos fases la capa superior estará constituida por tolueno y la inferior por agua.

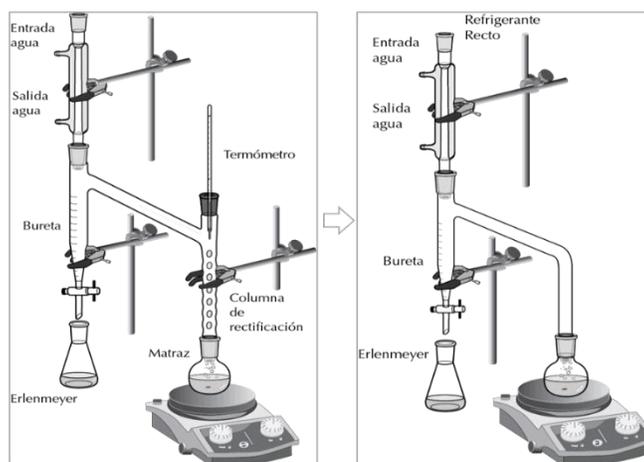


Figura 3. 45 Modelo de Dean Stark.
Fuente: (DeQuimica, 2021)

Cuando el nivel de líquido en la trampa de Dean-Stark llega a la parte superior del brazo lateral, el tolueno fluye de nuevo hacia el matraz de reacción. El agua se puede eliminar a través de una llave en la parte inferior de la trampa Dean-Stark.

En la rotura de un azeótropo los azeótropos de bajo punto de ebullición, no pueden purificarse completamente por destilación, para obtener el componente más volátil. Alternativamente, se puede separar el componente más volátil puro rompiendo el azeótropo. Esto se consigue con un método distinto a la destilación, empleando tamices moleculares. El empleo de tamices moleculares se utiliza para romper el azeótropo EtOH/H₂O y conseguir el alcohol anhidro, quedando el agua absorbida en los tamices moleculares. Los tamices se pueden reutilizar posteriormente mediante deshidratación utilizando un horno. (DeQuimica, 2021)

iii. Cenizas

Es determinación del contenido mineral por incineración-calcinación a 500-550 °C. La determinación de cenizas es referida como el análisis de residuos inorgánicos que quedan después de la ignición u oxidación completa de la materia orgánica de un alimento. Es esencial el conocimiento básico de las características de varios métodos para analizar cenizas, así como el equipo para llevarlo a cabo para garantizar resultados confiables. (Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993)

(Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993) afirman que existen tres tipos de análisis de cenizas:

- a. Cenizas en seco para la mayoría de las muestras de alimentos
- b. Cenizas húmedas (por oxidación) para muestras con alto contenido de grasa (carnes y productos cárnicos) como método de preparación de la muestra para análisis elemental
- c. Análisis simple de cenizas de plasma en seco a baja temperatura para la preparación de muestras cuando se llevan a cabo análisis de volátiles elementales.

En el caso de las especias, se utiliza en análisis de cenizas en seco, la cual consiste en quemar la muestra al aire y posteriormente en una mufla para eliminar todo el material orgánico. La ceniza remanente es el residuo inorgánico y la medición de la ceniza total es útil en el análisis de alimentos, ya que se pueden determinar diversos minerales contenidos en la muestra. Algunos errores y dificultades involucrados en la determinación de las cenizas en seco son: la pérdida de ceniza debido a la intensidad con que arde la flama en el momento de quemar la muestra al aire y el cambio gradual en las sales minerales con el calor, como el cambio de carbonatos a óxidos; adhesión de las muestras con un contenido alto de azúcares, lo cual puede ocasionar pérdida de la muestra y fusión del carbón a partes no oxidadas atrapadas de la muestra.

Las cenizas insolubles se tratan en HCl 10%.

iv. Extractos etéreos, alcohólicos, acuosos.

Se pone en contacto una porción perfectamente pesada de la especia a estudiar con el solvente (alcohol, éter, agua), por 24 hs y luego se evapora una porción y se pesa. Así se obtiene el extracto total.

También se puede luego llevar a 105- 110 °C hasta peso constante y obtener el extracto no volátil y por diferencia el volátil.

Se realiza para determinar, el Contenido en esencias y/o principios aromáticos

Los extractos etéreos se pueden realizar por el método soxhlet

En esta práctica, se asume que el extracto obtenido por extracción soxhlet corresponde al contenido graso de la muestra. Se determina su masa, una vez libre de disolvente, por pesada (método gravimétrico). Muchas veces, la extracción soxhlet se usa como primer paso de una purificación o separación. La extracción de muestras sólidas con disolventes, generalmente conocida como extracción sólido-líquido o lixiviación, es un método muy utilizado en la separación de analitos de muestras sólidas. (Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993)

En este procedimiento la muestra sólida finamente pulverizada se coloca en un cartucho de material poroso que se sitúa en la cámara del extractor soxhlet (ver figura 3.46). Se calienta el disolvente extractante, situado en el matraz, se condensan sus vapores que caen, gota a gota, sobre el cartucho que contiene la muestra, extrayendo los analitos solubles. Cuando el nivel del disolvente condensado en la cámara alcanza la parte superior del sifón lateral, el disolvente, con los analitos disueltos, asciende por el sifón y retorna al matraz de ebullición. Este proceso se repite hasta que se completa la extracción de los analitos de la muestra y se concentran en el disolvente.



Figura 3. 46 Extractor Soxhlet. Fuente: (Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993)

v. Determinación de almidón**a. Cualitativa:**

Poner de manifiesto la presencia por reacción con el Yodo

b. Cuantitativa:

Se basa en la hidrólisis por medio de una combinación de enzimas y ácido, obtener glucosa la cual puede ser estimada por titulación. La amilasa rompe la cadena de almidón en moléculas de maltosa y luego con ácido se logra la presencia de glucosa.

La presencia de glucosa se puede determinar por el Método de Fehling Causse Bonnans o bien por un método enzimático colorimétrico (Glucosa Oxidasa) (Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993)

vi. Determinación de cloruros**a. Método de Mohr**

El método de Mohr, es utilizado en valoraciones químicas de cloruros y bromuros, con plata, utilizando como indicador el cromato potásico. La formación de Ag_2CrO_4 , de color rojo, nos indicará el punto final de la valoración. Durante la valoración, las condiciones que deben darse deben ser tales que el cloruro precipite de manera cuantitativa como cloruro de plata antes de que se consiga formar el precipitado de Ag_2CrO_4 . Por otra parte, el indicador debe ser lo bastante sensible como para poder dar un cambio de color apreciablemente nítido, con una pequeña porción de plata. Es una titulación con Nitrato de Ag como indicador, es ideal para muestras con alto contenido de sal. (Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J., 1993)

g) GRANOS Y CEREALES Análisis físicos y químicos de granos y cereales

Los cereales tienen gran importancia en la dieta diaria, alrededor del 90% de energía consumida por los seres humanos en el mundo lo tomamos directa o indirectamente de los cereales. Los cereales aportan también una elevada proporción de las proteínas que consumen las personas más pobres en todas las regiones geográficas. Es por las razones expuestas arriba es que nos parece importante revisar y aprender sobre los temas tratados en el presente referido a características generales de los cereales para poder conocer cuál es su constitución histológica y composición para así poder determinar su importancia nutricional; la post cosecha y mediante esta poder determinar cómo realizar su manejo con la finalidad de evitar al máximo las pérdidas que por esta razón sufren; el almacenamiento de los granos y cereales posee una gran importancia, debido a que es la forma de preservar el mayor tiempo posible los cereales; y por último de gran importancia la industrialización considerándose panificación, pastas y extrusión por ser productos de gran desarrollo industrial. (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)

El grano del cereal, que constituye el elemento comestible, es una semilla formada por varias partes: la cubierta o envoltura externa, compuesta básicamente por fibras de celulosa que contiene vitamina B1, se retira durante la molienda del grano y da origen al salvado. En el interior del grano distinguimos fundamentalmente dos estructuras: el germen y el núcleo. En el germen o embrión abundan las proteínas de alto valor biológico, contiene grasas insaturadas ricas en ácidos grasos esenciales y vitamina E y B1 que se pierden en los procesos de refinado para obtener harina blanca. La parte interna o núcleo amiláceo, está compuesto por almidón y en el caso del trigo, avena y centeno por un complejo proteico denominado gluten que está formado por dos proteínas: gliadina y gluteína, que le dan elasticidad y características panificables a la masa de pan. (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)

Algunos análisis físico químicos que se le realizan a los granos y cereales antes y después de convertirse en harina y derivados, son:

i. Densidad de masas de partículas

La densidad de los sólidos se calcula en base al concepto de densidad como la relación de la masa con respecto al volumen ($\rho = m/V$).

Las mediciones de masa y volumen en laboratorio deben realizarse con precisión y exactitud, bajo normas de la metrología, con patrones y equipos calibrados. Además de auxiliarse de técnicas estadísticas para garantizar la confiabilidad de la repetibilidad de los resultados. (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)

Los sólidos se caracterizan porque se empaican de acuerdo al grado de movimiento que presentan, lo que hace que la densidad varíe con el grado de compactamiento de la masa de sólidos, denominándose los diferentes tipos de densidades "*Densidades Volumétricas de Masas de Partículas o Densidades Bulk*", entre éstas se tienen:

Densidad bulk aireada (ρ_a)

Densidad bulk empacada (ρ_p)

Densidad bulk de trabajo o efectiva (ρ_W)

La densidad bulk de trabajo o efectiva o densidad volumétrica de trabajo se usa como un parámetro de diseño y se evalúa a partir de las densidades aireadas y empacada así:

$$\rho_W = [(\rho_p - \rho_a) * c] + \rho_a$$

Donde:

(C) es el factor de compresibilidad evaluado dividiendo el porcentaje de compresibilidad entre 100.

ρ_a = Densidad bulk aireada

ρ_p = Densidad bulk empacada

ρ_W = Densidad bulk de trabajo o efectiva

ii. Determinación de la fluidibilidad o fluidez. Sólidos granulares y polvos secos

Es una medida del grado de fluidibilidad de un sólido, para su evaluación se necesita conocer las propiedades de fricción, compresión y cohesión siguientes:

a. Ángulo de reposo

Nos referimos al ángulo de reposo es cuando está formado entre la horizontal y la inclinación de un promontorio de material seco que ha sido formado dejando caer el sólido desde una altura determinada. Sirve para evaluar: capacidad de silos, flujos para su vaciado y presiones ejercidas en las paredes de éstos. Mientras más alto es el ángulo de reposo menos inundable es el material; es decir la masa de partículas tiene menor fluidez. A menor ángulo de reposo más fluidez tiene el material. (Perez, J., 2017)



Figura 3. 47 Ángulo de reposo en granos y cereales. Fuente: (Perez, J., 2017)

b. Ángulo de espátula

Es una medida indirecta del ángulo de ruptura o de fricción interna. Al introducir una espátula de medidas definidas en una masa de material y al sacarla, se formarán sobre la superficie de la espátula unos volcancitos, y el ángulo de éstos con la superficie de la espátula es el ángulo de espátula.

El ángulo de espátula es siempre mayor que el ángulo de reposo, excepto para materiales de flujo muy libre. A menor ángulo de espátula mayor fluidibilidad y a un mayor ángulo de espátula menor fluidibilidad. (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)

c. Porcentaje de compresibilidad

Es una variable que representa el grado de aumento de la densidad aparente de un sólido, dividido en partículas, al ser sometido a agitación brusca con el fin de compactarlo. Para evaluar esta variable debe conocerse la Densidad Empacada (ρp) y la Densidad Aireada (ρa), luego la compresibilidad se calcula mediante la siguiente relación:

$$\%C = \frac{\rho p - \rho a}{\rho p} * 100$$

Donde:

ρa = Densidad bulk aireada

ρp = Densidad bulk empacada

d. Coeficiente de Uniformidad

Se obtiene dividiendo la abertura de malla por donde pasó el 60% de la muestra (Dx) entre aquella por donde pasó el 10% (Dy). Se mide para sólidos granulares, mientras que para partículas finas se mide la cohesión. (Latham, M., 2002)

(Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005) recomiendan tomar muestras entre 100 y 200 gr, las cuales se someten al análisis de tamizado, graficando luego la fracción masa acumulada en función del diámetro de malla o interpolando logarítmicamente los datos tabulados para leer los correspondientes valores de Dx y Dy, con los cuales se evalúa el coeficiente de uniformidad por la relación:

$$C.U = \frac{Dx}{Dy}$$

A menor coeficiente de uniformidad mayor fluidibilidad; es decir, más uniformes las partículas del material son, relacionado con la forma del material.

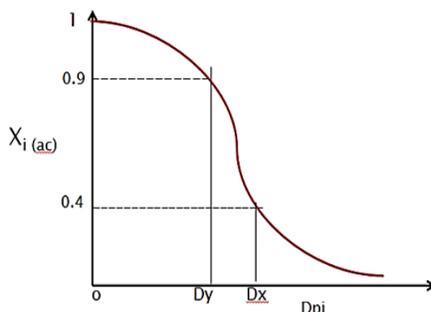


Figura 3. 48 Gráfica para determinar el C.U de sólidos granulares. Fuente: (Latham, M., 2002)

Por otro lado, la cohesión se define como la fuerza cohesiva existente en la superficie de partículas finas que están compuestas de millones de átomos o moléculas. No se dan fuerzas cohesivas aparentes en la superficie de partículas granulares secas, a menos que se utilice fuerza para empacarlas. 10

Para polvos si se da fuerzas cohesivas aparentes entre la superficie de las partículas, dándose una tendencia de partículas pequeñas a formar agregados.

La cohesión de una masa de partículas es función de las condiciones de humedad, tamaño y forma de la partícula, temperatura, tiempo de almacenaje y presencia de aditivos químicos. (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)

iii. Dispersibilidad (D)

Es la medida directa de la habilidad de un material a inundar o ser fluidizado. Se toman 10 gr de muestra y se deja caer en masa a través del cilindro desde una altura de 24 pulgadas sobre el vidrio reloj. Se pesa el material que queda retenido en el vidrio reloj. Considerando una alta inundabilidad si hay pérdidas del 50% más en el peso de dispersión y aplicando la ecuación planteada para efectos de asignar el puntaje correspondiente de acuerdo al índice de Carr. (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)

$$\% D = 100 - (\text{peso remanente en el vidrio reloj en gr}) * 10$$

iv. Análisis de tamizado

Se utiliza para medir tamaño y distribución de tamaño de partículas, aplicable para tamaños comprendidos entre 38 y 76,000 μm , 0.0015 y 3 plg o 0.00381 a 7.62 cm. Se hace uso de una serie de tamices estandarizados, las más comunes son las series Tyler y US. que tienen en común la MALLA 200, con una abertura de tamiz de 0.0762 mm o 0.003 plg.

En el proceso la masa de partículas se separa en fracciones y el diámetro medio de cada fracción será el promedio aritmético de la abertura de tamiz de la malla superior y la malla en la cual se retiene.

La abertura de tamiz físicamente es el espacio libre entre los hilos del tejido y su tamaño se define por número de malla o Mesh, el cual se designa como el número de aberturas que existen en una unidad de longitud equivalente a una pulgada lineal. (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)



Figura 3. 49 Tamices Tyler utilizados para ensayos de granulometría. Fuente: (Equipamiento científico, 2012)

v. Cálculo de área superficial de partículas

Se asume partículas uniformes con un diámetro medio ($D_{p\bar{i}}$) y densidad constante (ρ_p) en el rango de tamaños analizados. (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)

Se tiene la siguiente ecuación para el cálculo del Área Superficial total de partículas:

$$A = \frac{6m}{\phi \rho_p D_p}$$

Donde:

ϕ = Esfericidad de partículas

m=Masa total de partículas

D_p = Diametro medio nominal de partículas

ρ_p =Densidad de partículas

vi. Caracterización de las partículas sólidas

Para caracterizar partículas sólidas se debe hacer énfasis en algunas propiedades que pertenecen a la partícula individual y sobre las cuales se centra el estudio del comportamiento de partículas sólidas en la reducción de tamaño. Entre ellas se tienen el volumen, área superficial, masa, densidad, tamaño y forma de la partícula siendo estas últimas tres las de mayor importancia. (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)

Uno de los factores de forma más utilizados es la esfericidad (ϕ) el cual es independiente del tamaño de la partícula. Por tanto, se define como la relación entre el área superficial de una esfera de un volumen igual al de la partícula en medición y el área d superficial de la partícula.

$$\phi = S_o / S_p$$

Si se toma una unidad de longitud como dimensión principal. El diámetro de la partícula se usa para formular la ecuación genérica del volumen de la Partícula y de la superficie de la partícula. Se trabaja con una partícula en forma de cubo y luego se generaliza llegando a:

El volumen de la partícula (V_p) es: $V_p = a D_p^3$

Y la superficie de la partícula (S_p) es: $S_p = 6b D_p^2$

Con a y b como constantes que definen la forma de la partícula.

Con la relación volumen-superficie de la partícula, queda:

$$\frac{V_p}{S_p} = \frac{D_p}{6(b/a)} = \frac{D_p}{6\lambda}$$

$$\lambda = \frac{b}{a}$$

a. Para el caso específico de granos

La forma de los granos en arenisca varía ampliamente, desde esferas hasta discos o tubos. Se define por tres radios o ejes de una partícula largo (a), intermedio (b) y corto (c).

- (1) La esfericidad: es un parámetro cuantitativo que mide la “lejanía” de un cuerpo, es decir la medida de que tan iguales son las dimensiones axiales de un grano.
- (2) La redondez: representa la forma de las aristas del grano esto es, la curvatura de las esquinas; se produce por impacto entre granos durante el movimiento, los granos más grandes se impactan con más fuerza por lo que pueden presentar una mayor redondez.

Los granos bien redondeados son resultado de muchos ciclos de transportes o de abrasión intensa; se mide por lo general por comparación visual de granos del mismo tamaño y frecuentemente se usa el cuarzo.

Como se definió anteriormente el factor de forma esfericidad (φ) de un sólido, comúnmente conocida como la esfericidad, es la relación de la superficie de la esfera (S_s) de un volumen igual al sólido, a la superficie del sólido (S_p). (Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y., 2005)

Aplicando a granos de cereales, el área superficial (S_s) de la esfera con volumen igual a la del grano es:

$$S_s = 4\pi R^2$$

Para obtener el valor del radio equivalente (Re) se hace uso del volumen de una esfera con la cual se despeja el valor del radio r , donde $r = Re$.

$$V = \frac{4}{3}\pi r^3$$

El área de superficie de los granos de cereales (elipsoides) se da como:

$$Sp = \frac{\pi c}{2} d \left[\frac{d}{c} + \frac{\arcsin e}{e} \right]$$

Donde:

a = longitud más corta

b = longitud media

c = longitud más larga

$$d = \frac{a + b}{2}$$

$$e = \left[1 - \left(\frac{d}{c} \right)^2 \right]^{1/2}$$

Si Re es el radio esférico equivalente.

El factor de forma esfericidad se calcula como:

$$\varphi = \frac{8 Re^2}{cd \left[\frac{d}{c} + \frac{\arcsin e}{e} \right]}$$

Donde:

V es el volumen de cada grano de cereal

S , es la superficie del cuerpo.

En lugar de ello, el radio esférico equivalente (Re) se utiliza comúnmente como la longitud característica

$$Re = 3V/S$$

h) HUEVOS: Análisis físicos y químicos de huevos

El término huevo, que procede del vocablo latino *ovum*, refiere a un elemento redondeado producido por las hembras de diversas especies que cobija al germen de un embrión y almacena las sustancias que nutren a éste en el marco de la incubación. (AgriNews, 2017)

(AgriNews, 2017) afirma que el huevo posee barreras físicas contra la penetración de gérmenes

- i. Cutícula: Es una envoltura de naturaleza proteica que recubre la cascara
- ii. Cascara: Membrana relativamente resistente que brinda protección contra la rotura. Ineficaz para microbios
- iii. Membranas Interior y exterior: constituidas por fibras proteicas de tipo colágeno y funcionan como filtros. Acción antibacteriana
- iv. Clara o albumen: Hay dos tipos, la líquida con pH alto (mayor de 9) poco favorable para el crecimiento de los gérmenes y espesa se caracteriza por ser viscosa, la cual limita el paso de los microorganismos a la yema. Su acción microbiana se debe a lizosima, conalbumina, y avidina.
- v. membrana vitelina y yema: La primera constituye un impedimento mecánico. La yema es un medio rico y completo favorable al crecimiento microbiano.

Además, que se clasifica según su tamaño:

- i. Súper grandes o XL: de 73g o mas
- ii. Grandes o L: entre 63 y 73g
- iii. Medianos o M: entre 53 y 63g
- iv. Pequeños o S: menos de 53g

Los huevos pueden tener mayor número de bacterias cuando se les expone a condiciones que facilitan la reproducción de estas, es decir, cuando han permanecido en ambientes húmedos o a temperaturas elevadas, o recogerse en locales sucios.

Deben pasar por una temperatura de 65°C para inactivarla. salmonella

Por ello existen diversas pruebas físico químicas que se le realizan al huevo, y se pueden clasificar de la siguiente forma:

- i. **Pruebas para determinar la edad del huevo**

a. Prueba de flotación

Los productos se sumergen en una solución de agua salada al 12%.

A medida que el huevo envejece, aumenta su tendencia a salir a la superficie como en la Figura 3.50. (Rubio, E., 2018)

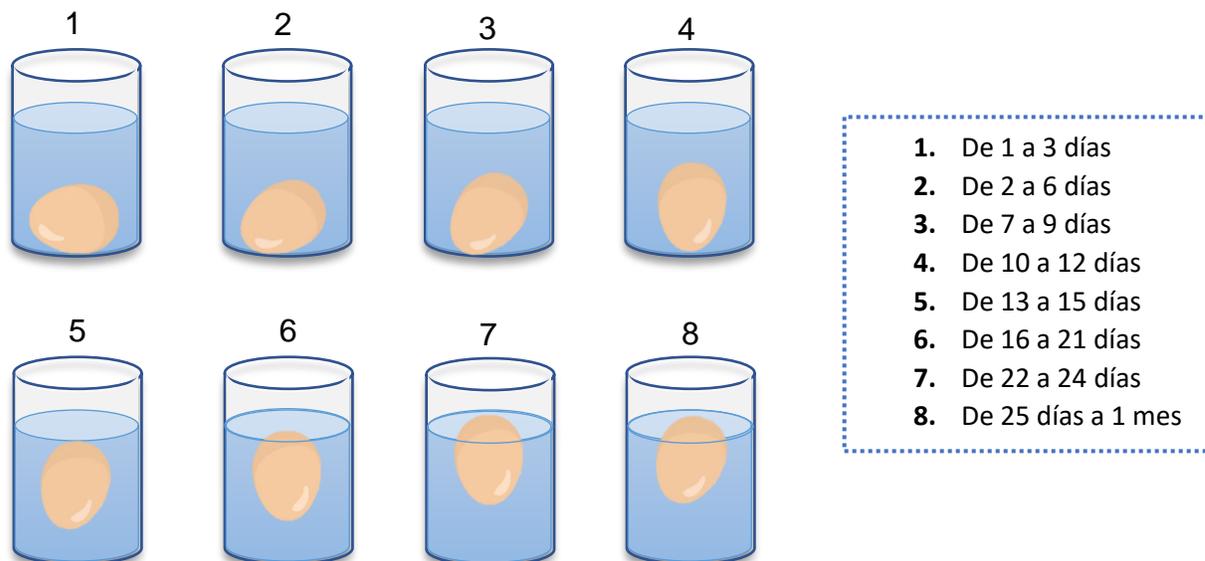


Figura 3. 50 Prueba de flotación del huevo. Fuente: (Rubio, E., 2018)

b. Examen a trasluz

Consiste en situar el huevo con el polo mayor hacia arriba, entre el ojo del observador y una fuente de luz. La confiabilidad de esta operación aumenta considerablemente si se realiza con aparatos especiales llamados “mira huevos”

Desde 1949 se viene realizando el control de calidad manual por ovoscopia, ya que se trata de una técnica no invasiva que permite comprobar las características externas e internas del huevo, pudiéndose detectar defectos de la yema, albumen y cáscara. El método se basa en el efecto de una fuente luminosa concentrada en un ambiente oscuro, que permite determinar el tamaño/profundidad de la cámara de aire; sin embargo, se trata de una técnica subjetiva, ya que los resultados dependen de la percepción del clasificador. (AgriNews, 2017)

c. Medición de la cámara de aire

La valoración de la cámara de aire se realiza con un foco luminoso y se expresa en mm. Se incrementa 0,2 y 0,25 mm cada día. (AgriNews, 2017)

d. pH

Los procesos de envejecimiento que se producen en el huevo y se inician tras la puesta dan lugar a la liberación de anhídrido carbónico desde el interior del huevo, tendiendo a equilibrar su concentración con la tensión parcial de este gas en el aire circundante, con el consiguiente aumento del pH. Así el huevo tiene un valor de pH de 7.6 si está recién puesto y se eleva a 8.5 después de 24 horas 20 °C, alcanzando valores de 9 a 9.4 tras unos días de almacenamiento. Tales modificaciones se aceleran notablemente al aumentar la temperatura ambiente. El pH de la yema es de alrededor de 6, la alcalinización del huevo supone envejecimiento del mismo, aunque este fenómeno también puede ser debido a la conservación del huevo en agua de cal. (AgriNews, 2017)

ii. Pruebas en la cascara del huevo

(AgriNews, 2017) describe los pruebas directas e indirectas que se le realizan a la cascara del huevo.

a. Métodos directos

Requieren la destrucción del huevo.

(1) Medición de la fuerza de ruptura

Mediante durómetros o texturómetros, se puede evaluar la dureza de la cáscara, al medirse de forma precisa y repetible, la fuerza (N) que es capaz de soportar el huevo hasta romperse.

(2) Peso de la cáscara

(3) Medición del espesor de la cáscara

Medición del espesor de la cáscara mediante el micrómetro

(4) Grosor de la cáscara

Se mide con un micrómetro, y es reflejo del espesor del huevo como tal.

b. Métodos indirectos

(2) Gravedad específica

Se determina por inmersión de huevos frescos en agua con una salinidad de 1.065-1.100m, y está estrechamente relacionada con la calidad y cantidad de cáscara.

iii. Medición calidad albumen

La parte interna del huevo, que constituye el 88-91% del peso mismo, se compone de yema y albumen, siendo la proporción de estos componentes un factor importante para la industria alimentaria. (AgriNews, 2017)

La composición del albumen es:

a. Clara Ovoalbúmina

Constituye la fracción proteica mayoritaria y es una glucofosfoproteína.

b. Lizosima

Enzima globulina dotada con la capacidad de destruir la pared de ciertas bacterias.

c. Ovotransferrina

Sustancia que le da el color blanco a la clara coagulada; actúa como fijadora de hierro y, por esto puede ser un anti nutriente.

d. Ovomusina

Glicoproteína que le confiere la estructura tipo jalea a la clara

e. Avidina

Constituye otra glicoproteína que se combina con la biotina; tiene la capacidad de evitar que esta última sea absorbida.

f. Ovomucoide

Proteína que actúa como inhibidora de ciertas sustancias Flavo proteína Fija fuertemente la riboflavina (V B2) Minerales El principal es el azufre, porque en las proteínas hay muchos aminoácidos azufrados,

Además, posee sodio, potasio, fosforo y calcio Yema: contiene proteínas, lípidos y rica en vitaminas liposolubles A y D.

La calidad del albumen se mide en Unidades Haugh

Unidad Haugh: Sirva para determinar la calidad interna y la vida útil del huevo. Para determinar este valor, se toman huevos refrigerados a 7.2 a 15.6°C, y se mide la altura del albumen a una distancia de 1cm a partir del borde de la yema con el micrómetro Haugh, así como el peso del huevo en gramos, para posteriormente aplicar la siguiente fórmula:

$$U. H. = 100 * \text{Log}(H + 7.57 - (1.7 * 0.37P))$$

Donde:

U.H. = Unidad Haugh.

H = Altura del albumen en milímetros.

P = Peso del huevo en gramos.

iv. Evaluación de color de yema

Evaluación del color de yema con el abanico de color DSM (Figura 3.51).

Color: La intensidad del color variará en función del mercado al que vaya destinado, evaluándose por medio del abanico de color DSM o con un colorímetro Minolta.



Figura 3. 51 Abanico de color DSM para determinar el color de la yema. Fuente: (AgriNews, 2017)

El color depende de los pigmentos de la alimentación de la gallina, que se depositan en la yema. Es un factor subjetivo y depende de las preferencias del consumidor. (AgriNews, 2017)

3.1.3.2 Determinación de pruebas mecánicas. Ensayos de perforación, extrusión, corte, tensión, torsión, firmeza, estabilidad, adherencia, friabilidad, análisis de perfil de textura

a) Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de los alimentos, juega un papel primordial en el comportamiento de ellos durante el procesamiento, almacenamiento, distribución y consumo. La influencia de los distintos componentes en las propiedades mecánicas y en especial de la temperatura y contenido de agua son vitales para elegir el equipamiento adecuado para su procesamiento. Así el material de envase está diseñado para proteger al alimento de los esfuerzos mecánicos y de la transferencia de agua entre el producto y el medio ambiente. (Castro, E. y Morgado, R., 2007)

Entre las pruebas mecánicas en los alimentos se encuentran:

i. Perforación y firmeza

Respecto a la firmeza o dureza, suele realizarse en los frutos, ya que este ensayo resulta imprescindible para la aceptación del fruto comercialmente y para su almacenamiento. Depende del momento de recolección y de la temperatura de almacenamiento; se relaciona con el color externo del fruto.

Los cambios en la firmeza, por lo general, la textura de las frutas cambia debido a la hidrólisis de los almidones y de las pectinas, por la reducción de su contenido de fibra y por los procesos degradativos de las paredes celulares. Las frutas se tornan blandas y más susceptibles de ser dañadas durante el manejo postcosecha.

La firmeza es uno de los parámetros físico-químicos que mejor se relaciona con el estado de maduración de la fruta, especialmente en los melocotones y nectarinas. Cuanto más alta es la temperatura de almacenamiento, más disminuye la firmeza de los alimentos, los cuales pierde dicha firmeza progresivamente con el tiempo. No todos los frutos evolucionan con igual velocidad, por lo que es fundamental el seguimiento de cada uno por separado, se pueden realizar gráficas donde se

representen las curvas de reducción de la firmeza en función de la temperatura. (Ruíz, M. y Flores L. , 2001)

(Ruíz, M. y Flores L. , 2001) afirman que estas curvas serían de gran utilidad para poder tomar decisiones sobre:

- a. El período óptimo de almacenamiento, midiendo la firmeza inicial y en función de la temperatura de almacén se determina el período máximo de almacenamiento.
- b. El momento en que la fruta se va a comercializar.
- c. Según la temperatura del lugar de venta, prever el período máximo de venta.

Respecto a la medida de la fuerza del fruto, para los métodos de medida de firmeza, existen distintas técnicas de medida de la misma, basadas en diferentes propiedades mecánicas: perforación, compresión, punción, deformación, impacto controlado, etc.

En general, en los ensayos tradicionales de firmeza (perforación, punción o compresión) se mide la fuerza que opone la fruta al ser perforada o comprimida cierta profundidad de deformación.

La firmeza de los frutos, puede ser medida mediante un penetrómetro manual (donde deberá de realizar las medidas la misma persona para asegurar la exactitud de las mediciones) y penetrómetros digitales de laboratorio, donde la fuerza siempre es la misma, los cuales son ligeramente destructivo, pero con unos resultados significativos. (Ruíz, M. y Flores L. , 2001)

El penetrómetro manual consiste en un dinamómetro acoplado a un vástago el cual se introduce 8 mm en el alimento. Resulta económico, y las medidas las debe de realizar la misma persona, puesto que depende del nivel de fuerza del usuario que esté llevando a cabo las mediciones. (Ruíz, M. y Flores L. , 2001)

ii. Extrusión

Se denomina extrusión al proceso en el cual se fuerza un material a través de un tornillo sinfín, al mismo tiempo que se induce calor a fin de obtener un producto moldeado.

La cocción de material alimenticio con contenido de almidón y/o proteínas mediante el proceso de extrusión, considera un proceso a alta temperatura en un corto tiempo (HTST – High Temperature Short Time). (Salas, W., 2003)

(Salas, W., 2003) afirma que en este proceso el alimento se somete a alta temperatura (120°C –160°C), elevada compresión e intenso esfuerzo cortante (cizallamiento); lo cual conduce a la ocurrencia de los siguientes fenómenos:

- a. Modificación de las características físicas y químicas de las macromoléculas; tal es el caso de la gelatinización, dextrinización del almidón y la desnaturalización de las proteínas y vitaminas presentes.
- b. Fusión y plastificación del material alimenticio, aquí las partículas del alimento cambian de granular a amorfo y finalmente a un estado de masa plástica, viscosa y uniforme.
- c. Tendencia a la orientación de las moléculas en la dirección del flujo de la masa, aquí ocurre la formación de enlaces cruzados intermoleculares (cross - linking) de gran importancia en la creación de una estructura expandible y con una estabilidad posterior a la extrusión.
- d. Expansión del material alimenticio al presentarse una evaporación instantánea del agua, la cual ocurre cuando la presión interna del sistema es suficientemente alta y cambia bruscamente hasta alcanzar la presión atmosférica al salir del molde o dado del extrusor.

El proceso de extrusión se realiza por medio de un extrusor que es una máquina cuya finalidad es cocer y dar forma particular a un alimento mediante el proceso de extrusión.

La parte principal de un extrusor lo conforma un tornillo (puede o no ser modular) que gira más o menos a alta velocidad dentro de unos barriles estacionarios y

cilíndricos de diámetro tal, que se adapte el tornillo. El tornillo es montado en un eje que gira accionado por un motor eléctrico. (Salas, W., 2003)

Según se observa en la Figura 3.52.

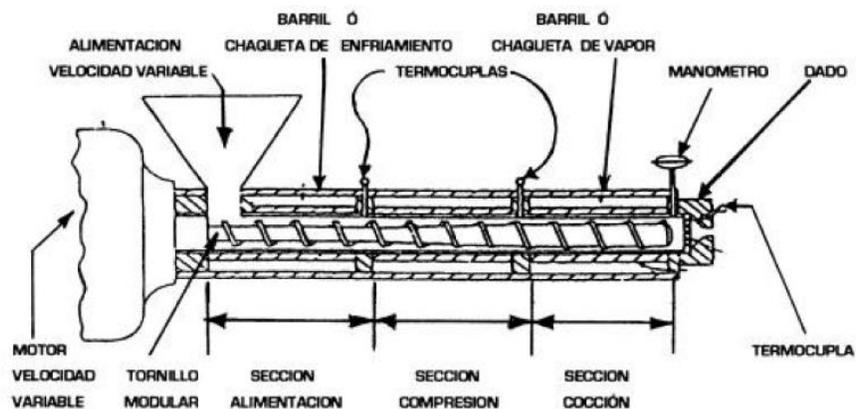


Figura 3. 52 Extrusor de tornillo simple. Fuente: (Salas, W., 2003)

iii. Corte o cizalla

Para los ingenieros químico e hidráulico, cizallamiento significa el deslizamiento de dos partes contiguas de un cuerpo en una dirección paralela al plano de contacto, bajo la influencia de una fuerza tangencial a la sección en la cual actúa, sin embargo para ingenieros de alimentos esa denominación puede describir la acción de “corte”, causando la división del producto en dos piezas. (TECHLAB, SYSTEM, 2017)

El aparato más conocido es la llamada Cuchilla de Warner-Bratzler (Figura 3.53) utilizado con un Texturómetro posibilita medir la fuerza requerida para cortar un trozo de carne. El dispositivo consiste en un bastidor de acero que tiene una cuchilla de corte triangular. Para probar una muestra de carne como un filete, el filete se cocina, se enfría y luego se corta en muestras lo más precisas para hacer el ensayo. Aunque no sea posible obtener las muestras exactamente idénticas en los ensayos de la carne, se pueden seguir algunas reglas para conseguir los mejores resultados de las pruebas como preparar las muestras en tamaños y formas lo más similares posibles, ya que tamaños de muestra no coincidentes pueden conducir a una gran

variación en los resultados de las pruebas y el análisis de los datos obtenidos pueda no ser correcto. (TECHLAB, SYSTEM, 2017)

El parámetro que se mide es la fuerza máxima de cizallamiento y permite obtener las curvas de fuerza vs. distancia y de aquí calcular otros parámetros tales como:

- a. elasticidad aparente
- b. fuerza en la primera ruptura
- c. área bajo la curva de compresión, etc.

Dispositivo de Ensayos Warner-Bratzler



Figura 3. 53 Cuchillas Warner Bratzler. Fuente: (TECHLAB, SYSTEM, 2017)

Además, se encuentra el cizallamiento de Alimentos tipo “KRAMER” (Figura 3.54)

Esta sonda se usa principalmente para ensayar alimentos que están formados por múltiples partículas tales como frutas, vegetales, alubias, guisantes, cereales, etc. Se realiza un ensayo de compresión – extrusión y corte donde se requiere de un valor medio. La sonda consta de dos piezas, la inferior se trata de un depósito de dimensiones fijas y la pieza inferior de 9 o 10 hojas de corte que hacen juego con las ranuras de la base en la pieza inferior. Se fija la pieza inferior a la base del Texturómetro y la pieza superior a la célula de carga, alienándose una con otra para

obtener la menor fricción posible entre las hojas de corte y las ranuras. Elevar la pieza superior dejando el depósito inferior libre para cargar muestra de ensayo

Generalmente se pesa una cantidad fija del producto de ensayo para rellenar hasta la mitad del volumen total del cubo inferior. El ensayo consiste en una compresión hasta una distancia de 70 mm o 120 mm (TECHLAB, SYSTEM, 2017)



Figura 3. 54 Cizallamiento tipo Kramer. Fuente: (TECHLAB, SYSTEM, 2017)

Tanto en las Cuchilla de Warner-Bratzler, como en tipo kramer, se hace uso de de Software para obtener mediciones exactas y curvas de medición.

iv. Pruebas de tensión

Estas pruebas no son muy utilizadas en alimentos porque la masticación supone una compresión del alimento entre los molares y no tensión. Varios instrumentos se han diseñado y construido basados en esta prueba, como es el Extensógrafo Brabender que se utiliza junto al Farinógrafo para evaluar propiedades reológicas de la miga del pan en laboratorios asociados con la industria molinera y de productos horneados.

En este caso, de la curva obtenida, pueden calcularse: la resistencia a la extrusión; la extensibilidad y la energía. Con la proliferación de diversos tipos de máquinas universales de prueba, los ensayos de tensión son generalmente desarrollados en estos equipos. En una prueba convencional de tensión, la muestra se fractura casi instantáneamente en un plano aproximadamente perpendicular al plano donde actúa la fuerza de tensión.

La fuerza máxima es la resistencia a la tensión del material. En muchos alimentos el material no se fractura rápidamente, sino que comienza a romperse lentamente en un período de tiempo relativamente largo y la fractura puede o no ocurrir en el plano perpendicular a la fuerza aplicada. Esto hace que sea difícil interpretar las mediciones de la fuerza de tensión. Las pruebas de tensión pueden utilizarse para medir la adhesión de un alimento a una superficie como ha sido la medición de la adhesividad (adhesión) de la mantequilla. (Castro, E. y Morgado, R., 2007)

v. Pruebas de torsión

En una prueba de torsión, se aplica una fuerza que tiende a girar una parte del material alrededor de un eje. La tendencia de esta fuerza a provocar la rotación se llama torque (T), de manera que: $T = F \cdot R$, Donde F es la fuerza aplicada al cuerpo a una distancia R del eje de rotación.

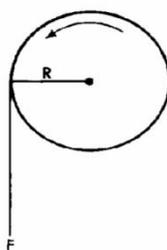


Figura 3. 55 Esquema de torsión de un cuerpo.
Fuente: (Castro, E. y Morgado, R., 2007)

El Farinógrafo y el Mixógrafo son instrumentos basados en este principio y se utilizan para determinar las propiedades de panificación y manipulación de las harinas para pan se han diseñado un aditamento de torsión para ser utilizado para medir el rompimiento estructural de manzana, papa y melón y la literatura concluye que la torsión es, en muchos casos, preferible a la compresión uniaxial para medir el rompimiento de estos productos. (Castro, E. y Morgado, R., 2007)

vi. Estabilidad

La estabilidad de un alimento se determina a partir de su vida útil, esta es el periodo de tiempo contado a partir de la elaboración del alimento durante el cual conserva una calidad aceptable para su consumo. (AGQ Labs, 2015)

La vida útil de un alimento representa el periodo de tiempo durante el cual el alimento en cuestión:

- (1) Se mantiene apto para su consumo (seguro e inocuo).
- (2) Mantiene las características sensoriales, funcionales y nutricionales por encima de los límites de calidad previamente definidos como aceptables.

El objetivo principal de un estudio de vida útil es determinar el tiempo en el que un producto puede mantenerse sin sufrir algún cambio significativo en su calidad e inocuidad. Influyen diversos factores, ente los cuales destacamos:

- (1) Propiedades y composición del alimento
- (2) Procesos a los que se ve sometido
- (3) Formato y envase en el cual se comercializa
- (4) Condiciones de almacenamiento (temperatura, humedad, etc.)

a. Vida Útil y Etiquetado

Se obliga a incluir en la etiqueta, la información sobre la vida útil del producto, es decir, el tiempo que transcurre desde su elaboración hasta su deterioro. A través de ellos se fijan las fechas de caducidad y las fechas de consumo preferente, según el alimento sea más o menos perecedero. (AGQ Labs, 2015)

- (1) La fecha de consumo preferente: Fecha a partir de la cual las propiedades físico-químicas y organolépticas del producto (sabor, color, olor o textura) empiezan a modificarse y pueden ser percibidas de forma negativa por el consumidor
- (2) La fecha de caducidad: Fecha a partir de la cual un alimento ya no es apto para su consumo porque podría ser perjudicial para la salud.

b. Tipos de Estudios de Vida Útil

(AGQ Labs, 2015) afirman que los diferentes estudios y combinaciones de estos que se plantean para el establecimiento de la Vida Útil de un alimento se basan en:

(1) Histórico de datos: Análisis de tendencias

En dicha fase, el objetivo es reunir la mayor información sobre las cualidades y condiciones en las que se elabora, almacena y comercializa el producto.

Para ello, se caracteriza el producto atendiendo a las especificaciones de las características físico - químicas (a_w , pH, sal, formulación con conservantes, condiciones de elaboración y almacenamiento y tipo de envasado) además de las propiedades organolépticas.

(2) Ensayos específicos

Estudios de durabilidad a tiempo real

Este tipo de estudio consiste en mantener al alimento en las condiciones previstas para su almacenamiento y puntos de comercialización, principalmente la temperatura.

Permite determinar a distintos tiempos el atributo crítico de calidad hasta llegar al valor límite. Los principales atributos de los alimentos son: pH, color, aspecto envase, olor, humedad, desarrollo microbiano, nivel de *Listeria monocytogenes*, oxidación de las grasas, etc.

Normalmente se reproducen las peores condiciones en las que puede enfrentarse el alimento adaptando dichas condiciones a las condiciones de almacenamiento y comercialización.

Tipología de producto aplicable: perecederos. Siendo también necesario en nuevos productos y producto de larga duración que no dispongan de histórico de datos y/o proceso.

Método de supervivencia

Se realizan estudios mediante paneles sensoriales para determinar la evolución sensorial de un producto mediante paneles de consumidores a través de test de aceptación/consumo.

En este sentido, la normativa establece la realización de estudios de vida útil para asegurar la ausencia de riesgos microbiológicos e identificar los cambios sensoriales en determinados alimentos.

Los alimentos listos para el consumo en los que se deben realizar Estudios de Vida Útil serán aquellos que apliquen:

Nuevos desarrollos: ya sea por nueva formulación o nuevo proceso.

Modificaciones o nuevas formas de envasado.

Cambios en las instalaciones o maquinaria.

Cuando previamente no se hayan establecido estudios de vida útil.

vii. Adherencia

La medición de la adherencia es la fuerza necesaria para superar las fuerzas de atracción entre la superficie del producto y la superficie del material (sonda) con la que el producto entra en contacto.

Es una propiedad de textura común que poseen productos de confitería, pastas alimenticias cocidas, productos de panadería crudos, parches farmacéuticos y, obviamente, los adhesivos.

La adherencia una característica deseable y a veces indispensable cuando se desea pegar dos superficies juntas, por ejemplo, para la adherencia de los recubrimientos y películas. Sin embargo, puede ser una característica extremadamente indeseable en otros campos como en envolturas de confitería. La adherencia es un problema importante en la industria alimentaria, especialmente en las industrias de panadería y confitería, donde puede causar considerables dificultades durante el procesado, causando interrupciones en la producción y la contaminación de las máquinas. (Castro, E. y Morgado, R., 2007)

Además, la adherencia de alimentos a los materiales de embalaje es generalmente considerado como no deseada ya que puede dañar el material de embalaje, perder producto y dañar la superficie del producto. La medida en que esto podría generar una reacción negativa en los consumidores dependerá de la medida de la

adherencia, en el tipo y el coste del producto y de la disponibilidad de combinaciones de producto / envases alternativos.

La adhesividad puede ser tanto una característica negativa como positiva de los alimentos. Es una característica esperada de muchos alimentos, siempre y cuando no se alcancen niveles excesivamente altos, por ejemplo, en algunas galletas, caramelos y frutos secos. (Castro, E. y Morgado, R., 2007)

La adherencia ("Stickiness") se mide más comúnmente con una sonda cilíndrica, que se presiona (aplicación de compresión), sobre la superficie de la muestra, después de lo cual se mide la fuerza para extraer la sonda. La forma en que se realiza esta prueba es acercarse a la muestra a 2,0 mm / s (velocidad de prueba previa), la sonda comienza a comprimir la muestra hasta que alcanza una fuerza de 50 g. Esta fuerza se mantiene durante 1 segundo (Tiempo) para permitir un buen contacto entre la sonda y la muestra. Después de este tiempo, la sonda se retira a una distancia de 4 mm de la muestra a una velocidad máxima de 10.0 mm / s (Velocidad posterior a la prueba), tiempo durante el cual se registra la fuerza para separar la sonda de la superficie de la muestra y se da como una medida de pegajosidad. (Castro, E. y Morgado, R., 2007)

viii. Friabilidad de comprimidos

Este ensayo se emplea para determinar que los alimentos no recubiertos, cuando se someten a estrés mecánico, no se dañen y/o muestren evidencias de laminación o ruptura.

Aparato: Se emplea un tambor transparente con un diámetro interno de 286 mm y una profundidad aproximada de 39 mm, con superficies internas pulidas. Una de las caras del tambor permite introducir los comprimidos a ensayar. El tambor se fija, a través de su eje horizontal, a un dispositivo que le imprime un movimiento rotatorio de aproximadamente 25 rpm. De este modo, encada vuelta de tambor, los alimentos ruedan o se deslizan y caen desde una altura de aproximadamente 130 mm.

Procedimiento: para alimentos que pesen hasta 0,65 g cada uno, se toma una muestra equivalente a 6,5 g; para comprimidos que pesen más de 0,65 g, una

muestra de diez unidades, y se debe eliminar las partículas de polvo con la ayuda de aire o un cepillo blando, rotar el tambor 100 veces y se retiran las muestras de alimentos, si no se observan restos de alimentos rotos, pesarlos exactamente.

Interpretación de los resultados: Generalmente el ensayo se realiza una sola vez. Si la pérdida de peso es mayor a 1 %, repetir el ensayo dos veces y calcular el promedio de las tres determinaciones. Se considera aceptable una pérdida de peso máximo de 1 %. (Administración Nacional de Medicamentos, Alimentos y Tecnología Médica, 2003)

ix. Textura

La textura puede considerarse como una manifestación de las propiedades reológicas de un alimento. Es un atributo importante de calidad que influye en los hábitos alimentarios, la salud oral y la preferencia del consumidor; en el procesamiento y manipulación de alimentos, puede tomarse como índice de deterioro. La importancia de la textura en la calidad total varía ampliamente en función del tipo de alimento, entre otros factores; así, por ejemplo, aquellos casos donde la textura puede ser un factor crítico en la calidad de alimentos tales como papas fritas, hojuelas de maíz, galletas y otros productos crujientes. Es por todo esto que existe mucho interés por tratar de medir la textura a través de métodos cuantitativos. (Castro, E. y Morgado, R., 2007)

La caracterización de la textura de los alimentos comúnmente se divide en dos grupos principales, basados en métodos de análisis sensoriales e instrumentales. El análisis sensorial incluye el uso de los sentidos del olfato, el gusto, el sonido y el tacto. La evaluación de la textura de los alimentos mediante el tacto incluye el uso de los dedos, así como los labios, la lengua, el paladar y los dientes en la boca. Como es de esperar, los métodos sensoriales de análisis están sujetos a una gran variabilidad, aunque esta variabilidad puede reducirse utilizando asesores capacitados. Esta dificultad para la evaluación textural mediante los sentidos ha llevado a la necesidad de desarrollar métodos instrumentales de análisis que resulten más objetivos y prácticos. (Castro, E. y Morgado, R., 2007)

Los ensayos instrumentales, llevados a cabo mediante equipos denominados texturómetros (Figura 3.56), para evaluar la textura de los alimentos se pueden llevar a cabo en condiciones más estrictas y controladas, lo cual permite la repetitividad de los datos. Además, es más probable que los problemas de variabilidad experimental sean causados por la heterogeneidad de la muestra que por la imprecisión instrumental. Otra razón para el análisis instrumental puede ser que a menudo durante el desarrollo de un producto o su producción se realizan cambios en los niveles de ingredientes y estos causan variaciones simultáneas en más de una característica del producto lo cual es muy difícil de identificar mediante el análisis sensorial. (DAMAR, 2017)



Figura 3. 56 Texturómetro. Fuente: (DAMAR, 2017)

a. Análisis de perfiles de textura (TPA)

En el ensayo TPA, un émbolo comprime de forma uniaxial y durante dos veces consecutivas una muestra para simular el movimiento de la mandíbula durante la masticación. La muestra se sitúa en la base y se comprime y descomprime dos veces mediante una pletina adjuntada al sistema de movimiento. Para imitar la acción de masticar se debe hacer una alta compresión, sin llegar en ningún momento a romper la muestra. La Figura 3. 57 muestra una curva ideal TPA. El análisis de la curva permite obtener siete parámetros texturales muy bien correlacionados con la evaluación sensorial. (Talens, P., 2017)

(Talens, P., 2017) Define los parámetros texturales que son:

- (1) Fragilidad o fuerza del primer pico significativo que se obtiene tras la primera compresión.
- (2) Dureza o fuerza máxima ejercida en el primer ciclo de compresión.
- (3) Cohesividad o relación de áreas originadas en los dos ciclos de compresión y representa el trabajo necesario para comprimir la muestra por segunda vez respecto al que ha sido necesario para comprimirla la primera vez.
- (4) Adhesividad o área de fuerza negativa que se obtiene tras la primera compresión y que representa el trabajo necesario para separar el émbolo de compresión del alimento.
- (5) Elasticidad o altura que el alimento recupera respecto a la que tenía inicialmente durante el tiempo que transcurre desde que acaba la primera compresión hasta que empieza la segunda.
- (6) Gomosidad, definida como el producto de dureza por cohesividad
- (7) Masticabilidad, definida como el producto de dureza por cohesividad por elasticidad

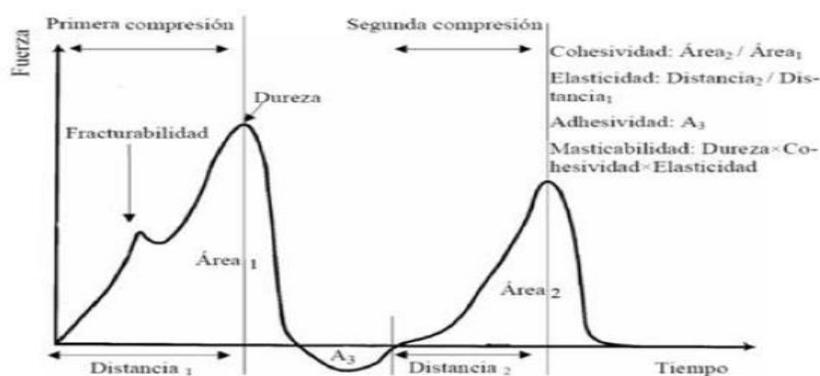


Figura 3. 57 Curva ideal de un análisis de perfil de textura TPA.
Fuente: (Talens, P., 2017)

La forma de la curva presentada en la Figura 3.57 dependerá mucho de las propiedades que tenga el material.

Se debe tener en cuenta que los parámetros de gomosidad y masticabilidad son mutuamente excluyentes, ya que el primero es para alimentos semisólidos, mientras que el segundo para sólidos. La gomosidad hace referencia a la energía requerida para desintegrar un alimento semisólido de modo que esté listo para ser tragado,

mientras que la masticabilidad hace referencia a la energía requerida para masticar un alimento sólido hasta que está listo para ser tragado. (Talens, P., 2017)

La Tabla 3.25 muestra las definiciones según la norma UNE 87001-94, para los parámetros obtenidos de un análisis de perfil de textura TPA, así como algunos ejemplos.

Tabla 3. 25 Definiciones según UNE 87001-94, para parámetros de textura

Característica	Definición	Ejemplos
Fragilidad	Relacionada con la cohesión y con la fuerza necesaria para romper un producto en trozos	Desmenuzable (polvorón) Crocante (manzana) Quebradizo (cacahuete tostado) Crujiente (patatas fritas, chips)
Dureza	Relativa a la fuerza necesaria para deformar el alimento o hacer penetrar un objeto en él	Blando (queso untable) Firme (aceituna) Duro (azúcar caramelizado)
Cohesión	Relativa al grado de deformación de un producto antes de romperse	
Adhesividad	Relativa al esfuerzo requerido para separar la superficie del alimento de otra superficie	Pegajoso (arroz sobrecocido) Adherente (caramelo de café con leche)
Elasticidad	Relativa a la rapidez de recuperación de la deformación después de la aplicación de una fuerza y al grado de dicha recuperación	Plástico (mantequilla) Elástico (calamares)
Gomosidad	Relativa a la cohesión de un producto blando	Arenoso (galletas con mucha fibra) Harinoso (alubias blancas cocidas) Pastoso (puré de patatas) Gomoso (gelatina)
Masticabilidad	Relacionada con la cohesión y el tiempo necesario o el número de masticaciones requeridas para dejar un producto sólido en las condiciones necesarias para su deglución	Tierno (guisantes tiernos) Masticable (caramelos de goma) Correosos (carne dura)

Fuente: (Talens, P., 2017)

Para poner en práctica los conocimientos de la unidad tres, es necesario la realización de prácticas de laboratorio y para ello en el manual se plantea la práctica 6 denominada “Medida de parámetros físicos y químicos en muestras de alimentos” para que pueda ser desarrollada en el transcurso esta unidad. Ver anexo A

3.1.4 UNIDAD IV: Principios generales del análisis sensorial.

INTRODUCCIÓN

La necesidad de adaptarse a los gustos del consumidor obliga a que, de una forma u otra, se intente conocer cuál será el juicio crítico del consumidor en la valoración sensorial que realizará del producto alimentario. Es evidente la importancia que, para el técnico en la industria alimentaria tiene el disponer de sistemas y herramientas que le permitan conocer el valorar las cualidades organolépticas del producto que elabora, y la repercusión que los posibles cambios en su elaboración o en los ingredientes puedan tener en las cualidades finales. Por ello, es lógico que, en técnicas de control de calidad de los productos alimentarios, sea de gran importancia conseguir definir mediante parámetros objetivos, estas sensaciones subjetivas que experimentarán los consumidores de los alimentos y que condicionarán la aceptación. El análisis sensorial trata de estandarizarse en la mayor medida posible, y esto se ha logrado mediante la estandarización del proceso de la prueba sensorial, desde las instalaciones y las condiciones del área donde se realiza el análisis, hasta el tamaño y temperatura de las muestras a evaluar.

3.1.4.1 El papel de la evaluación sensorial y su relación con la calidad de alimentos

La evaluación sensorial es una función que la persona realiza desde la infancia y que le lleva, consciente o inconscientemente, a aceptar o rechazar los alimentos de acuerdo con las sensaciones experimentadas al observarlos o ingerirlos. Sin embargo, las sensaciones que motivan este rechazo o aceptación varían con el tiempo y el momento en que se perciben: dependen tanto de la persona como del entorno. De ahí la dificultad de que, con determinaciones de valor tan subjetivo, se pueda llegar a tener datos objetivos y fiables para evaluar la aceptación o rechazo de un producto alimentario.

La necesidad de adaptarse a los gustos del consumidor obliga a que, de una forma u otra, se intente conocer cuál será el juicio crítico del consumidor en la valoración sensorial que realizará del producto alimentario. Es evidente la importancia que, para el técnico en la industria alimentaria tiene el disponer de sistemas y

herramientas que le permitan conocer el valorar las cualidades organolépticas del producto que elabora, y la repercusión que los posibles cambios en su elaboración o en los ingredientes puedan tener en las cualidades finales.

Por esto, es lógico que, en técnicas de control de calidad de los productos alimentarios, sea de gran importancia conseguir definir mediante parámetros objetivos, estas sensaciones subjetivas que experimentarán los consumidores de los alimentos y que condicionarán la aceptación o rechazo del producto, o el precio que estará dispuesto a pagar por él. De ahí la importancia del análisis sensorial de los alimentos que, en general se define, en sentido amplio, como un conjunto de técnicas de medida y evaluación de determinadas propiedades de los alimentos, a través de uno o más de los sentidos humanos.

Para que este análisis se pueda realizar con un grado de fiabilidad, será necesario objetivar y normalizar todos los términos y condiciones que puedan influir en las determinaciones, siempre con el objetivo de que las conclusiones que se obtengan sean cuantificables y reproducibles con la mayor precisión posible.

En conclusión, se puede definir el Análisis Sensorial, como el examen de los caracteres organolépticos de un producto mediante los sentidos, obteniendo datos cuantificables y objetivables.

El análisis sensorial es una herramienta más del Control de Calidad Total de una empresa, y por consiguiente irá en el mismo sentido en que éste se desarrolle. Así, se puede considerar que se dirigirá a la evaluación, análisis y control tanto en el proceso de fabricación, como del producto o del mercado en el que se incide.

Si el programa de control de calidad pretende prevenir los defectos que pueden surgir en el producto acabado, está claro que el Análisis Sensorial debe incidir, en primer lugar, sobre las materias primas que entran en el proceso de fabricación.

3.1.4.2 Facultades del ser humano como instrumento de medición. Importancia de los sentidos: del gusto, olfato, oído, y tacto, factores que influyen en la evaluación sensorial (factores personales y ambientales).

El análisis sensorial utiliza al ser humano como herramienta o instrumento para evaluar las características organolépticas de un producto alimenticio. El ser humano, a su vez, utiliza como herramienta a los sentidos para llevar a cabo dicho análisis. (Torricella, R., 2019)

La selección de las características organolépticas a evaluar debe realizarse en función de las características específicas del alimento a evaluar, de esta forma se asegura la correcta interpretación de los resultados sensoriales.

A continuación, en la Figura 3.58, se muestra la formación de la percepción de las diferentes características organolépticas y las interacciones entre los distintos estímulos con los analizadores. A partir de aquí se definen 4 características organolépticas: aspecto, olor, sabor y textura, aunque en la práctica se definen de 3 a 5 en función del tipo de producto de que se trate.

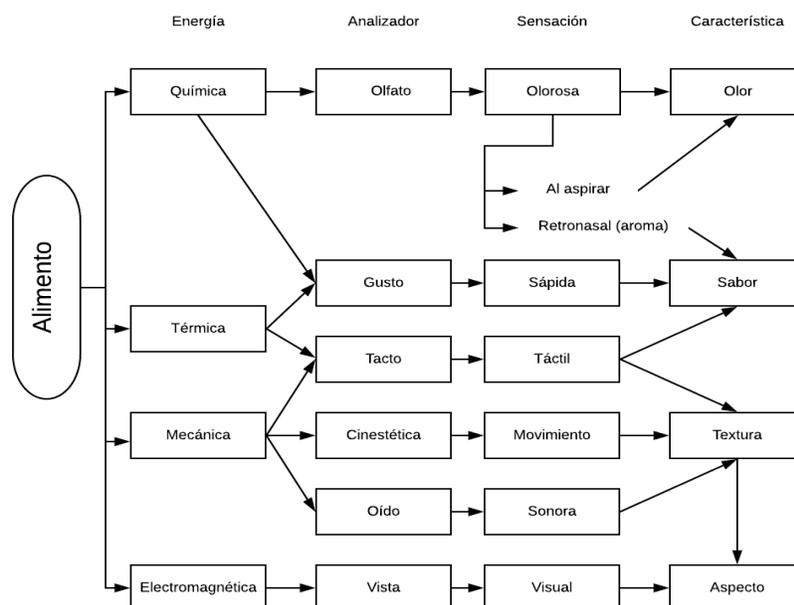


Figura 3. 58 Percepción de características organolépticas.
Fuente: (Torricella, R., 2019)

Los sentidos que según la clasificación convencional son: gusto, olfato, oído, tacto y la vista. Estos sentidos son los instrumentos para realizar el análisis sensorial, pero con condicionantes para aumentar su fiabilidad y objetividad

Como en cualquier análisis instrumental, si el aparato no está en correctas condiciones, las lecturas no tienen ningún sentido. Esto ocurre de igual forma en el análisis sensorial: es necesario conocer las limitaciones y posibilidades de los órganos sensoriales de los catadores, ya que la ignorancia de estas posibilidades va a conducir a la obtención de datos falsos y conclusiones erróneas.

Algunos de los factores que influyen en la evaluación sensorial pueden ser:

a) Factores ambientales

La experiencia ha demostrado que con independencia de las características personales y del grado de interés y preparación que posean los jueces que participan en una evaluación sensorial, las condiciones externas influyen directamente en sus juicios. Para que las personas no desvíen la atención del punto que se quiere sea su objeto de observación, es necesario controlar todo tipo de variable que pueda en un momento dado influir o afectar su respuesta; de ahí la importancia de que las condiciones ambientales estén normalizadas. El laboratorio de Evaluación Sensorial debe contar con dos áreas independientes entre sí, el área de preparación de muestras y la de evaluación. Las dimensiones de estas salas pueden variar según las posibilidades materiales y financieras de cada institución, no obstante, deben resultar cómodas y confortables, debiendo estar situada muy cerca una de otra (preferentemente colindante) pero sin que exista una comunicación entre ella que origine el paso de ruidos, olores, etc. El área de preparación de la muestra, debe estar debidamente equipada con equipos y utensilios propios de una cocina, presentando además balanza para el pesado de las muestras. La sala de evaluación debe poseer cabinas individuales que garanticen la independencia de los jueces, eliminando la distracción y comunicación entre ellos. Todas las cabinas deben ser iguales, y cuando las condiciones lo permitan pueden ajustarse a lo indicado en la norma ISO 8589.

b) Factores personales

Como ya se trató anteriormente, en el análisis sensorial, el ser humano es el instrumento de medición, es decir los jueces que participan en las diferentes pruebas de evaluación sensorial, por lo que es necesario tener en cuenta todos los factores que pueden incidir en sus respuestas, tanto desde el punto de vista psicológico como fisiológico y prepararlos adecuadamente con el propósito de que puedan emitir juicios exactos y confiable. El trabajo con los jueces se presenta de manera detallada en la UNIDAD V.

3.1.4.3 Establecimiento de instalaciones: área de preparación, aérea de catado, utensilios.

Una instalación de una sala de análisis sensorial típica comprende lo siguiente:

- a) Un área de prueba en la que el trabajo puede llevarse a cabo individualmente en cabinas de prueba o en grupos.
- b) Un área de preparación.
- c) Una oficina.
- d) Un guardarropa y baños.
- e) Una sala de almacenamiento de suministros.
- f) Una sala de almacenamiento para muestras.
- g) Una sala de espera para asesores.

Sin embargo, de los anteriormente mencionados, los requisitos mínimos son

- a) Un área de prueba en la que el trabajo puede llevarse a cabo individualmente en cabinas de prueba o en grupos.
- b) Un área de preparación.

Los evaluadores deben poder acceder fácilmente a la sala de pruebas y no debe ubicarse en un área donde haya un flujo de tráfico pesado (por ejemplo, cerca de una cafetería), a menos que se hayan hecho arreglos para reducir el ruido y la distracción. También se deben hacer arreglos razonables para la accesibilidad al área por aquellos con discapacidades físicas.

Es deseable un área para que los evaluadores se reúnan o esperen antes de ingresar a la sala de pruebas. La organización de las áreas debe ser fácilmente accesible para la limpieza y debe permitir buenas condiciones de higiene

A) El área de prueba debe cumplir con las siguientes especificaciones:

a) Ubicación: el área de prueba debe ubicarse cerca del área de preparación. Las áreas deben estar lo suficientemente cerca una de la otra para facilitar la presentación de la muestra, pero las áreas deben estar separadas para reducir la interferencia, como el olor y el ruido.

Los evaluadores no deben ingresar o salir del área de prueba a través del área de preparación, ya que esto podría resultar en sesgo en los resultados de la prueba.

b) Temperatura y humedad relativa: se debe controlar la temperatura en el área de prueba. La humedad relativa debe ser controlable si puede afectar el producto durante la evaluación. En general, los niveles deben ser cómodos para los evaluadores, a menos que la prueba del producto requiera condiciones inusuales.

c) Ruido: el nivel de ruido se mantendrá al mínimo durante los ensayos. Por lo tanto, es deseable que la habitación sea resistente al sonido, con pisos que puedan minimizar los ruidos asociados con caminar o al mover objetos.

d) Olores: el área de prueba debe mantenerse razonablemente libre de olores. Una forma de lograr esto es mediante la instalación de un sistema de aire con filtros de carbón activado. Si es necesario, se puede crear una ligera presión positiva en el área de prueba para reducir la entrada de aire de otras áreas.

i. El área de prueba se construirá con materiales que sean fáciles de limpiar y que puedan mantenerse libres de olores. Los muebles y equipos, como alfombras, sillas, etc., no emitirán olores que puedan interferir con la evaluación. Dependiendo del uso del laboratorio, el uso de superficies de tela puede necesitar ser limitado debido a la absorción de olores y dificultades en la limpieza.

ii. Los agentes de limpieza que se usan no deben dejar olores en el área de prueba.

- e) Decoración: el color de las paredes y el mobiliario del área de prueba debe ser neutral para que el color de las muestras no se modifique. Los colores blanco opaco o gris neutro claro son los colores recomendados (el gris oscuro puede ser apropiado para pisos y sillas).
- f) Iluminación: la fuente, el tipo de iluminación y los niveles de iluminación son muy importantes en todas las pruebas sensoriales. Se debe prestar atención a la iluminación general en todas las habitaciones y a la iluminación en cada cabina de paneles cuando corresponda. La iluminación en el área de prueba debe ser uniforme, libre de sombras fuertes y controlable.

La iluminación especial puede ser especialmente importante en el caso de la evaluación del color de productos o materiales. También se pueden necesitar dispositivos de iluminación especiales para enmascarar el color o las diferencias visuales que son variables no deseadas del producto que no son de prueba.

- g) Consideraciones de seguridad: Se debe tener en cuenta cualquier consideración especial de seguridad apropiada para el tipo de laboratorio, como campanas de ventilación especiales para muestras de olor, estaciones de lavado químico si se trabaja con productos químicos y consideraciones especiales de incendio si se trabaja con equipos de cocina.

Independientemente del tipo de laboratorio, los letreros de salida deben colocarse adecuadamente. (ISO (International Organization for Standardization) 8589, 2007)

Las cabinas de prueba

Cabinas de prueba: en muchas pruebas sensoriales, los evaluadores deben realizar juicios personales independientes. Los evaluadores a menudo usan cabinas de pruebas individuales para limitar las distracciones y evitar la comunicación durante las evaluaciones donde la evaluación individual es necesaria. Las cabinas deben cumplir con lo siguiente:

- a) Número: el número de cabinas que se pueden instalar depende del espacio disponible y de las pruebas que generalmente se realizan en el área de

prueba. Este número se elegirá para permitir suficiente espacio para el movimiento y para servir muestras del área de servicio.

- b) Configuración: aunque se recomiendan cabinas de prueba permanentes, puede ser necesario el uso de cabinas de prueba temporales y portátiles.

Si las cabinas de prueba se construyen a lo largo de una pared que divide el área de prueba del área de preparación, se recomienda que haya aberturas para permitir que las muestras pasen del área de preparación a la cabina de prueba. Las aberturas se diseñarán para facilitar el paso de las muestras y se cubrirán con puertas corredizas o escotillas que se cierren silenciosamente. Un mostrador en el lado del área de servicio de la pared es conveniente. Se recomienda que las aberturas se diseñen de modo que los evaluadores no puedan ver las muestras preparadas o codificadas.

Los tomacorrientes, si es necesario, deben ubicarse convenientemente para acomodar el equipo eléctrico que pueda ser requerido para situaciones de prueba específicas.

Si los evaluadores utilizan un sistema informático para la entrada de datos, los componentes informáticos necesarios se configurarán para permitir que el evaluador se concentre en la tarea sensorial. Por ejemplo, la pantalla debe estar a una altura cómoda para la visualización y debe estar configurada de modo que haya un brillo mínimo, y los protectores de pantalla generalmente no deben usarse. El teclado u otro dispositivo de entrada deben estar a un nivel cómodo y colocado de manera que no obstaculice la evaluación de las muestras.

A menos que el panel se sirva a intervalos de tiempo específicos, se recomienda que se diseñe un sistema para que el evaluador envíe una señal al operador cuando esté listo para una muestra. Esto es especialmente importante cuando una pared separa el área de preparación del área de prueba. Se puede usar un interruptor para encender una luz en el lado de preparación, o un sistema en el que una tarjeta simplemente se desliza debajo de la puerta de servicio.

Puede ser útil que las cabinas estén numeradas o tengan un letrero para permitir su identificación y la ubicación de los asesores.

Los utensilios empleados para evaluar las muestras:

Los utensilios han de ser uniformes, no proveer sabores ni olores extraños al producto, deben ser de material inerte, pueden ser de vidrio, porcelana, cerámica, o material desechable. No se aconseja emplear plástico pues en ocasiones tiene cierto olor característico que puede influir en la respuesta sensorial. Han de estar limpios, sin manchas y a veces pueden ser coloreados con el objeto de enmascarar cierto atributo a medir.

1. El área de preparación de la muestra:

En la ISO 8589:2007 no se contemplan especificaciones de diseño para el área de preparación de muestras, solamente limitaciones con respecto a la sala de prueba, pero por ser un local que prepara alimentos, debe cumplir los requerimientos de la legislación vigente del país, en el caso de El Salvador, se deben aplicar las Normas Técnicas Sanitarias para la Autorización y Control de Establecimientos Alimentarios, y además, esta área debe estar debidamente equipada con equipos y utensilios propios de una cocina, presentando además balanza para el pesado de las muestras.

Los requisitos sanitarios generales según las Normas Técnicas Sanitarias para la Autorización y Control de Establecimientos Alimentarios del (Ministerio de Salud El Salvador, 2013)

a) Ubicación y alrededores

Art. 5.- Los establecimientos alimentarios deben estar ubicados en zonas o lugares no expuestos a contaminación física, química o biológica y de actividades industriales que constituyan una amenaza grave de contaminación de los alimentos.

b) Alrededores del área donde se preparan alimentos

Art. 6.- Los alrededores o áreas exteriores del establecimiento donde se preparan alimentos deben mantenerse limpios, libres de maleza, estancamientos de aguas, promontorios de desechos sólidos y polvo.

c) Infraestructura

Art. 7.- Dentro del edificio, el área de preparación y almacenamiento de alimentos, debe disponer de barreras efectivas para impedir el ingreso de plagas como: insectos, roedores, aves, quirópteros u otra fauna nociva y otros contaminantes. La edificación en cuanto a su diseño, construcción y tamaño debe ser tal que facilite su mantenimiento y operaciones sanitarias, conforme a la actividad correspondiente.

d) Pisos

Art. 8.- Las superficies del piso deben ser de material impermeable para evitar la contaminación y que faciliten los procesos de limpieza y desinfección, no deben presentar daños ni grietas. Según el tipo de actividades del establecimiento, se requiere de la instalación de desagües para la evacuación rápida de las aguas que se generen con desnivel del dos por ciento al desagüe. En el área de preparación de alimentos de establecimientos alimentarios y otras procesadoras artesanales de alimentos con procesos húmedos, además de lo establecido en el inciso anterior, se requerirá que las uniones entre el piso y las paredes sean redondeadas.

e) Paredes

Art. 9.- Las paredes internas de las áreas de procesamiento y manipulación de alimentos deben ser impermeables, lisas, de color claro, limpias y en buen estado.

f) Techos

Art. 10.- Los techos deben estar contruidos de material impermeable e impidan la acumulación de polvo, contaminantes y anidamiento de plagas, en caso de contar con cielo falso, debe mantenerse en buen estado y limpio. Si el establecimiento cuenta con plafón de concreto, debe mantenerse en buen estado, libre de grietas, de superficie lisa, lavable y que no constituya riesgo de contaminación.

g) Ventanas

Art. 11.- Las ventanas y otras aberturas de las áreas de preparación y almacenamiento de alimentos deben estar provistas de malla número diez o doce, u otros equivalentes que impidan el ingreso de insectos, roedores y otras plagas, además que sean fáciles de desmontar y limpiar. Las repisas de las ventanas deben tener un declive del diez por ciento para evitar la acumulación de polvo e impedir su uso para almacenar objetos.

h) Puertas

Art. 12.- Las puertas de la zona de producción de alimentos deben estar construidas de material no absorbente, lisas y de fácil limpieza, con bisagras que accionan en vaivén.

i) Iluminación y ventilación

Art. 13.- El establecimiento alimentario debe disponer de luz natural o artificial y tener un sistema efectivo de ventilación natural o artificial, conforme lo establece el Reglamento General Sobre Seguridad e Higiene en los Centros de Trabajo, del Ministerio de Trabajo y Previsión Social.

j) Equipos de ventilación

Art. 14.- Los aparatos o equipos utilizados tales como: ventiladores, campanas extractoras, extractores de calor, aires acondicionados y otros, deben recibir mantenimiento preventivo dos veces al año.

En caso de que la ventilación natural sea afectada, se deben adoptar métodos mecánicos de ventilación forzada que ayuden a controlar la temperatura en el ambiente interno.

k) Calidad y cantidad del agua

Art. 15.- El establecimiento alimentario debe disponer de agua potable en calidad y cantidad suficientes, en todas las áreas requeridas, con instalaciones apropiadas para su almacenamiento y distribución, conforme lo establece el instrumento técnico jurídico correspondiente.

l) Agua para consumo humano

Art. 16.- El agua suministrada para consumo humano debe ajustarse a los requisitos fisicoquímicos y microbiológicos, conforme lo establece el instrumento técnico jurídico correspondiente, en el caso de utilizar agua envasada, ésta debe contar con el Registro Sanitario Vigente.

m) Almacenamiento de agua

Art. 17.- La cisterna o tanque para almacenar agua debe estar protegida de contaminantes externos, debe lavarse y desinfectarse cada seis meses y presentar su respectivo registro de limpieza y desinfección; el agua almacenada debe tener un límite de 0,3 a 1,1 mg/l de cloro residual libre. Si en el establecimiento alimentario existieran equipos de tratamiento con filtración, lámpara ultravioleta (UV), desinfección con ozono u otro desinfectante, el responsable debe presentar registro de limpieza y mantenimiento de los mismos y controles de calidad del agua.

n) Lavado y desinfección de frutas, verduras y otra materia prima

Art. 18.- Los alimentos crudos que se utilizan como materia prima deben lavarse y desinfectarse con métodos y productos químicos especiales para alimentos; la dosis debe ser la indicada por el fabricante. En la sala de preparación de alimentos debe mantenerse la información acerca de las concentraciones de los químicos u otros desinfectantes y los tiempos de desinfección de la materia prima. Si se usan concentraciones a base de cloro, las soluciones deben mantenerse con viñetas de información que especifiquen la fecha de preparación, vencimiento y las dosis recomendadas. Si se utiliza ozono como método de desinfección, debe mantenerse información acerca del funcionamiento del equipo, fechas de cambio de filtros y los tiempos de aplicación de la ozonización.

3.1.4.4 Presentación de muestras: Codificación, Tamaño, cantidad y temperatura de muestra, vehículo y borraradores. Área administrativa.

Las muestras se preparan de acuerdo al tipo de producto, de manera tal que no se introduzcan olores, ni sabores extraños o cambios en algunas de sus propiedades organolépticas. En algunos alimentos es necesario utilizar diluyentes, para que las muestras se consuman en su forma habitual, por ejemplo, un aderezo para ensalada se presenta al juez sobre lechuga, una pasta o salsa puede servirse sobre galletas o pan. Si se requiere de un estudio de las características organolépticas del producto o describir sus atributos de calidad, entonces puede servirse el alimento solo para ser analizado.

- a) Codificación de las muestras. Las muestras se identifican de forma tal que no sugieran al juez ningún tipo de relación entre ellas. Se aconseja utilizar códigos compuestos por tres dígitos elegidos al azar (pueden ser tomados de una tabla de números aleatorios).
- b) Tamaño y cantidad de muestras. Las muestras se presentan en tamaño y cantidad suficiente como para que el juez pueda realizar la evaluación. Para productos sólidos se recomienda 30 g y para líquidos de 20 a 30 mL. Estas cantidades no son absolutas, pudiendo ser modificadas en caso que se precise. En los alimentos que se presentan por unidades como caramelos, galletas, dulces, etc., la muestra a evaluar debe ser una unidad. Las muestras deben ser lo más homogénea posibles para evitar variaciones en los juicios emitidos, lo que pudieran ocasionar sesgos.
- c) Temperatura de las muestras. Deben servirse y evaluarse las muestras a las temperaturas similares a las de su consumo, por ejemplo, los alimentos calientes deben servirse a temperaturas entre 60 - 65°C, los helados entre -1 y -2 °C. Debe tenerse en cuenta que a temperaturas muy bajas o muy altas no puede saborearse bien el alimento, ni apreciarse adecuadamente su sabor característico, de ahí que para algunos productos no se tenga en cuenta lo anterior, ejemplo la cerveza las cuales han de ser evaluadas entre 10 y 12°C, aunque se prefiera consumir a temperaturas más bajas.

- d) Vehículo o diluyente. Se refiere al material que se emplea como soporte en el caso de alimentos que no se consumen solos, por ejemplo, la mayonesa, mantequilla, aderezos que suelen acompañarse de pan o galleta. En estos casos el juez tiene que conocer cuál es el alimento que se desea analizar y cual se utiliza como vehículo.
- e) muestra o agente enjuagante. Es el sistema a utilizar para eliminar el sabor residual que persiste después de una degustación. Generalmente se emplea agua a temperatura ambiente, la cual no tiene que ser tragada, se expectora. En ocasiones dependiendo del tipo de producto que se analiza pueden emplearse otros agentes enjuagantes, por ejemplo, pan o galletas que no posean un sabor específico acentuado.

3.1.5 UNIDAD V: Formación y entrenamiento de jueces.

INTRODUCCIÓN

Un panel es un instrumento fundamental hoy en día en la industria alimentaria, este instrumento es un grupo de personas (jueces) que han sido entrenados en las distintas pruebas de análisis sensorial. Estos ensayos son rigurosos, pero pueden ser llevados a cabo jueces entrenados (juez analítico) o no (juez consumidor o afectivo). En el caso que, para el análisis sensorial, se requiera un juez analítico es necesario asegurar una buena formación o entrenamiento para evitar resultados erróneos de la prueba sensorial.

3.1.5.1 Reclutamiento de panelistas: criterios de selección preliminar

La formación de los panelistas consta de cuatro etapas según Espinosa, J., 2007:

1. Pre selección o selección preliminar.
2. Selección.
3. Entrenamiento.
4. Comprobación del entrenamiento.

Este procedimiento de formación debe llevarse de manera adecuada con el objetivo que, durante el análisis sensorial se emplee un grupo de jueces seleccionados y

adiestrados (catadores), los cuales deben emitir juicios exactos, precisos y reproducibles.

Las tres primeras etapas tienen como objetivo conseguir el grado de sensibilidad, precisión y exactitud necesaria en la respuesta de los jueces y la cuarta controlar y mantener la eficiencia del grupo.

1. Preselección de jueces.

- a) La etapa de preselección tiene como objetivo conocer aspectos personales que pueden influir en el desempeño de los futuros catadores, se basa fundamentalmente en la realización de entrevistas de manera voluntaria a los candidatos con el propósito de evaluar la salud, disponibilidad, interés y motivación de los mismos.
- b) Generalmente se ofrece un cuestionario donde se recogen los datos de interés que permiten decidir si el juez continúa o no a la etapa de selección.
- c) El reclutamiento inicial debe realizarse con un número dos o tres veces mayor al requerido, ya sea porque al momento de la evaluación, las personas no estén disponibles o porque van a ser rechazadas en el proceso de selección, de manera tal que finalmente se obtenga un grupo de 7 a 10 catadores.

Las etapas de selección, entrenamiento y comprobación del entrenamiento de jueces se encuentran en la sección 3.1.5.3

3.1.5.2 Tipo de jueces: juez analítico y juez consumidor

a) Juez analítico.

El Juez analítico es el individuo que entre un grupo de candidatos ha demostrado una sensibilidad sensorial específica para uno o varios productos. Es necesario tener en cuenta algunos aspectos personales de los jueces analíticos entre los que se encuentran los siguientes:

Edad. Como representante de la población en general se consideran las personas entre 18 y 50 años de edad, pues se supone que sus organismos han logrado un desarrollo óptimo, tanto desde el punto de vista fisiológico como cultural.

Sexo. Es aconsejable que las comisiones de evaluación sensorial estén formadas por individuos de ambos sexos, evitando así las variables debidas a este factor.

Estado de salud. Los jueces analíticos no deben presentar ninguna enfermedad, bien sea esta de tipo orgánicos o psíquica, pues se altera su capacidad perceptiva y su atención. Las personas que padecen afecciones respiratorias o visuales crónicas no pueden ser utilizadas.

Carácter y responsabilidad. El juez tiene que ser honesto, confiable y cuando trabaja en grupo; no ser ni demasiado pasivo ni muy dominante en su actitud. Debe mostrar preocupación e interés en la prueba que está realizando, siendo puntual, receptor y fiel al procedimiento solicitado.

Afinidad con el material objeto de prueba. Los jueces analíticos no pueden emplearse cuando presenten un franco rechazo al material que se estudia, por ejemplo, no podrá participar en una prueba con chocolate, la persona a quien este producto cause alergia o una sensación de malestar físico. No es fundamental que cada juez considere cada muestra agradable lo decisivo es que evalúe las muestras con cuidado y objetividad. Tampoco deben considerarse las personas que sienten una preferencia excesiva sobre el producto a evaluar.

Disponibilidad. Las personas que no disponen del tiempo necesario para participar en las actividades que requiere la evaluación sensorial no deben ser catadores, ya que la habilidad y destreza de los mismos sólo puede lograrse con una participación constante en las diferentes sesiones de cata. (Espinosa, J., 2007)

b) Juez consumidor o afectivo.

El Juez consumidor es el individuo que no tiene que ser seleccionado ni adiestrado, son consumidores escogidos al azar representativo de la población a la cual se estima está dirigido el producto que se evalúa. El objetivo que se persigue al aplicar una prueba de evaluación sensorial con este tipo de juez, es conocer la aceptación,

preferencia o nivel de agrado que estas personas tienen con relación al alimento evaluado.

Las pruebas con consumidores pueden realizarse en un supermercado, una escuela, centro de trabajo, etc. Si se decide hacerla a los vecinos en su casa, debe consultarse cuál es la hora más conveniente para efectuar la visita, teniendo en cuenta además el criterio de cuál es el horario más adecuado para realizar dichas evaluaciones.

El número de participantes en cada prueba debe ser grande para minimizar la variación propia de la subjetividad de las respuestas y sólo aparezcan las diferencias más importantes del producto sujeto al estudio. Se plantea que el número mínimo de jueces a emplear debe ser 80, aunque a medida que se aumente este valor el error tiende a disminuir. Debido a que los juicios que se emiten están influenciados por diversos factores propios del individuo, es de esperarse una variación grande entre ellos, por lo que debe tratarse de normalizar ciertas condiciones que permitan lograr resultados más objetivos, como son: explicación detallada a los participantes del procedimiento de la prueba y de la importancia de los criterios que se emitan para cumplimentar los objetivos de la misma, conocer las características socioculturales y económicas del grupo, presentación adecuada de las muestras, entre otras. (Espinosa, J., 2007)

3.1.5.3 Procedimiento de selección y entrenamiento de jueces analíticos

2. Selección de jueces.

El principal objetivo de la etapa de selección, es familiarizar a los candidatos con los métodos del análisis sensorial y también con los materiales que se emplean en las evaluaciones.

Se les puede dividir en tres clases:

- a) Dirigidas a determinar incapacidad.
- b) Destinadas a determinar la agudeza sensorial.

- c) Evaluar el potencial de un candidato para describir y comunicar sus percepciones sensoriales.

Deben tomarse las recomendaciones dadas en la norma ISO 8589 sobre las condiciones de prueba, para realizar los métodos de análisis sensorial.

Para el entrenamiento de jueces se puede utilizar la ISO 8586:2012 (versión más reciente), en la cual se incluyen:

- a) Entrenamiento de color, sabor, olor y textura.
- b) Capacitación en detección y reconocimiento de sabores y olores especiales.

3. Entrenamiento.

El entrenamiento de los jueces seleccionados es una tarea muy importante que tiene como objetivos los siguientes:

1. Familiarizar a los individuos en el procedimiento de evaluación sensorial según las pruebas que se empleen.
2. Mejorar la habilidad individual de los jueces para reconocer, identificar y cuantificar los atributos sensoriales.
3. Lograr una alta sensibilidad de los evaluadores y desarrollarles la capacidad para memorizar los distintos atributos que se evalúan a cada alimento.
4. Conseguir juicios precisos y reproducibles.
5. Homogenizar la respuesta del equipo.
6. Lograr que los jueces dejen sus preferencias personales en función de dar criterios objetivos y exactos.

4. Comprobación del entrenamiento.

Los catadores entrenados generalmente se preparan para un trabajo continuado de catas periódicas, teniendo en cuenta lo anterior y que los juicios que estos emiten en la mayoría de los casos son decisivos para dar una respuesta con relación a la calidad, durabilidad o utilidad de los productos, se hace necesario que los mismos una vez adiestrados, se sometan a comprobaciones periódicas que garanticen la confiabilidad de los resultados.

Para cumplir dicho objetivo se emplean métodos estadísticos que permiten comprobar la consistencia individual de los jueces y/o la uniformidad del equipo. Se han descrito y ampliamente utilizados para este fin, la prueba de análisis secuencial, análisis de varianza, estadística multivariada, análisis de correlación, etc. (Espinosa, J., 2007)

3.1.6 UNIDAD VI: Métodos de evaluación sensorial.

INTRODUCCIÓN

Los métodos de evaluación sensorial son pruebas afectivas, discriminatorias y descriptivas. Las pruebas afectivas permiten determinar la aceptabilidad de consumo de un producto, y son llevadas a cabo por consumidores no entrenados, por lo que el número de panelistas para este tipo de pruebas debe ser grande.

Las pruebas discriminatorias se usan para detectar diferencias (aunque no detectan el tipo de diferencia encontrada), y son llevadas a cabo por panelistas entrenados. Generalmente se usa cuando se quiere introducir un nuevo producto y se desea saber si este es diferente al anterior, si la población detecta la diferencia. Si las muestras son perceptiblemente diferentes no se aplica esta técnica, las diferencias deben ser sutiles. Por último, las pruebas descriptivas constituyen una de las metodologías más importantes y sofisticadas del análisis sensorial. El análisis se basa en la detección y la descripción de los aspectos sensoriales cualitativos y cuantitativos, por grupos de personas entrenadas. Los panelistas deben dar valores cuantitativos proporcionales a la intensidad que perciban de cada uno de los atributos evaluados durante el análisis descriptivo. A través de este método se ayuda a identificar ingredientes esenciales y variables del proceso o cómo difiere el producto en aspectos sensoriales específicos. Asimismo, determina cuáles de los atributos son más importantes para la aceptabilidad.

3.1.6.1 Análisis discriminativos: Comparación pareada simple, prueba triangular, prueba dúo-trío, prueba “A-no A”, prueba 2 de 5, Ensayo de clasificación por ordenación.

Las pruebas discriminatorias permiten encontrar diferencias significativas entre las muestras o entre ellas y un patrón. Además, permiten cuantificar la diferencia significativa. Se requieren por lo general entre 25 a 50 panelistas por prueba, los cuales son reclutados por agudeza en su evaluación sensorial (Liria, M., 2007)

a) Comparación pareada simple

Desde el punto de vista sensorial suele ser una de las pruebas más eficaces, e indudablemente, es la de más fácil realización. Recibe este nombre debido a que se trabaja sólo sobre dos muestras. Este tipo de prueba se puede aplicar en los siguientes casos:

- i. Para seleccionar y perfeccionar catadores.
- ii. Para establecer preferencia entre dos muestras, por ejemplo, en un ensayo de consumidores o de mercado.
- iii. En control de calidad, cuando se requiere distinguir alguna diferencia organoléptica, general o específica, entre dos muestras.

Con esta prueba, se determina si hay diferencias en alguna dimensión específica entre dos muestras: acidez, dulce, salado, consistencia, color, etc. Es una prueba sencilla. Para su aplicación se presentan dos muestras y se pregunta si hay diferencias. El orden de presentación debe ser aleatorio: AB, BA.

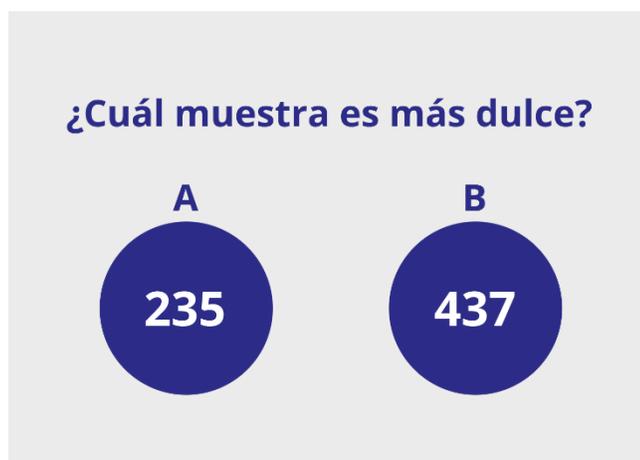


Figura 3. 59 Prueba pareada simple.

b) Prueba triangular

Mediante esta prueba se pueden detectar pequeñas diferencias entre muestras. Produce más fatiga sensorial que la comparación pareada. Aquí se presentan tres productos, pero sólo uno de ellos es diferente.

En este caso la pregunta es: ¿Cuál es la diferente? Para su aplicación se presentan tres muestras y se pregunta cuál es diferente. La posible combinación de productos es como sigue: AAB, ABA, BAA, ABB, BAB, BBA, las cuales deben presentarse aleatoriamente.



Figura 3. 60 Prueba triangular.

c) Prueba dúo-trío

En este caso se desea determinar si hay alguna diferencia sensorial entre una muestra dada y una de referencia. Aquí los panelistas deben conocer bien la muestra de referencia, para poder detectar la diferencia en el caso que la hubiera. Se presentan tres muestras, una de ellas como referencia y se pregunta ¿Cuál de las otras dos es igual a ella?



Figura 3. 61 Prueba dúo-trío.

d) Prueba A-no A

Con esta prueba se desea detectar si la muestra es igual o diferente a la muestra de referencia.

Se presentan dos muestras, una de ellas como referencia y se pregunta ¿La muestra es igual a la referencia?



Figura 3. 62 Prueba A-no A.

e) Prueba 2 de 5

Se presentan cinco muestras codificadas, donde dos muestras pertenecen a un tipo y las otras tres pertenecen a otro tipo.

En esta prueba se les pide a los panelistas que prueben cada muestra y seleccionen las dos muestras que son diferentes a las otras tres.

La indicación puede ser: escriba los códigos de las dos muestras que son diferentes a las otras tres.

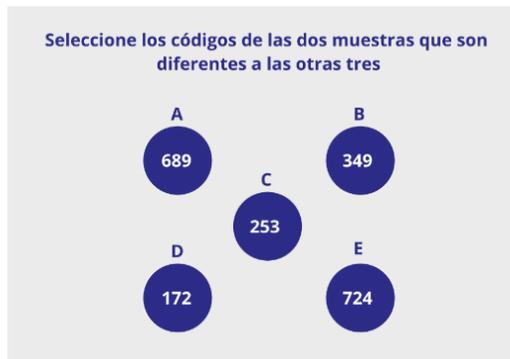


Figura 3. 63 Prueba 2 de 5.

f) Ensayo de clasificación por ordenación

Esta prueba consiste en analizar tres o más muestras con el objetivo de ordenar en función de intensidad de una característica. Las características pueden ser: acidez, dulce, salado, consistencia, color, entre otras.

La indicación puede ser: escriba en orden de izquierda a derecha, de manera ascendente, según el dulzor, las muestras (es decir, empezando por la menos dulce y terminando por la más dulce) (Sancho, J., Bota, E. y de Castro, J., 1999)

3.1.6.2 Pruebas descriptivas.

Las pruebas descriptivas permiten describir, comparar y valorar las características de las muestras en función de unas categorías o tipos (patrones) definidos previamente. Se requieren por lo general entre 8 a 12 panelistas por prueba, los cuales son reclutados por agudeza en su evaluación sensorial

a) Para categorización de muestras

Es la evaluación sensorial a través de escalas de categorías, consiste en que los panelistas respondan a cada uno de los atributos sensoriales ubicando su valoración sobre una escala gráfica ancladas en los bordes.

A través de esta prueba se puede evaluar el color, la intensidad de los sabores básicos, la viscosidad, la adhesividad, entre otras.

NOMBRE: _____		FECHA: _____	
NOMBRE DEL PRODUCTO: _____			
Frente a usted hay una muestra de helado, usted debe probarla y evaluarla de acuerdo a cada uno de los atributos mencionados.			
Marque con una línea vertical sobre la línea horizontal.			
ATRIBUTOS			
Sabor			
Textura			
COMENTARIOS: _____			

Figura 3. 64 Ficha de evaluación sensorial por escalas de categorías.

b) Para determinar perfiles sensoriales

i. Perfil de sabor

Permite describir cualitativamente las características del sabor percibido, la intensidad del sabor, el orden de percepción del sabor y el sabor residual (el sabor que queda al final en la boca).

El panel evalúa el producto en conjunto para finalmente llegar a un consenso (no se usan métodos estadísticos).

Procedimiento:

- a. Los panelistas desarrollan y refinan en conjunto terminología común para el producto.
- b. Cada panelista trabaja independientemente en la muestra y anota sus percepciones.
- c. El director del panel pide que cada panelista presente sus anotaciones.
- d. El director del panel busca el consenso del grupo en los descriptores su intensidad y orden de aparición.
- e. Materiales de referencia pueden ser usados para ayudar a crear el consenso.
- f. El director de panel interpreta y reporta los resultados.

ii. Perfil de textura

La textura de un producto se refiere a: “Atributos reológicos y estructurales (geométricos y de superficie), mediante aspectos mecánicos, táctiles, visuales y auditivos”. La textura es un indicador de la calidad del alimento para el consumidor. Esta se mide de manera segmentada en el tiempo de la prueba: mordida inicial vs masticación vs residual.

Se hace uso de escalas de referencia demostrando características de texturas específicas. La escala está inicialmente anclada a referencias comunes de productos específicos, sobre las que se espera que se encuentre idealmente cada atributo evaluado. (Liria, M., 2007)

tabla 3. 26 Escala de referencia de texturas

Atributos de textura	Escala	Producto
Dureza	Bajo	Queso crema
	Medio	Salchicha Frankfurter
	Alto	Caramelo duro
Adhesividad al paladar	Bajo	Aceite vegetal hidrogenado
	Medio	Marshmellow

Continúa...

Tabla 3. 26 Escala de referencia de texturas (Continuación)

Atributos de textura	Escala	Producto
Adhesividad al paladar	Alto	Mantequilla de maní
Fracturabilidad	Bajo	Muffin de maíz
	Medio	Crujido del jengibre
	Alto	Caramelo duro
Sequedad	Bajo	Galletas cracker
	Medio	Jamón
	Alto	Wafer

Fuente: (Liria, M., 2007)

Definición de algunos atributos que se miden en la textura de los alimentos:

1. Dureza: Se requiere de fuerza para masticar a través del producto colocado entre los molares.
2. Adhesividad al paladar: Se requiere de fuerza para remover el producto completamente del paladar usando la lengua.
3. Fracturabilidad: Fuerza con la cual el producto se rompe entre los molares, masticándolo completamente con movimientos rápidos.
4. Sequedad: Cantidad de humedad percibida en la superficie del producto cuando entra en contacto con el labio superior.

Procedimiento:

1. Cada panelista evalúa las muestras independientemente, utilizando una técnica de escala.
2. Dependiendo del tipo de escala utilizado, los veredictos del panel se derivan por consenso o por análisis estadístico.

3.1.6.3 Pruebas afectivas-Análisis del consumidor. Pruebas de preferencia, pruebas de medición del grado de satisfacción.

(Liria, M., 2007)

Para este tipo de pruebas se necesita un grupo grande de consumidores como panelistas, de 75 a 150 consumidores (no entrenados), que pueden ser consumidores habituales o potenciales del producto.

En las pruebas afectivas o de aceptación el equipo o panel de catadores clasifica las muestras con relación a la preferencia que sienten por ella o a su nivel de satisfacción.

a) Pruebas de preferencia

Sólo se desea conocer si los consumidores prefieren una cierta muestra sobre otra. La información que puede obtenerse de esta prueba es muy limitada, pero se lleva a cabo muy rápidamente. Por ello es muy importante incluir una sección de comentarios donde el panelista dé a conocer porque prefiere una muestra sobre otra.

NOMBRE: _____	FECHA: _____
NOMBRE DEL PRODUCTO: _____	
Pruebe las dos muestras que se le presentas, pruebe primero la muestra ____ y luego la muestra ____	
Indique cual de las dos prefiere usted	
COMENTARIOS: _____	

Figura 3. 65 Modelo de ficha para prueba de preferencia.

b) Pruebas de medición del grado de satisfacción

Para este tipo de pruebas, pueden utilizarse las escalas hedónicas, las cuales presentan una descripción de las sensaciones que les produce la muestra. A esta escala siempre se le debe incluir un punto central “Ni me gusta ni me disgusta” punto al que se le asigna la calificación de cero.

Las escalas hedónicas pueden ser gráficas como la de la Figura 3.66, estas son mayormente empleadas cuando los panelistas son niños.

Se pueden usar escalas de tres, cinco, siete y nueve puntos. No es conveniente usar escalas de más de nueve puntos ya que es muy subjetivo diferenciar entre puntos.



Figura 3. 66 Escala hedónica para evaluar aceptabilidad, empleada en niños.

i. Escala hedónica gráfica de cinco puntos

De igual forma, la escala hedónica gráfica de la Figura 3.67 puede ser representada de manera simple, a través de una tabla:

DESCRIPCIÓN	VALOR
Me disgusta mucho	-2
Me disgusta un poco	-1
Ni me disgusta ni me gusta	0
Me gusta un poco	1
Me gusta mucho	2

Figura 3. 67 Escala hedónica gráfica de cinco puntos.

Para poner en práctica los conocimientos de la unidad cinco, es necesario la realización de prácticas de laboratorio y para ello en el manual se plantea la práctica 7 denominada “Análisis de perfil de textura de tres muestras de alimentos”, la práctica 8 denominada “Reconocimiento de sabores básicos en diferentes soluciones” y la práctica 9 denominada “Análisis sensorial: prueba triangular (de tres

muestras de alimentos cual es la diferente” para que pueda ser desarrollada en el transcurso esta unidad. Ver anexo

3.1.7 UNIDAD VII: Análisis de datos en evaluación sensorial.

INTRODUCCIÓN

Existen diversos modelos para la el procesamiento de los resultados de la evaluación sensorial. Pueden clasificarse en pruebas paramétricas y pruebas no paramétricas. En las pruebas paramétricas se conoce el modelo de distribución de la población objeto de estudio y se desconoce un numero finito de parámetros de dicha distribución que hay que estimar con los datos de la muestra, además, requieren conocer la distribución de la muestra para poder realizar inferencias sobre la población. Mientras que, las no paramétricas son métodos de distribución libre. No requieren conocer la distribución de la muestra, por lo que, se utilizan métodos estadísticos cuya distribución se determina con independencia de cuál sea la distribución de la población.

3.1.7.1 Pruebas paramétricas

Determinación de una muestra según Liria, M., 2007:

Para determinar el tamaño de la muestra, primero se debe definir:

Error tipo α (5 – 10%)

Error tipo β (5 – 10%)

¿Cuán grande es la diferencia que deseamos encontrar? (% de aciertos esperados)

$$N = \left[\frac{Z_{\alpha}\sqrt{pq} + Z_{\beta}\sqrt{p_a q_a}}{p - p_a} \right]$$

Z_{α} = 1.65 (5%, una cola)

p = proporción de acierto en la prueba

q = probabilidad de rechazo en la prueba

Z_{β} = 1.65 (5%, una cola)

p_a = C*P*(1 – C)

C= % de aciertos esperados (definido por el investigador: 1 de 5 personas, 1 de 4 personas, 1 de 3 personas, etc).

P= probabilidad de aciertos.

$$q_a = 1 - p_a$$

Ejemplo:

En la siguiente Tabla 3.27 se muestra un ejemplo de número de personas necesarias para una prueba por parejas y dúo trío, asumiendo un $Z_{\alpha} = 1.65$.

Tabla 3. 27 Número de personas necesarias para una prueba.

Discriminatorias	Fórmula para definir el tamaño de la muestra								
	Z_{α}	p	q	Z_{β}	$p_a = C \cdot P \cdot (1 - C)$			q_a	Muestra
					C	P	p_a		
Pareada, dúo-trío	1.65	0.5	0.5	1.65	0.50	0.50	0.75	0.25	38 personas
Triangular	1.65	0.33	0.67	1.65	0.33	0.33	0.44	0.44	52 personas

Fuente: (Liria, M., 2007)

a) Distribución normal

Se puede usar el área bajo la curva de probabilidad normal para estimar la probabilidad de oportunidades en el resultado de las pruebas discriminatorias.

$$Z = \frac{X - np - 0.5}{\sqrt{npq}}$$

Donde:

X = # de respuestas correctas

n = # de respuestas

p = probabilidad de decisión de oportunidad

p = ½: Dúo-trío; comparación pareada.

p = 1/3: Prueba triangular

Z-score < 1.65 provee suficiente evidencia a favor de la hipótesis nula (igualdad).

Ejemplo:

En la Tabla 3.28 se muestran ejemplos de dos pruebas. En el primer caso, para una prueba Dúo-Trío, en la que se pidió a 45 panelistas que identifiquen entre dos tipos de frijoles cuál es igual a la referencia, 29 de ellos identificaron correctamente. Aplicando la prueba Z, se tiene que el valor es 1.79, esto nos indica un nivel de significancia de 0.0367 (1-0.9633), es decir se concluye que existe un nivel de evidencia moderada para asumir que los dos productos son diferentes.

Para el caso de la prueba triangular, se aplicó a 32 panelistas a los que se les pidió que identificaran entre 3 tipos de pan cuál de ellos era diferente. Del total de panelistas 14 identificaron correctamente. Aplicando la prueba Z, se tiene que el valor es 1.06, es decir que los dos productos son iguales.

Tabla 3. 28 Ejemplos de prueba Dúo-Trío y prueba triangular.

		Tipo de prueba	
		Pareada, Dúo-Trío	Triangular
n	Muestra	45	32
X	# de respuestas correctas	29	14
p	Probabilidad de decisión por oportunidad	0.5	0.33
	Prueba pareada, Dúo-Trío: 0.500		
	Prueba triangular: 0.333		
q	1-p	0.5	0.67
Q	Prueba pareada; Dúo-trío: 0.500		
	Prueba triangular: 0.667		
	Z-score	1.79	1.06
	Probabilidad		
	Prueba pareada; Dúo-trío		
	Prueba triangular		
	Resultados	Los panelistas discriminan entre las muestras	No logran discriminar

Fuente: (Liria, M., 2007)

b) Prueba de distribución binomial

Permite determinar si el resultado del estudio fue debido a la probabilidad o si se percibió una diferencia entre las muestras. En la Figura 3.68 se puede observar una tabla simple (usando la prueba binomial), cuántos aciertos mínimos debe haber para poder definir que los panelistas identifican una diferencia entre los productos

evaluados (es decir aceptamos nuestra hipótesis nula: los productos no son diferentes). Por ejemplo: si se está aplicando una prueba dúo-trío a un grupo de 25 panelistas con la finalidad de que identifiquen entre dos galletas cuál se asemeja al patrón. Se definió previamente usar una prueba de una cola, a un nivel de significancia del 5% ($p=0.05$). Después de aplicar la prueba, se encuentra que 19 de ellos identifican correctamente el producto similar al patrón, por lo tanto, el producto A y B son diferentes, pues para 25 panelistas, se requiere que al menos 18 de ellos identifiquen el producto igual a la referencia. **(Liria, M., 2007)**

Número de juicios/ panelistas	Nivel de probabilidad								
	Pareada, Dúo-Trío, Preferencia Pareada						Triangular		
	Una cola			Dos colas			Una cola		
	0.05	0.01	0.001	0.05	0.01	0.001	0.05	0.01	0.001
5							4	5	5
6							5	6	6
7	7	7	--	7	--	--	5	6	7
8	7	8	--	8	8	--	6	7	8
9	8	9	--	8	9	--	6	7	8
10	9	10	10	9	10	--	7	8	9
11	9	10	11	10	11	11	7	8	9
12	10	11	12	10	11	12	8	9	10
13	10	12	13	11	12	13	8	9	10
14	11	12	13	12	13	14	9	10	11
15	12	13	14	12	13	14	9	10	12
16	12	14	15	13	14	15	10	11	12
17	13	14	16	13	15	16	10	11	13
18	13	15	16	14	15	17	10	12	13
19	14	15	17	15	16	17	11	12	14
20	15	16	18	15	17	18	11	13	14
21	15	17	18	16	17	19	12	13	15
22	16	17	19	17	18	19	12	14	15
23	16	18	20	17	19	20	13	14	16
24	17	19	20	18	19	21	13	14	16
25	18	19	21	18	20	21	13	15	17
30	20	22	24	21	23	25	16	17	19
35	23	25	27	24	26	28	18	19	21
40	26	28	31	27	29	31	20	22	24
45	29	31	34	30	32	34	22	24	26
50	32	34	37	33	35	37	24	26	28
60	37	40	43	39	41	44	28	30	33
70	43	46	49	44	47	50	32	34	37
80	48	51	55	50	52	56	35	38	41
90	54	57	61	55	58	61	39	42	45
100	59	63	66	61	64	67	43	46	49

Figura 3. 68 Aciertos para determinar si el panel discrimina entre dos productos.

Fuente: (Liria, M., 2007)

3.1.7.2 Pruebas no paramétricas

a) Prueba Chi cuadrada ajustada

Permite comparar un grupo de frecuencias observadas equiparándolas con un grupo de frecuencias esperadas (hipotetizadas), según Liria, M., 2007, la fórmula está dada por:

$$\chi^2 = \left[\frac{(|O_1 - E_1|^2 - 0.5)}{E_1} \right] + \left[\frac{(|O_2 - E_2|^2 - 0.5)}{E_2} \right]$$

Donde:

O_1 = # observado de elecciones correctas

O_2 = # observado de elecciones incorrectas

E_1 = # esperado de elecciones correctas (np)

$p = 0.500$: Dúo-trío; comparación pareada.

$p = 0.333$: Prueba triangular

E_2 = # esperado de elecciones incorrectas (nq)

$p = 0.500$: Dúo-trío; comparación pareada.

$p = 0.667$: Prueba triangular

n = # de panelistas

Ejemplo:

En una prueba pareada de 33 panelistas, encontramos que 20 identificaron la preparación más dulce, cuando se aplica la prueba, la χ^2 da un resultado de 1.424. Al buscar en la Figura 3.69 valores críticos de χ^2 , el valor crítico para un grado de libertad es de 3.84 (dos muestras que están siendo probadas menos 1 es igual a 1 grado de libertad), por lo tanto, se asume que para un alfa de 5%, los panelistas no discriminan muy bien el producto más dulce, por lo tanto, se concluye que los dos productos son iguales.

En una prueba triangular, de 30 panelistas 17 identifican la muestra que es diferente, el valor de χ^2 es de 7.275. Considerando que el valor crítico de χ^2 para 1 grado de libertad es de 3.84, se concluye que los panelistas lograron discriminar la muestra

diferente, por lo tanto, los dos productos son diferentes, el nivel de evidencia es fuerte, debido a que se encuentra entre un p de 0.001 y 0.005.

Tabla 3. 29 Ejemplo para determinar si el panel discrimina entre dos productos.

		Tipo de Prueba	
		Pareada, Dúo-Trío	Triangular
n	Número de panelistas	33	30
O_1	# observado de elecciones correctas	20	17
O_2	# observado de elecciones incorrectas	13	13
E_1	# esperado de elecciones correctas (np):	16.5	10
p	Prueba Pareada, Dúo-Trío: 0.500		
p	Prueba Triangular: 0.333		
E_2	# esperado de elecciones incorrectas (nq):	16.5	20
q	Prueba Pareada, Dúo-Trío: 0.500		
q	Prueba Triangular: 0.667		
χ^2		1.424	7.275
Grados de libertad		1	1
Chi para 1 grado de libertad y 5% de significancia (p=0.05)		3.84	3.84
Interpretación		No logran discriminar	Los panelistas discriminan entre ambas muestras

Fuente: (Liria, M., 2007)

Grados de libertad	Nivel de significancia					
	0.20	0.10	0.05	0.025	0.01	0.005
1	1.64	2.71	3.84	5.02	6.63	7.83
2	3.22	4.61	5.99	7.38	9.21	10.6
3	4.64	6.25	7.81	9.35	11.3	12.8
4	5.99	7.78	9.49	11.1	13.3	14.9
5	7.29	9.24	11.1	12.8	15.1	16.7
6	8.56	10.6	12.6	14.4	16.8	18.5
7	9.8	12.0	14.1	16.0	18.5	20.3
8	11.03	13.4	15.5	17.5	20.1	22.0
9	12.24	14.7	16.9	19.0	21.7	23.6
10	13.44	16.0	18.3	20.5	23.2	25.2
11	14.63	17.3	19.7	21.9	24.7	26.8
12	15.81	18.5	21.0	23.3	26.2	28.3
13	16.98	19.8	22.4	24.7	27.7	29.8
14	18.15	21.1	23.7	26.1	29.1	31.3
15	19.31	22.3	25.0	27.5	30.6	32.8
16	20.46	23.5	26.3	28.8	32.0	34.3
17	21.62	24.8	27.6	30.2	33.4	35.7
18	22.76	26.0	28.9	31.5	34.8	37.2
19	23.9	27.2	30.1	32.9	36.2	38.6
20	25.04	28.4	31.4	34.2	37.6	40.0
21	26.17	29.6	32.7	35.5	38.9	41.4
22	27.3	30.8	33.9	36.8	40.3	42.8
23	28.43	32.0	35.2	38.1	41.6	44.2
24	29.55	33.2	36.4	39.4	43.0	45.6
25	30.68	34.4	37.7	40.6	44.3	46.5
26	31.8	35.6	38.9	41.9	45.6	48.3
27	32.91	36.7	40.1	43.2	47.0	49.6
28	34.03	37.9	41.3	44.5	48.3	51.0
29	35.14	39.1	42.6	45.7	49.6	52.3
30	36.25	40.3	43.8	47.0	50.9	53.7

Figura 3. 69 Grados de libertad para diferentes niveles de significancia.
Fuente: (Liria, M., 2007)

Las pruebas paramétricas y no paramétricas anteriormente mencionadas son muy utilizadas para el análisis de datos de las pruebas discriminativas, en caso de querer evaluar la preferencia de un producto, comparándolo con otros existen las pruebas de Basker, Kramer y Friedman.

3.1.7.3 Uso de software

Existen diversos softwares para diseñar y analizar datos obtenidos de las pruebas sensoriales. La mayoría de ellos son versión paga, pero pueden obtenerse una licencia de prueba gratis, tal es el caso del software estadístico XLSTAT, el cual es una herramienta que se añade como pestaña de Microsoft Excel.

A continuación, se presenta un ejemplo sobre el diseño y análisis de una prueba discriminativa triangular:

Ejemplo: Un cervecero desea comercializar una nueva cerveza y le gustaría saber si los consumidores podrán diferenciar el nuevo producto de una cerveza de su propia línea de productos. Para probar la hipótesis de que ambas cervezas son similares, desea utilizar una prueba de triángulo.

El objetivo de este análisis es generar primero un diseño de experimentos para la degustación de cerveza, luego analizar los resultados para saber si los dos productos están bien discriminados.

En la prueba triangular, se presentan tres muestras a cada evaluador en diferentes órdenes. Dentro de estas muestras, los dos son similares. Los evaluadores tienen que identificar la muestra que es diferente de las demás.

a) Configurar un diseño para una prueba triangular

Una vez que XLSTAT está activado, seleccione el análisis / diseño de datos sensoriales XLSTAT para la función de prueba de discriminación sensorial.



Figura 3. 70 Menú de opciones del Software XLSTAT, para prueba triangular.

Una vez que haya hecho clic en el botón, aparece el cuadro de diálogo. Seleccione la prueba del triángulo. El número de jueces es 20 en este estudio. Luego seleccione el nombre de los productos. Se necesitan dos nombres por cerveza para que el juez no sepa de antemano el producto diferente (las muestras de cerveza 1 se llaman A y C / las de cerveza 2 se llaman B y D).

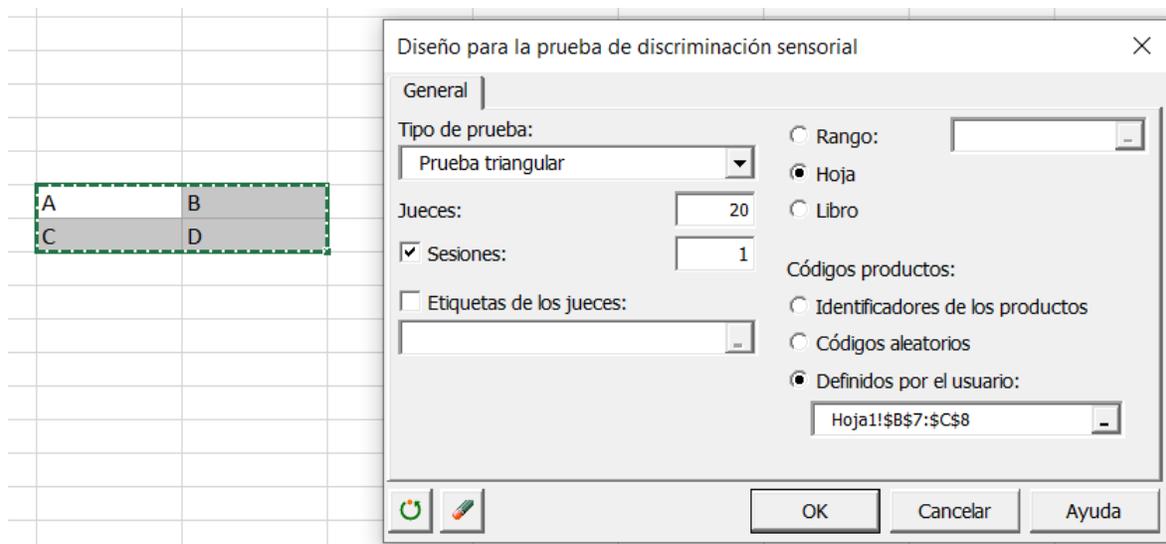


Figura 3. 71 Diseño de prueba triangular, utilizando XLSTAT.

Después de hacer clic en el botón **OK**, comienzan los cálculos y los resultados se muestran en una nueva hoja de Excel. La tabla de resultados le permite ejecutar la prueba para 20 evaluadores. Cada juez prueba 3 muestras en el orden designado. Tendrá que reconocer la cerveza presente solo una vez. La cuarta columna le permite ingresar la respuesta del juez. Si ingresa los resultados en la cuarta columna, la última columna se completará automáticamente (mostrará un "+" en la última columna si la respuesta es correcta y un "-" en caso contrario). El diseño generado es el siguiente: una vez que se llena la tabla de diseño, puede analizar los resultados de degustación obtenidos.

XLSTAT 2020.3.1.11 - Diseño para la prueba de discriminación sensorial - Comienzo: 28/06/2020 a las 14:51:32 / Final: 28/06/2020 a las 14:51:33
 Códigos productos: Libro = Libro2 / Hoja = Hoja1 / Rango = Hoja1!\$B\$7:\$C\$8 / 2 filas y 2 columnas
 Tipo de prueba: Prueba triangular
 Jueces: 20
 Sesiones: 1
 Semilla (números aleatorios): 726641305



Códigos productos:

Producto1	Producto2
A	B
C	D

Identifique el producto que se diferencia de los demás.

Diseño para la prueba de discriminación sensorial:

	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Respuesta del juez	respuesta corre	Correcto / Incorrecto
J1	D	B	A		A	
J2	A	D	C		D	
J3	A	C	B		B	
J4	C	D	A		D	
J5	C	B	A		B	
J6	B	A	C		B	
J7	C	A	D		D	
J8	B	D	A		A	
J9	D	B	C		C	
J10	A	D	B		A	
J11	B	A	D		A	
J12	B	D	C		C	
J13	D	C	A		D	
J14	A	C	D		D	
J15	A	B	C		B	
J16	D	A	B		A	
J17	C	A	B		B	
J18	C	D	B		C	
J19	A	B	D		A	
J20	C	B	D		C	

Figura 3. 72 Datos generados por XLSTAT.

b) Ejecutando una prueba triangular con XLSTAT

Seleccione la función de prueba de discriminación sensorial / análisis de datos sensoriales XLSTAT.

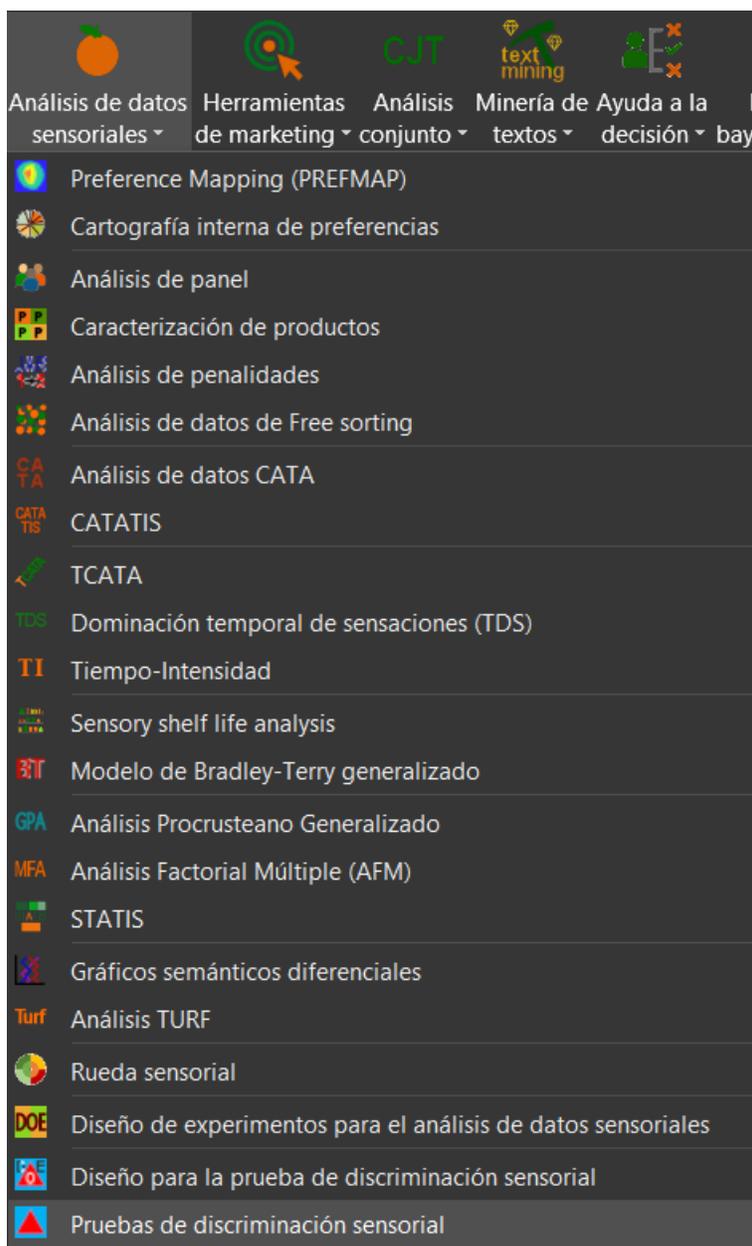


Figura 3. 73 Ejecución de prueba de triángulo en XLSTAT.

Aparece el cuadro de diálogo. Seleccione la prueba de triángulo en el campo **Tipo de prueba** y el modelo de Thurston en el campo **Método**. Seleccione la última columna de la tabla de diseño en el campo **Resultados de la prueba de discriminación** e ingresamos + como código para la respuesta correcta. Deseamos estimar tanto d' como la probabilidad de discriminación, por lo que elegimos la

opción de estimación y usamos una distribución binomial exacta. Para obtener más detalles sobre estos conceptos, haga clic en el botón Ayuda. Después de hacer clic en el botón **Aceptar**, comienzan los cálculos y los resultados se muestran en una nueva hoja de Excel.

Pruebas de discriminación sensorial

General

Tipo de prueba: Prueba triangular

Método: Modelo de Thurstone

Formato de los datos: Datos

Resultados de la prueba discriminante: 'Diseño sensorial'!\$H\$23:\$H\$42

Código para la respuesta: +

Opciones para el modelo de Thurstone:

d-prime: 0,5

Prop. de discrim.: 0,5

Estimar

Rango: []

Hoja

Libro

Etiquetas de las columnas

Nivel de significación (%): 5

Estadístico: Clopper-Pearson

Potencia: Binomial

OK Cancelar Ayuda

Figura 3. 74 Configuración de una prueba triangular.

	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Respuesta del juez	Respuesta correcta	Correcto / Incorrecto
J1	D	B	A	A	A	+
J2	A	D	C	D	D	+
J3	A	C	B	B	B	+
J4	C	D	A	D	D	+
J5	C	B	A	A	B	-
J6	B	A	C	C	B	-
J7	C	A	D	B	D	-
J8	B	D	A	D	A	-
J9	D	B	C	C	C	+
J10	A	D	B	A	A	+
J11	B	A	D	A	A	+
J12	B	D	C	C	C	+
J13	D	C	A	D	D	+
J14	A	C	D	D	D	+
J15	A	B	C	D	B	-
J16	D	A	B	A	A	+
J17	C	A	B	B	B	+
J18	C	D	B	C	C	+
J19	A	B	D	C	A	-
J20	C	B	D	B	C	-

Figura 3. 75 Ingreso de las respuestas de los jueces.

c) Interpretación de los resultados de una prueba triangular.

La primera tabla resume las opciones seleccionadas:

Resumen de las opciones seleccionadas:	
Prueba	Prueba triangular
Número de jueces	20
Prop. de resp. correctas	0.800
Probabilidad de adivinar	0.333

Figura 3. 76 Resumen de resultados de la prueba triangular.

Luego se dan los resultados de la prueba y la interpretación. Aquí, el valor p es inferior a 0,05, por lo que se rechaza la hipótesis nula de que d' es igual a cero. Por lo tanto, se sugiere que cada cerveza no siga la misma distribución normal. Por lo tanto, se puede rechazar la hipótesis de que las cervezas son similares. Además, como la Potencia de la prueba es muy alto, se concluye que la prueba es lo suficientemente robusta.

Pruebas de discriminación sensorial:	
Prop. de discrim.	0.700
Estadístico	15.000
valor-p	< 0.0001
alfa	0.050
Potencia	0.997
Interpretación de la prueba:	
H0: El valor de d' es igual a 0.	
Ha: El valor de d' es mayor que 0.	
Puesto que el valor-p computado es menor que el nivel de significación $\alpha=0.05$, se debe rechazar la hipótesis nula H0, y aceptar la hipótesis alternativa Ha.	
El riesgo de rechazar la hipótesis nula H0 cuando es verdadera es inferior al 0.01%.	

Figura 3. 77 Interpretación de prueba triangular.

La siguiente tabla muestra las estimaciones de los parámetros, incluida la d' . Todos los parámetros son significativamente mayores que 0. La d' es mayor a 3, que es muy alta, lo que indica una gran diferencia entre las dos cervezas.

Parámetro estimado (Modelo de Thurstone / Clopper-Pearson):				
Parámetros	Valor	Desv. típica	Límite inferior (95%)	Límite superior (95%)
Prop. de resp. correctas	0.800	0.089	0.563	0.943
Prop. de discrim.	0.700	0.134	0.345	0.914
d' -prime	3.129	0.638	1.791	4.656

Figura 3. 78 Estimación de parámetros Thurstone/Clopper-Pearson

3.2 Manual de laboratorio de la asignatura Técnicas de Análisis Avanzadas de Alimentos II.

3.2.1 Reglas de laboratorio y nomas de seguridad e higiene.

a. Normas generales y de seguridad

- i. No se puede fumar, comer ni beber en el laboratorio.
- ii. La gabacha de laboratorio es ante todo un elemento de protección. Es obligatoria la utilización de la gabacha. Mantener en todo momento la gabacha abrochada.
- iii. Cuando lo indique el profesor, se utilizarán guantes, mascarillas y/o gafas de seguridad.
- iv. Los cabellos deben llevarse recogidos, y no deben llevarse pulseras, aritos, anillos y collares durante la realización de las prácticas.
- v. No oler ni aspirar las sustancias en ningún caso.
- vi. Nunca efectuar pipeteos con la boca.
- vii. En la preparación de disoluciones debe agitarse de modo suave y controlado para evitar salpicaduras.
- viii. No debes hacer nunca un experimento no autorizado por el responsable del laboratorio.
- ix. Asegurarse del enfriamiento de los materiales antes de aplicar directamente las manos para agarrarlos.
- x. No manejar aparatos eléctricos con las manos mojadas o cuando se está sobre superficies húmedas.
- xi. No utilices nunca un equipo o aparato sin conocer perfectamente su funcionamiento. En caso de duda pregunta al profesor. Antes de iniciar un experimento asegúrate de que los montajes y los aparatos estén en perfectas condiciones de uso.
- xii. Tener especial cuidado en no eliminar por el desagüe, aunque sea en pequeñas cantidades, productos que reaccionan violentamente con el agua, muy tóxicos e inflamables.

Trabajar en el laboratorio con orden y limpieza. Para ello las siguientes deben seguirse las siguientes recomendaciones:

- i. Limpiar las mesas de trabajo antes y después de cada práctica, así también durante la práctica si se ha derramado algún reactivo o muestra biológica.
- ii. Debe evitarse acumular objetos como prendas de ropa, carteras, mochilas, etc. en las áreas de trabajo.
- iii. Si se cae algún reactivo sobre uno mismo, especialmente en los ojos, decirle al profesor o encargado del laboratorio. Si se cae accidentalmente cualquier líquido o reactivo sólido en la mesa y especialmente sobre cualquier instrumento, debe limpiarse inmediatamente.
- iv. Al finalizar la práctica, recoger materiales, reactivos, equipos, etc., evitando las acumulaciones innecesarias. Una vez terminado el trabajo dejar las mesas limpias y la cristalería.
- v. Deben lavarse las manos antes y después de terminar las prácticas o en los descansos si implican la salida del laboratorio.

b. Material o productos peligrosos

- i. **Manejo de material de vidrio:** examinar siempre el material de vidrio antes de usarlo. Ocasionalmente podemos encontrarnos con material roto que puede causar cortes en las manos. Una vez usado el material de vidrio debe ser aclarado con agua y colocado en las bandejas de material sucio.
- ii. **Sustancias tóxicas y corrosivas:** El manejo de productos químicos tóxicos o corrosivos tales como sosa, ácidos fuertes, etc. debe de llevarse a cabo con gran cuidado. ¡ESTÁ PROHIBIDO PIPETEAR PRODUCTOS CON LA BOCA!

iii. Manejo de alimentos y desechos

- i. Cualquier muestra que se guarde en los refrigeradores, congeladores y cuarto frío deberá estar bien empaquetada, envasada y etiquetada, indicando nombre completo del alumno, fecha, tipo de muestra, nombre de la asignatura o nombre del proyecto.

- ii. La basura deberá separarse y depositarse en el contenedor indicado.
- iii. Los residuos de las actividades experimentales se colocarán en recipientes especiales, debidamente etiquetados e identificados, para que posteriormente sean tratados.

3.2.2 Prácticas de laboratorio de la asignatura Técnicas de Análisis de Alimentos II.

El manual consta de nueve prácticas de laboratorio. Estas prácticas tienen el siguiente contenido:

Práctica 1: Calibración de equipos básicos de laboratorio.

Práctica 2: Aplicación de métodos electro analíticos en el análisis de muestras de alimentos.

Práctica 3: Aplicación de espectroscopia de luz visible (VIS) en el análisis de muestras de alimentos.

Práctica 4: Aplicación de espectroscopia ultravioleta (UV) en el análisis de muestras de alimentos.

Práctica 5: Aplicación de espectroscopia infrarroja (IR) en el análisis de muestras de alimentos.

Práctica 6: Medidas de parámetros físicos y químicos de muestras de alimentos.

Práctica 7: Análisis de perfil de textura de 3 muestras de alimentos.

Práctica 8: Reconocimiento de sabores básicos en diferentes soluciones.

Práctica 9: Análisis sensorial: prueba triangular (de 3 muestras de alimentos cual es la diferente).

El manual de laboratorio de la asignatura Técnicas de Análisis de Alimentos II se encuentra en ANEXO A.

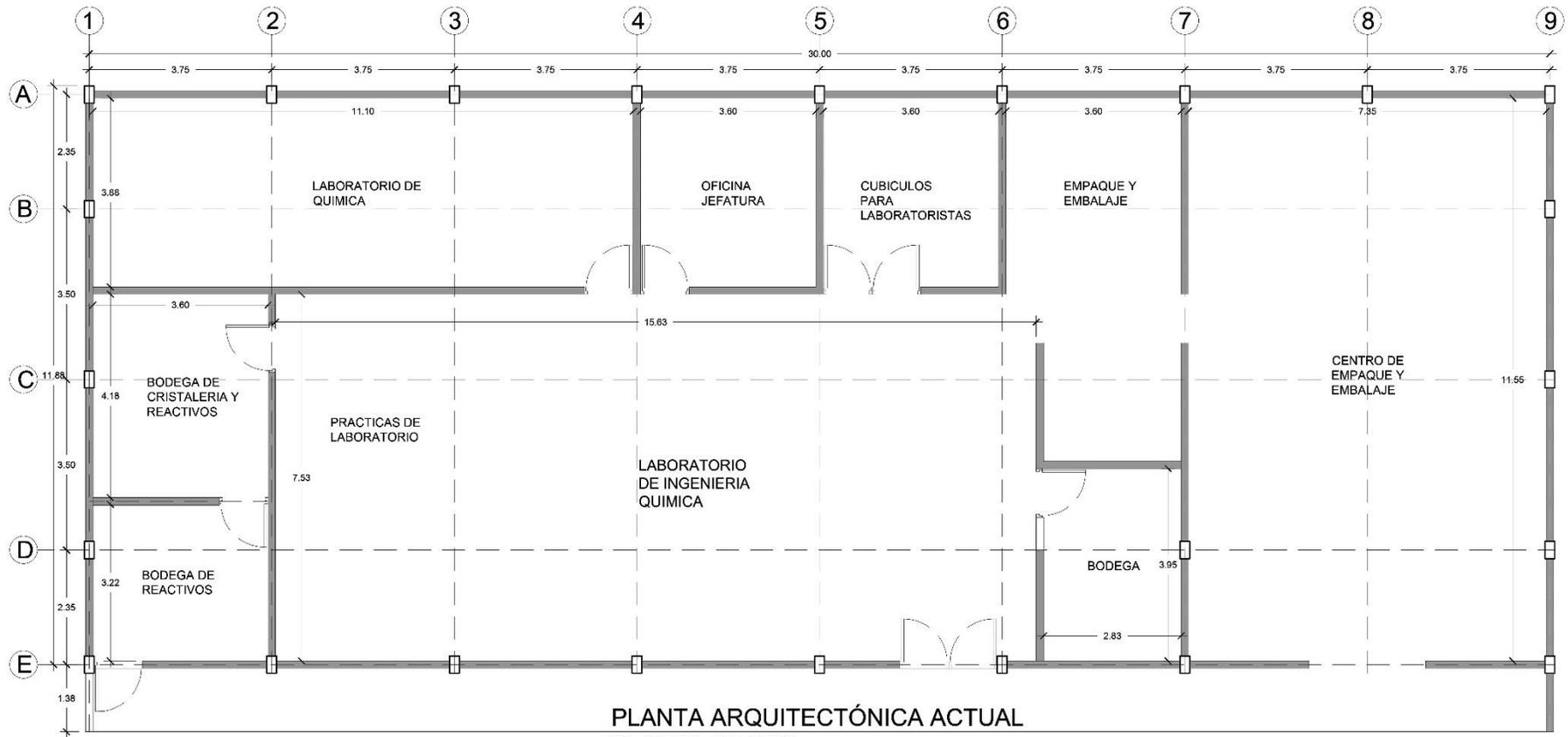
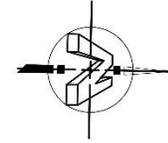
4. CAPITULO IV. DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES ACTUALES DE LOS LABORATORIOS

4.1 Determinación de las condiciones de los laboratorios.

El laboratorio actual de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, sede central se ubica en el departamento de San Salvador, específicamente en la Ciudad Universitaria, en el edificio conocido como “planta piloto”, el edificio se encuentra cerca de otras edificaciones con mismo uso que este. El laboratorio se encuentra entre las facultades de Agronomía y Química y Farmacia, pero dicho espacio pertenece a la facultad de Ingeniería y Arquitectura. Alrededor del laboratorio conocido como “planta piloto” se encuentran áreas como aulas, bodegas de equipo, edificios administrativos, talleres y una plaza.

El laboratorio actual de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, sede central cuenta con espacios como un laboratorio de química, un laboratorio de ingeniería química, una oficina de jefatura, bodegas de cristalería y reactivos, bodega general y un centro de empaque y embalaje (Orellana, S., 2008).

A continuación, se muestra un plano arquitectónico de la distribución del laboratorio de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos. Seguido de una descripción de las diferentes áreas que conforman el laboratorio.



PLANTA ARQUITECTÓNICA ACTUAL
 PLANTA PILOTO.
 ESC. 1:125

Plano arquitectónico de los laboratorios de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos (planta piloto). Fuente: (Orellana, S., 2008)

a) Laboratorio de química

El espacio está distribuido en forma de U y se utiliza para el desarrollo de las prácticas de laboratorio. El laboratorio de química contiene tres espacios de lavado, una cámara de extracción de gases y una unidad que contiene equipos como pH metros, conductivímetro y balanzas analíticas, además cada mesa de trabajo tiene conexiones de electricidad de 110/220 V, distribución de gas propano y agua.



Figura 4. 1 Área del laboratorio de química. Fuente: (León, V., Ramírez, G. y Rivera, D., 2020)

b) Oficina de jefatura

El espacio está asignado a la jefatura del laboratorio y contiene escritorios y equipos de oficina como computadoras e impresoras.



Figura 4. 2 Oficina de jefatura. Oficina de jefatura. Fuente: (León, V., Ramírez, G. y Rivera, D., 2020)

c) Cubículos para laboratoristas

El espacio está asignado para los laboratoristas. El cubículo contiene un escritorio, una computadora y además se encuentra cristalería y accesorios para el desarrollo de las prácticas de laboratorio.

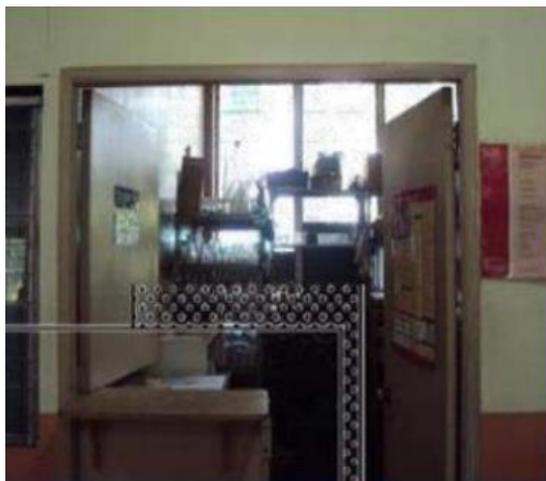


Figura 4. 3 Área de laboratoristas. Fuente: (León, V., Ramírez , G. y Rivera, D., 2020)

d) Bodegas de cristalería y reactivos

En el espacio se almacenan materiales y reactivos, así como también la cristalería, equipos y accesorios que son utilizados para el desarrollo de las prácticas de laboratorio. En la zona de la bodega se encuentra el baño.



Figura 4. 4 Área de bodega de reactivos y materiales varios. Fuente: (León, V., Ramírez , G. y Rivera, D., 2020)

e) Prácticas de laboratorio

El espacio se utiliza para trabajos generales como los proyectos de graduación y para el montaje de los equipos utilizados para operaciones unitarias. Está conformado por un espacio de lavado y mesas de trabajo que contienen conexiones de electricidad de 110/220 V, distribución de gas propano y agua.

En este espacio también se encuentra el área de las estufas, ésta última está conformada por una mesa que contiene equipos como estufas, horno de mufla y desecadores de vidrio.



Figura 4. 5 Área de prácticas de laboratorio. Fuente: (León, V., Ramírez , G. y Rivera, D., 2020)

f) Bodega

Este espacio se utiliza para almacenar equipos y materiales para uso de las prácticas de laboratorio. El espacio cuenta con estantes y mesas. Las mesas sostienen equipos como balanzas analíticas y el espectrofotómetro UV-Visible, entre otros.



Figura 4. 6 Área de almacenamiento de equipos y materiales. Fuente: (León, V., Ramírez, G. y Rivera, D., 2020)

g) Centro de empaque y embalaje (CDIECAP)

Este espacio se utiliza para realizar pruebas y análisis de empaque y embalaje. El espacio cuenta con tres mesas distribuidas alrededor de la pared y una en el centro. El centro de empaque y embalaje cuenta con equipos para las pruebas de empaque y embalaje en general, cámara de humedad y también un espectrofotómetro infrarrojo.

4.1.1 Diagnóstico del laboratorio de análisis instrumental

A continuación, en la Tabla 4.1 se presenta los requisitos que debe cumplir un laboratorio de análisis instrumental según el manual llamado: El laboratorio de control de los alimentos (Martin, P. y Weathermax, J., 1993) y se determina si el laboratorio actual de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, sede central, cumple con las características planteadas por el manual. A partir de un método cualitativo, es decir por medio de la observación de las instalaciones del laboratorio, determinando así el cumplimiento de los requisitos.

Actualmente, como se menciona en capítulos anteriores, la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, no posee un laboratorio donde se realicen todos los análisis de tipo instrumental, por lo que, para el diagnóstico del laboratorio actual, se evaluarán las condiciones de la planta piloto, específicamente del Laboratorio de Química, área donde se realizan la mayoría los de análisis tipo instrumental.

Tabla 4. 1 Diagnóstico del laboratorio de análisis instrumental

	Requisitos	Laboratorio actual
Dispositivos de seguridad	Las zonas propensas a incendios de los pasillos deberían estar realizadas de bloques de hormigón.	NO
	Los servicios deberían incluir un sistema de chorros de agua cerca de los huecos de cada puerta de forma que un trabajador pudiera darse una ducha inmediata, con ropas y todo, en el caso de contacto general accidental con líquidos corrosivos o venenosos o fuego.	NO
	Deberían incluirse fuentes para lavado de los ojos, o al menos estaciones de lavado de ojos portátiles.	NO
	El flujo de tráfico, el acceso de salida y las proporciones del laboratorio son todas consideraciones de seguridad. Debe ser siempre posible abandonar el laboratorio con garantía independientemente del lugar de inicio del fuego. Debe pensarse seriamente el número y situación de los extintores de fuego y sistemas de mangueras y la disponibilidad de sistemas de chorros de agua.	NO
	Los laboratorios deben estar bien iluminados a fin de que el operario no tenga que acercarse excesivamente a materiales potencialmente peligrosos para ver lo que está haciendo. Debe haber un espacio de trabajo amplio y las curvas y otras superficies deben estar libres de materiales excepto los que se están usando.	SÍ
	Son preferibles las mesas sin estantes para trabajar, a fin de que el operador no tenga que estirarse a través de la mesa. Es todavía usual ver reactivos en estantes al fondo de las mesas pero es probablemente más seguro si tales reactivos se pueden tener en estantes laterales o en bandejas que se traen a la mesa cuando se necesitan.	SI
	El suelo debe ser de material antideslizante, resistente a ácidos y disolventes, pero no tan duro que produzca cansancio permanecer en él de pie algunas horas seguidas. Ningún material es totalmente satisfactorio. El linóleo bien puesto y una resina epoxi totalmente sobre el hormigón se hallan entre las mejores alternativas existentes. No deben pulirse los suelos de los laboratorios	NO

Continúa...

Tabla 4. 1 Diagnóstico del laboratorio de análisis instrumental (continuación)

	Requisitos	Laboratorio actual
Dispositivos de seguridad	Los contaminantes generados dentro del laboratorio deben ser retirados con seguridad, rapidez y eficacia. En particular, los gases tóxicos o nocivos deben ser eliminados rápidamente a través de sistemas de conductos que no los expulsen cerca de la entrada del aire acondicionado al edificio.	NO
	El edificio debe ser planificado con criterios de seguridad. El acceso restringido es de considerable importancia a causa del equipo muy valioso y sensible empleado en el trabajo de laboratorio, así como para proteger la integridad de las muestras oficiales.	NO
	Es muy aconsejable tener un sistema de detección de fuego y humo con alarmas apropiadas. El equipo de detección de fuego normal es usualmente por elevación del rango de temperatura o por un detector a temperatura fijada que emplea una sustancia de punto de fusión conocido. Hay ventajas (y desventajas) con cada tipo de detector y el Jefe de Laboratorio debe elegir el que él considere que se adapta mejor a su laboratorio.	NO
Ventilación y aire acondicionado	Aire acondicionado	NO
	Ventilación por presión positiva	NO
	Campanas de ventilación	NO
Espacio utilizable	10 metros cuadrados de espacio de laboratorio y 3 metros de superficie de mesa por analista.	SI
Suministros	Electricidad (40 W/m ²)	NO
	Grifos de agua fría	SÍ
	Sistema de distribución de agua destilada o desionizada	SÍ
	Suministro permanente de aire comprimido para un espectrofotómetro de absorción atómica (AAS)	NO
	Las tuberías de desagüe son de polietileno de alta densidad o polipropileno copolímero con juntas atornilladas (estas muestran buena resistencia a la mayoría de productos químicos orgánicos e inorgánicos)	SÍ
	Los edificios incluyen un tanque de dilución donde se envían todos los residuos del laboratorio antes de conducirlos al sistema de alcantarillado.	NO

Fuente: (Martin, P. y Weathermax , J., 1993)

Según la Tabla 4.1, se puede concluir que el laboratorio de análisis instrumental utilizado actualmente, no cumple con los requisitos que debe tener un laboratorio de análisis instrumental de alimentos, según el manual llamado: El laboratorio de control de los alimentos (Martin, P. y Weathermax , J., 1993), ya que de los 20 puntos que debería de cumplir según los requisitos mínimos solo se cumplen 6 puntos, es decir el 30% y no cumplen 14 puntos, es decir el 70%.

4.1.2 Diagnóstico del laboratorio análisis físicos, químicos y mecánicos.

Dichos análisis son realizados, de igual manera, en la planta piloto de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, pero la mayoría de ellos son realizados en el área Prácticas de Laboratorio Ver Plano arquitectónico de los laboratorios de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos (planta piloto). Fuente: (Orellana, S., 2008)

A continuación, en la Tabla 4.2 se presenta los requisitos que debe cumplir un laboratorio de análisis físico, químico y mecánico según el manual llamado: El laboratorio de control de los alimentos (Martin, P. y Weathermax , J., 1993), con este se determina si el laboratorio actual de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, sede central, cumple o no con las características planteadas por el manual.

Tabla 4. 2 Diagnóstico del laboratorio de análisis físicos, químicos y mecánicos

	Requisitos	Laboratorio actual
Dispositivos de seguridad	Las zonas propensas a incendios de los pasillos deberían estar realizadas de bloques de hormigón.	NO
	Los servicios deberían incluir un sistema de chorros de agua cerca de los huecos de cada puerta de forma que un trabajador pudiera darse una ducha inmediata, con ropas y todo, en el caso de contacto general accidental con líquidos corrosivos o venenosos o fuego.	NO
	Deberían incluirse fuentes para lavado de los ojos, o al menos estaciones de lavado de ojos portátiles.	NO
	El flujo de tráfico, el acceso de salida y las proporciones del laboratorio son todas consideraciones de seguridad. Debe ser siempre posible abandonar el laboratorio con garantía independientemente del lugar de inicio del fuego. Debe pensarse seriamente el número y situación de los extintores de fuego y sistemas de mangueras y la disponibilidad de sistemas de chorros de agua.	NO
	Los laboratorios deben estar bien iluminados a fin de que el operario no tenga que acercarse excesivamente a materiales potencialmente peligrosos para ver lo que está haciendo. Debe haber un espacio de trabajo amplio y las curvas y otras superficies deben estar libres de materiales excepto los que se están usando.	SÍ
	Son preferibles las mesas sin estantes para trabajar, a fin de que el operador no tenga que estirarse a través de la mesa. Los reactivos se pueden tener en estantes laterales o en bandejas que se traen a la mesa cuando se necesitan.	SÍ
	El suelo debe ser de material antideslizante, resistente a ácidos y disolventes, pero no tan duro que produzca cansancio permanecer en él de pie algunas horas seguidas. Ningún material es totalmente satisfactorio. El linóleo bien puesto y una resina epoxi totalmente sobre el hormigón se hallan entre las mejores alternativas existentes. No deben pulirse los suelos de los laboratorios	NO

Continúa...

Tabla 4. 2 Diagnóstico del laboratorio de análisis físicos, químicos y mecánicos (continuación)

	Requisitos	Laboratorio actual
Dispositivos de seguridad	Los contaminantes generados dentro del laboratorio deben ser retirados con seguridad, rapidez y eficacia. En particular, los gases tóxicos o nocivos deben ser eliminados rápidamente a través de sistemas de conductos que no los expulsen cerca de la entrada del aire acondicionado al edificio.	NO
	El edificio debe ser planificado con criterios de seguridad. El acceso restringido es de considerable importancia a causa del equipo muy valioso y sensible empleado en el trabajo de laboratorio, así como para proteger la integridad de las muestras oficiales.	NO
	Es muy aconsejable tener un sistema de detección de fuego y humo con alarmas apropiadas. El equipo de detección de fuego normal es usualmente por elevación del rango de temperatura o por un detector a temperatura fijada que emplea una sustancia de punto de fusión conocido. Hay ventajas (y desventajas) con cada tipo de detector y el Jefe de Laboratorio debe elegir el que él considere que se adapta mejor a su laboratorio.	NO
Ventilación y aire acondicionado	Aire acondicionado	NO
	Ventilación por presión positiva	NO
	Campanas de ventilación	SÍ
Espacio utilizable	10 metros cuadrados de espacio de laboratorio y 3 metros de superficie de mesas por analista.	SÍ
Suministros	Electricidad (40 W/m ²)	NO
	Grifos de agua fría	SÍ
	Sistema de distribución de agua destilada o desionizada	SÍ
	Suministro permanente de aire comprimido para un espectrofotómetro de absorción atómica (AAS)	NO
	Las tuberías de desagüe son de polietileno de alta densidad o polipropileno copolímero con juntas atornilladas (estas muestran buena resistencia a la mayoría de productos químicos orgánicos e inorgánicos)	SÍ
	Los edificios incluyen un tanque de dilución donde se envían todos los residuos del laboratorio antes de conducirlos al sistema de alcantarillado.	NO

Fuente: (Martin, P. y Weathermax , J., 1993)

Según la Tabla 4.2, se puede concluir que el laboratorio de análisis físicos, químicos y mecánicos utilizado actualmente, no cumple con los requisitos que debe tener un laboratorio de análisis físicos, químicos y mecánicos, según el manual llamado: El laboratorio de control de los alimentos (Martin, P. y Weathermax , J., 1993), ya que de los 20 puntos que debería de cumplir según los requisitos mínimos solo se cumplen 7 puntos, es decir el 35% y no cumplen 13 puntos, es decir el 65%.

4.2 Medición de las dimensiones de los laboratorios.

Dada a la situación que atraviesa el país por la pandemia mundial COVID-19 las instalaciones de la Universidad de El Salvador sede central se encuentran cerradas, por lo tanto no se pueden realizar las mediciones al interior de la planta piloto y se utilizaran las mediciones realizadas en investigaciones anteriores como la investigación denominada “Propuesta para el fortalecimiento y desarrollo de la carrera de Ingeniería de Alimentos mediante el equipamiento tecnológico y adecuación de infraestructura de laboratorios especializados en el área de alimentos” (Orellana, S., 2008) y la investigación “Propuesta de Diseño de Remodelación y ampliación de los laboratorios de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de El Salvador ” (Rodríguez, C. y Cáceres, M., 2016)

Las instalaciones del laboratorio de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, sede central tiene un área total de **351.45m²** que incluye la obra civil actual del laboratorio conocido como planta piloto y se distribuye como en el Plano arquitectónico de los laboratorios de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos (planta piloto). (Orellana, S., 2008)

Las dimensiones de las áreas que componen el laboratorio de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos son:

Tabla 4. 3 Dimensiones de la planta piloto.

Espacios	Dimensiones
Laboratorio de química	11.10 m x 3.88 m
Oficina de jefatura	3.60 m x 3.88 m
Cubículos para laboratoristas	3.60 m x 3.88 m
Bodegas de cristalería y reactivos	3.60 m x 4.18 m
Bodega de Reactivos	3.60 m x 3.22 m
Prácticas de laboratorio	15.63 m x 7.53 m
Empaque y embalaje	3.60 m x 7.46 m
Bodega	2.83 m x 3.95 m
Centro de empaque y embalaje	7.35 m x 11.55 m

5. CAPITULO V. ANÁLISIS DE RESULTADOS

5.1 Análisis e interpretación de los resultados de las instalaciones de los laboratorios.

En el capítulo anterior se mencionaba las características que debe poseer un laboratorio de control de los alimentos. En las Tablas 4.1 y 4.2 se puede observar que las instalaciones actuales donde son llevados el análisis instrumental y los análisis físicos, químicos y mecánicos no son las adecuadas. Por lo que se debe plantear un diseño que cumpla con las especificaciones de un laboratorio de control de los alimentos, en este caso se tomará como referencia el manual de Martin y Weathermax.

Como ya se mencionó en capítulos anteriores, la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos no posee un laboratorio de análisis sensorial, por lo que para el diseño de este se tomará como referencia la ISO 8589:2007

5.1.1 Laboratorio de análisis físicos, químicos y mecánicos

En la actualidad la escuela de Ingeniería química e Ingeniería de alimentos tiene un laboratorio para las asignaturas “Tecnología del procesamiento de alimentos I y II”, dichas instalaciones cumplen con los requisitos de un laboratorio para el manejo de alimentos. Las mesas de trabajo de dicho laboratorio son de acero inoxidable, con conexiones de electricidad, distribución de gas propano y agua. Las paredes son blancas y lisas, el piso es lavable y el techo es liso y blanco. El laboratorio contiene una bodega de materiales y reactivos, además de equipo para el análisis de alimentos.

Las instalaciones del laboratorio de tecnología del procesamiento de alimentos I y II pueden ser utilizadas para los análisis físicos y mecánicos que se impartirán en la asignatura de técnicas de análisis avanzadas de alimentos, ya que estos no requieren el uso de reactivos, solo de equipos que pueden estar en las instalaciones del laboratorio.

Los análisis químicos que se impartirán en la asignatura de técnicas de análisis avanzadas de alimentos se pueden realizar en el laboratorio de análisis instrumental que se diseñará, ya que este cumplirá con todos los requisitos que se requieren en un laboratorio de análisis y control de calidad de alimentos.

5.1.2 Requisitos que debe cumplir un laboratorio de control de calidad de los alimentos.

5.1.2.1 Laboratorio de análisis instrumental

Algunos equipos e instrumentos necesarios para el análisis químico e instrumental de los alimentos son: balanza analítica, balanza de humedad, medidor de pH, medidor de conductividad, espectrofotómetro UV-Visible, espectrofotómetro infrarrojo, etc.

Las condiciones o requerimientos para el diseño del laboratorio de análisis instrumental de alimentos según el manual “El laboratorio de control de alimentos” son:

- a) Infraestructura
 - i. El área de trabajo debe estar ventilado apropiadamente y a una temperatura adecuada para los instrumentos analíticos sensibles y sofisticados. Puede hacerse por ventilación natural o forzada, o mediante el uso de acondicionadores de aire.
 - ii. Las paredes, techos, suelos y superficies de trabajo de laboratorio deben ser lisas.
 - iii. Los instrumentos al ser sensibles requieren la ausencia de vibraciones por lo tanto el hormigón (concreto) es el mejor material para las mesas de los instrumentos.

- b) Seguridad
 - i. El laboratorio debe estar bien iluminados a fin que el usuario no tenga que acercarse excesivamente a materiales parcialmente peligrosos para ver lo que se está haciendo.

- ii. Los servicios deben incluir un sistema donde se pudiera darse una ducha inmediata, con ropa y todo, en el caso de contacto general accidental con líquidos corrosivos o venenosos o fuego.
 - iii. Debería incluirse fuentes para el lavado de los ojos, o al menos estaciones de lavado de ojos portátiles.
 - iv. Debe incluirse un sistema de detección de fuego y humo.
 - v. Debe disponer de luz natural o artificial y tener un sistema efectivo de ventilación natural o artificial.
- c) Suministros
- i. Debe de tener varios grifos de agua por banco para permitir enjuagar.
 - ii. La electricidad debe ser un suministro estable. Se sugiere 40 W por metro cuadrado.
 - iii. Debe tener suministro de gas si es necesario.
 - iv. Debe tener suministro de aire comprimido si es necesario

5.1.2.2 Laboratorio de análisis sensorial

Las áreas mínimas con las que debe contar un laboratorio de análisis sensorial según la ISO 8589: "Análisis sensorial: orientación general para el diseño de las salas de prueba", son: área de preparación y área de prueba.

- a) El área de prueba cumplirá con las siguientes especificaciones:
- i. Ubicación: la sala de prueba debe ubicarse cerca del área de preparación, pero deben estar separadas. Las vías de acceso al área de prueba no pueden pasar por la sala de preparación.
 - ii. Temperatura y humedad relativa: debe haber aire acondicionado,
 - iii. Ruido: la habitación debe ser resistente al sonido exterior y el material del piso no debe producir mucho ruido al caminar.
 - iv. Olores: debe contar con un sistema de aire con filtros de carbón activado.
 - a. El área de prueba se construirá con materiales que sean fáciles de limpiar y que puedan mantenerse libres de olores.

- v. Decoración: el color de las paredes y el mobiliario del área de prueba debe ser neutral, como blanco opaco o gris neutro claro.
 - vi. Iluminación: La iluminación en el área de prueba debe ser uniforme, libre de sombras fuertes y controlable.
 - vii. Consideraciones de seguridad:
 - a. Independientemente del tipo de laboratorio, los letreros de salida deben colocarse adecuadamente.
- b) Las cabinas deben cumplir con lo siguiente:
- i. Número: Se determinará según espacio disponible, pero mínimo deberán ser para un grupo de 10 alumnos.
 - ii. Las cabinas deben estar numeradas o tener un letrero para permitir su identificación y la ubicación de los asesores.
 - iii. Configuración: aunque se recomiendan cabinas de prueba permanentes, puede ser necesario el uso de cabinas de prueba temporales y portátiles.
 - iv. Las cabinas de prueba se construirán a lo largo de una pared que divide el área de prueba del área de preparación, con aberturas que se cubrirán con puertas corredizas.
- c) El área de preparación de la muestra:
- i. Infraestructura: debe disponer de barreras efectivas para impedir el ingreso de plagas como: insectos, roedores, aves, murciélagos u otra fauna nociva y otros contaminantes
 - ii. Pisos: deben ser de material impermeable para evitar la contaminación y que faciliten los procesos de limpieza y desinfección, no deben presentar daños ni grietas. Se requerirá que las uniones entre el piso y las paredes sean redondeadas.
 - iii. Paredes: deben ser impermeables, lisas, de color claro, limpias y en buen estado.

- iv. Techos: plafón de concreto, libre de grietas, de superficie lisa, lavable y que no constituya riesgo de contaminación.
- v. Ventanas: deben estar provistas de malla número diez o doce que sean fáciles de desmontar y limpiar.
- vi. Calidad y cantidad del agua
- vii. Agua para consumo humano
- viii. Lavado y desinfección de frutas, verduras y otra materia prima

5.2 Diseño de laboratorio de análisis sensorial e instrumental de alimentos.

El diseño arquitectónico de los laboratorios ha sido elaborado de tal forma que permita el buen funcionamiento y desarrollo entre la edificación y los propósitos de cada espacio.

Por dicha razón, se presentan los planos arquitectónicos de la infraestructura con los diferentes espacios, desarrollándose en una única planta dividida en: sala de reuniones, área de cata, cocina y laboratorio de análisis instrumental. Cabe recalcar que el diseño arquitectónico es tanto para el laboratorio de análisis sensorial como para el laboratorio de análisis instrumental de alimentos.

El área en la cual están desarrollados los espacios es de 112.8 m². Dicha área fue basada en el espacio que ocupa el laboratorio de microbiología y tecnología de los alimentos en la facultad de Ingeniería y Arquitectura, perteneciente a la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos más específicamente a la carrera de Ingeniería de Alimentos, por ello cabe mencionar que, como parte de los objetivos de la presente investigación, se presenta exclusivamente el diseño de los laboratorios, que forman parte de un plan de expansión y mejoramiento de los laboratorios de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, por lo tanto, el estudio de la ubicación ideal, un análisis de suelo, e inclusive un estudio para la construcción de una edificación de dos niveles que incluya los laboratorios exclusivos para el análisis de alimentos, deben realizarse en otra investigación.

Los planos que incluye la propuesta de laboratorio de análisis sensorial e instrumental de alimentos es la siguiente:

Tabla 5. 1 Planos laboratorio de análisis sensorial e instrumental de alimentos

Contenido	N de plano
Planta arquitectónica	01
Planta de acabados	02
Cuadro de acabados	03
Cuadro de acabados	04
Elevaciones	05
Elevaciones	06
Planta de fundaciones y detalles	07
Detalles de fundaciones	08
Detalles de fundaciones	09
Planta estructural de techos	10
Planta de sistemas de tomas corrientes	11
Planta de sistemas de luminarias	12
Planta de sistemas de aires acondicionados	13
Planta de sistema hidráulico	14
Perspectivas	15

A continuación, se describen cada uno de los planos arquitectónicos propuestos para el laboratorio de análisis instrumental y análisis sensorial de alimentos:

a) Planta Arquitectónica

La planta arquitectónica determina la descripción del proyecto. El laboratorio de análisis sensorial e instrumental de alimentos tiene una forma rectangular, el proyecto se ajusta a las condiciones del terreno, aprovechando el máximo de superficie posible.

Se proyecta mediante un módulo de retícula rectangular 112.80 m² internos, área que permite el desarrollo de cada espacio propuesto facilitando los recorridos lineales presentes en el proyecto. El edificio se plantea en una única planta en la cual se localizan cuatro espacios: sala de reuniones, área de cata, cocina y área de análisis. Ver Anexo B.1 y B.15

b) Planta de acabados

El plano de acabados representa el interior del proyecto. El laboratorio de análisis sensorial e instrumental busca tener una ergonomía en sus materiales, utilizando concreto pulido, vértices sellados para evitar la acumulación de cualquier tipo de suciedad que pueda afectar la calidad y la efectividad de cada análisis que se desarrolla en el laboratorio, así como ventanas, etc. Y este se representa por medio de símbolos ya establecidos. Ver Anexo B.2, B.3 y B.4

c) Planta de fundaciones

El plano de fundaciones contempla los elementos como las zapatas que soportan la carga de las columnas, columnas que absorben los esfuerzos y cargas de la losa de techo, además que las fundaciones deben ser amarradas generando retículas para un mejor funcionamiento. Ver Anexo B.7, B.8 y B.9

d) Planta de techos

El plano de techos contempla la losa de concreto utilizada, está busca generar un acabado interno hermético. Dicho acabado debe solventar la durabilidad del elemento de cubierta, ya que será lavado frecuentemente. Además, este contempla la pendiente para evacuar las aguas lluvias. Ver Anexo B.10

e) Plano de elevación

El plano de elevación representa la fachada del laboratorio, mediante una proyección. La elevación permite comprobar la dimensión del laboratorio, así como también para leer de mejor manera el plano, las alturas y el desnivel del laboratorio. Ver Anexo B.5 y B.6

f) Plano hidráulico

El plano hidráulico representa los componentes y conexiones reales del sistema hidráulico del laboratorio por medio de símbolos, mostrando así la secuencia de flujo y el funcionamiento del flujo. Ver Anexo B.14

g) Plano de sistema de toma corriente

El plano del sistema de tomacorriente representa los componentes del conjunto de conexiones eléctricas y tomacorrientes presentes en el laboratorio. Ver Anexo B.11

h) Plano de sistemas de luminarias

El plano de sistemas de luminarias representa los componentes del conjunto de luminaria presentes en el laboratorio. Ver Anexo B.12

i) Plano de sistemas de aires acondicionados

El plano de sistemas de aires acondicionados representa los componentes del conjunto de aires presentes en el laboratorio. Ver Anexo B.13

Los planos de la propuesta de laboratorio de Análisis Sensorial y Análisis Instrumental, se encuentran en ANEXO B.

OBSERVACIONES

- a) El trabajo de graduación contemplaba una pequeña parte de trabajo experimental (de laboratorio), pero por cuestiones de la pandemia del Covid-19 se tuvo que trabajar todo a nivel bibliográfico. La parte experimental se utilizaría únicamente para comprobar que las guías de laboratorio pudiesen ser realizadas satisfactoriamente por los estudiantes, por ello, se buscó incluir prácticas ya realizadas anteriormente por la Universidad de El Salvador y por otras universidades

CONCLUSIONES

- a) A partir de la investigación bibliográfica se determinó que el cuaderno de cátedra es un apoyo para la clase magistral de la nueva asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II”, y el contenido del cuaderno de cátedra estará sujeto a actualizaciones en su contenido e información según el avance de las nuevas técnicas de análisis o las mejoras que estas presenten.
- b) El diagnóstico realizado a los laboratorios utilizados por los alumnos de la carrera Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, sede central, dio a conocer la necesidad de un laboratorio destinado solamente a análisis de los alimentos. Específicamente para un laboratorio de análisis instrumental y un laboratorio de análisis sensorial. Otros laboratorios de la Escuela de Ingeniería química e Ingeniería de alimentos correspondientes a la asignatura laboratorio de Tecnología del procesamiento de alimentos I y II puede ser utilizado para los análisis físicos y mecánicos de los alimentos.
- c) El diseño del laboratorio de análisis sensorial se realizó a partir de una rigurosa investigación y bajo normativa ya que dicho espacio requiere de áreas específicas para evitar ruidos y distracciones. Además, el área de prueba debe estar alejado y/o separado del área de preparación para evitar contaminación de olores y provocar sesgo en los resultados de los análisis, se recomienda que haya aberturas para permitir que las muestras pasen del área de preparación a la cabina de prueba.
- d) Como complemento del cuaderno de cátedra se elaboró un manual de laboratorio para la asignatura “Técnicas de análisis de alimentos II”, el cual consta de nueve prácticas de laboratorio, que cubren calibración, análisis instrumental, análisis físico y análisis sensorial. Dichas prácticas de laboratorio están sujetas a actualizaciones según el avance de las técnicas de análisis.
- e) Por motivos de la pandemia del virus Covid-19 no se pudo comprobar las prácticas de laboratorio propuestas, por lo que, se pretendió incluir prácticas ya realizadas anteriormente por estudiantes de la Universidad de El Salvador o por otras universidades del mundo.

RECOMENDACIONES

- a) Para la realización de un cuaderno de cátedra se debe colocar información de lenguaje comprensible, pero técnico, apropiado para el nivel de conocimientos de los estudiantes al año que están cursando la asignatura.
- b) Para la realización de un manual de laboratorio se deben desarrollar las prácticas por los investigadores que lo elaboran, para evitar inconvenientes cuando las prácticas sean desarrolladas por los alumnos que cursan la asignatura.
- c) Para determinar la ubicación del laboratorio se debe de tener ciertas consideraciones. El espacio geográfico debe estar libre de condiciones sanitarias deficientes, es decir que no debe haber reservorios de basura que pueda llamar a plagas. Los servicios básicos deben ser de fácil acceso y sobre todo que se permita el acceso a controles de seguridad adecuados. También se debe tomar en cuenta las condiciones medio ambientales por la contaminación de químicos, así como también las vibraciones, la humedad, la temperatura, el ruido y el suministro eléctrico del espacio geográfico.

BIBLIOGRAFÍA

- Administración Nacional de Medicamentos, Alimentos y Tecnología Médica. (12 de Junio de 2003). *FARMACOPEA ARGENTINA*. Obtenido de http://www.anmat.gov.ar/webanmat/fna/flip_pages/Farmacopea_Vol_I/files/assets/basic-html/page15.html
- AGQ Labs. (16 de Diciembre de 2015). *Estudios de Vida Útil en Alimentos*. Obtenido de <http://www.agq.com.es/doc-es/estudios-vida-til-alimentos>
- AgriNews. (27 de Febrero de 2017). *Determinación de calidad del huevo*. Obtenido de <https://avicultura.info/determinacion-de-calidad-del-huevo/>
- Alais, C. . (1988). *Ciencia de la Leche*. Mexico: Continental.
- Alais, C. (1986). *Ciencia de la Leche*. Ciudad de México, México: Reverte.
- Antolín, P. y Meneses, M. (2000). Aplicación de la espectrofotometría UV-visible al estudio de la estabilidad térmica de aceites vegetales comestibles. *Grasas y Aceites*, 424-428.
- Auqui, S. (2014). *Estrategias productivas y alimentarias para mejorar la calidad del canal y de la carne de Chato Murciano*. Murcia, España.
- Azzimonti, J. (2003). *Bioestadística aplicada a Bioquímica y Farmacia*. Barcelona, España: Editorial Universitaria.
- Barbosa, C., Ortega, E., Juliano, P. y Hong, Y. (2005). *Food Powders. Physical Properties, Processing and Functionality*. Washington, United States: Kluwer Academic Plenum Publishers.
- Barreiro, P. (Marzo de 1996). Propiedades mecánicas y calidad de frutos. *Clasificación, envase y embalaje*, págs. 48-51.
- Blanco, M. (Noviembre de M. 2011). *Calidad Sanitaria de la leche*. Obtenido de Análisis de leche y productos lácteos: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Alimentosricosenproteinas_8076.pdf
- Cabrera, W., Aquino, M. y Cruz, N. (2004). *Estructuración de un cuaderno de cátedra de costeo variable, para estudiantes de la Facultad de Ciencias Económicas de la Universidad de El Salvador*. San Salvador, El Salvador.

- Castro, E. y Morgado, R. (2007). *PARÁMETROS MECÁNICOS Y TEXTURA DE LOS ALIMENTOS*. La Habana, Cuba.
- Caudan, A. (9 de Abril de A. 2015). *Test de degradación de almidón*. Obtenido de <https://inta.gob.ar/documentos/test-de-degradacion-de-almidon>
- Cerezo, M. (2011). *CookBook Laboratory*. Obtenido de Calidad en aceites de oliva Factor K: <https://www.cookbooklaboratory.com/calidad-en-aceites-de-oliva-factor-k/>
- Coelho, F. (17 de Mayo de F. 2019). *Significados*. Obtenido de <https://www.significados.com>
- Company Control . (2009). *TRACEABLE® DIGITAL CONDUCTIVITY METER INSTRUCTIONS*. Obtenido de https://archive-resources.coleparmer.com/Manual_pdfs/19601-00.pdf
- Cuellar, G. (17 de Febrero de G. 2016). *Auditoria Administrativa*. Obtenido de <http://hacerunaauditoria.blogspot.com/2016/02/tecnicas-y-procedimientos.html>
- DAMAR. (2017). *Equipos de Laboratorio*. Obtenido de <https://www.corporaciondamar.com/equipo-de-laboratorio/131-textuometro>
- DeQuimica. (2021). *Recursos Educativos de química*. Obtenido de <https://www.dequimica.info/destilacion-azeotropica/>
- Díaz , N., Barana A. y Fernández, E. (2018). Obtenido de https://www.uco.es/dptos/bioquimica-biol-mol/pdfs/08_ESPECTROFOTOMETRIA.pdf
- Dobado, J. (s.f.). *De química*. Obtenido de Recursos educativos de química: <https://www.dequimica.info/destilacion-azeotropica/>
- Equipamiento científico. (2012). Obtenido de <https://equipamientocientifico.com/shop/product/w-s-tayler-rx-29-e-tamizador>
- Espinosa, J. (2007). *Evaluación sensorial de los alimentos*. La Habana, Cuba: Editorial Universitaria.

- FEN (Fundación Española de Nutrición). (2016). *FUNDACION ESPAÑOLA DE NUTRICIÓN*. Obtenido de http://formacion.intef.es/pluginfile.php/43296/mod_imsccp/content/5/aceites_y_grasas.html
- Fernández , H. Z. (H. 2004). *Análisis Químico de los Alimentos: Métodos Clásicos*. Habana, Cuba.
- Galicia, A., Landa, L. y Cabrera, A. (2017). Reconstitución de prácticas sociales de modelación: lo lineal a partir de análisis químicos El caso de la curva de calibración. *Revista de Investigación Educativa de la Rediech*.
- García, R., García, C. y Díaz, A. (s.f.). *Manual de uso adecuado del espectrofotometro IR*. ciudad Universitaria, San Salvador.
- García, R., García, C. y Díaz, A. (s.f.). *Manual Del Uso Adecuado Del Refractometro de Abbe*. ciudad Universitaria, San Salvador.
- Gomis, V. (24 de Octubre de 2008). *Tema 1. Introducción a las técnicas instrumentales en el análisis industrial*. Obtenido de <https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/8245/8/T1metodos%20instrumen.pdf>
- Guerrero, I. y Arteaga, M. (2012). *TECNOLOGÍA DE CARNES ELABORACIÓN Y PRESERVACIÓN DE PRODUCTOS CÁRNICOS*. Ciudad de México, México: Editorial Trillas S.A de C.V.
- Hepler, L. (1968). *Principios de Química*. Barcelona, España: Reverté.
- Hernández, J. (1985). *La Química Analítica en la sociedad de un mundo cambiante*. Madrid, España: Hijos de E. Minuesa.
- HUALIX. (2020). Obtenido de <https://hualix.com.pe/producto/penetrometros-para-frutas-wagner/>
- Ibáñez M. y Angulo Y. (2000). Análisis sensorial de alimentos. *Dialnet*.
- ISO (International Organization for Standardization) 11036. (1994). *ISO 11036: Análisis sensorial-Metodología-Perfil de textura*. Obtenido de <https://www.iso.org/standard/19016.html>
- ISO (International Organization for Standardization) 13299. (2016). *ISO 13299: Análisis sensorial- Metodología- Orientación general para establecer un perfil sensorial*. Obtenido de <https://www.iso.org/standard/58042.html>

- ISO (International Organization for Standardization) 3972. (2011). *ISO 3972: Análisis sensorial- Metodología- Método de investigación de la sensibilidad del gusto*. Obtenido de <https://www.iso.org/standard/50110.html>
- ISO (International Organization for Standardization) 8589. (2007). *ISO 8589: Análisis sensorial: orientación general para el diseño de salas de prueba*. Obtenido de <https://www.iso.org/standard/36385.html>
- Kiritsakis, A. (1998). *Olive oil, From the tree to the table*. Connecticut: Food and Nutrition. Press, Inc.
- Latham, M. (2002). *Nutrición humana en un mundo en desarrollo*. Obtenido de Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación FAO: <http://www.fao.org/3/w0073s/w0073s00.htm#Contents>
- León, V., Ramírez , G. y Rivera, D. (2020). Diseño de un sistema de gestión y tratamiento para los residuos y desechos peligrosos generados en los laboratorios académicos de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura. (*Imagen*). San Salvador, El Salvador.
- Levitt, P. (1979). Polarimetría. En *Química física practica de findlay* (págs. 230-238). Barcelona: Reverté.
- Linares, M., Villa, T. y Zapatero, J. (1993). *Condimentos y especias, estado actual en el control de calidad*. Logroño, España.
- Liria, M. (2007). *Guía para la Evaluación Sensorial de Alimentos*. Lima, Perú.
- LLeida . (lunes 5 de Octubre de 2020). *Ondas, electromagnetismo* . Obtenido de <https://www.lleida.com/blog/bailando-con-particulas-hasta-el-amanecer-4>
- Lopez, L., Barriga, D., Jara, J. y Ruz, J. (Noviembre de 2015). Determinaciones Analíticas en Leche. Córdoba, España.
- Maldonado, C. y Rodolfo, E. (2012). *Estudio de prefactibilidad para la implementación de un laboratorio de análisis fisicoquímico en la planta de producción de una fábrica de bebidas carbonatadas en la ciudad de Guatemala*. San Carlos, Chile.

- Manrrique, G. (2014). *Caracterización de grasas y Aceites*. Buenos Aires.
- (2016). *Manual de experimentos química Orgánica II*. Universidad Nacional Autónoma de México, México.
- Martin, P. y Weathermax, J. (1993). *Manuales para el control de calidad de los alimentos: El laboratorio de control de los alimentos*. Roma, Italia: FAO.
- Martinez G. y Amaya, R. (1993). *Diagnostico Pedagógico: Fundamentos teoricos*. Oviedo, España: Universidad de Oviedo.
- Medina, L. (2009). *TECNOLOGIA E INDUSTRIAS CARNICAS E HIDROBIOLOGICOS*. Obtenido de <http://ingenieria-alimentaria.blogspot.com/2009/12/carnicos-practica-02.html>
- Metrohm. (2014). *Control de calidad de bebidas y alimentos líquidos*.
- Ministerio de Salud El Salvador. (1 de Febrero de 2013). Obtenido de [file:///C:/Users/Estefany/Downloads/norma_tecnica_alimentos%20\(1\).pdf](file:///C:/Users/Estefany/Downloads/norma_tecnica_alimentos%20(1).pdf)
- Olsen, E. (1990). *Métodos ópticos de análisis*. Barcelona: Reverté.
- Orellana, L. (5 de Septiembre de 2012). *Caminos Didacticos*. Obtenido de Tecnicas de Enseñanza: <http://lizzi2012.blogspot.com/2012/09/tecnicas-de-ensenanza-5.html>
- Orellana, S. (Abril de 2008). *PROPUESTA PARA EL FORTALECIMIENTO Y DESARROLLO DE LA CARRERA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS MEDIANTE EL EQUIPAMIENTO TECNOLÓGICO Y ADECUACIÓN DE INFRAESTRUCTURA DE LABORATORIOS ESPECIALIZADOS EN EL ÁREA DE ALIMENTOS*. San Salvador, San Salvador, El Salvador.
- Orrego, C.,. (2003). *Procesamiento de alimentos*. Manizales, Colombia: Centro de Publicaciones.
- Ospina V. (2008). *MONTAJE DE CURVAS DE CALIBRACIÓN PARA ANÁLISIS DE GOMAS, FOSFATOS, SÍLICE, AZÚCAR Y SULFITOS POR ESPECTROFOTOMETRÍA UV - VISIBLE EN EL LABORATORIO DE ASEGURAMIENTO DE CALIDAD DEL INGENIO PICHICHI S.A.* Pereira, Colombia.

- Palacios A. y Del Pilar, M. (2018). *Etapa de preparación de la muestra en métodos analíticos*. Sevilla.
- Peña, F. (F. 2015). Efectividad de blanqueamiento intra cameral en dientes endodónticamente tratados, con Peróxido de Hidrógeno y Peróxido de Carbamida mediante técnica WalkingBleach. Estudio clínico randomizado. Santiago, Chile.
- Perez, J. (2017). *Angulo de reposo en los materiales*. Obtenido de <https://es.scribd.com/document/376312050/Angulo-de-Reposo-de-Los-Materiales>
- Pickering, W. . (1980). *Química analítica moderna*. Barcelona: Reverté.
- Plummer, D. y Barrera, L. (1981). Colorimetría y espectrofotometría. En *Bioquímica práctica* (págs. Capítulo iv 94-111). Bogotá, Colombia: Mc Graw-Hill latinoamericana.
- Pradillo, B. (18 de Abril de 2017). *Introducción a las técnicas instrumentales*. Obtenido de Orbitales Moleculares: <https://www.orbitalesmoleculares.com/introduccion-las-tecnicas-instrumentales/>
- Rahman, S. (1995). *Food Properties Handbook*. Al Khoudh, Omán: Taylor & Francis Inc.
- RedAgricola. (Marzo de 2017). *Acidez en las frutas*. Obtenido de <https://www.redagricola.com/cl/acidez-la-fruta/>
- Repositorio Institucional de la Universidad de Alicante. (23 de 3 de 2021). *Espectroscopia de rayos X y electrónica*. Obtenido de <https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/8250/4/T6rayosX.pdf>
- Revilla, A. (1982). Análisis de Laboratorio del Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura. En *Tecnología de la leche* (pág. 337). San José, Costa Rica.
- Revilla, A. (1982). *Tecnología de la leche de Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura*. San José, Costa Rica.
- Rodríguez, C. y Cáceres, M. (2016). *Propuesta de Diseño de Remodelación y ampliación de los laboratorios de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de El Salvador*. San Salvador.

- Rubio, E. (25 de Enero de 2018). *Análisis Físicos y Químicos del huevo*. Obtenido de <https://www.slideshare.net/mateorubio5/anlisis-fsicos-y-qumicos-del-huevo>
- Ruíz, M. y Flores L. . (Enero de 2001). *Firmeza de la fruta: determinación por métodos no destructivos*. Obtenido de https://www.researchgate.net/publication/28275143_Firmeza_de_la_fruta_determinacion_por_metodos_no_destructivos
- Saavedra, M. (2001). *Diccionario en pedagogía*. Ciudad de México, México: Pax.
- Salas, C. (2015). *Análisis fisicoquímicos para frutas y hortalizas*. Obtenido de https://www.academia.edu/36440472/Analisis_fisicoquimicos_para_frutas_y_hortalizas
- Salas, W. (2003). *Aplicación del sistema HACCP en el proceso de elaboración de alimentos de reconstrucción instantánea a base de cereales extruidos*. Lima, Peru.
- Sancho, J., Bota, E. y de Castro, J. (1999). *Introducción al Análisis Sensorial de Alimentos*. Barcelona: Edicions Universitat de Barcelona.
- Scientific, Thermo Fisher. (2010). *Thermo Scientific Orion Star™ and Star Plus Meter User Guide*. Obtenido de <https://static.thermoscientific.com/images/D01188~.pdf>
- Skoog , D., West , D., Holler , J. y Crouch , S. (2014). *Fundamentos de Química Analítica*. México: Cengage.
- Skoog, D., Holler, J. y Crouch, S. (2008). *Principios de Análisis Instrumental*. Barcelona, España: Reverté.
- Suh, H. (2017). *Determinación del pH y Contenido Total de Azúcares de Varias Bebidas No Alcohólicas: su Relación con Erosión y Caries Dental*. Quito.
- Talens, P. (2017). *Caracterización de las propiedades mecánicas de alimentos mediante análisis de perfil de textura*. Valencia, España.
- TECHLAB, SYSTEM. (Julio de 2017). *Células de cizallamiento de Alimentos*. Obtenido de https://www.metrotec.es/wp-content/uploads/sites/30/2017/07/Celulas_Cizallamiento_Alimentos_Tipo-KRAMER.pdf

- Toricella, R. (27 de Junio de 2019). *EcuRed*. Obtenido de https://www.ecured.cu/An%C3%A1lisis_Sensorial
- TP Laboratorio Químico. (2021). Obtenido de <https://www.tplaboratorioquimico.com/laboratorio-quimico/materiales-e-instrumentos-de-un-laboratorio-quimico/refractometro.html>
- Varas, Escanio y Leal. (2019). *Introducción al análisis de alimentos*. Santiago, Chile: UNdeC.
- Vinagre, J. (1997). CALIDAD DE METODOS ANALITICOS. En I. Z. Cecilio Morón, *PRODUCCIÓN Y MANEJO DE DATOS DE COMPOSICION QUÍMICA DE ALIMENTOS EN NUTRICIÓN* (pág. Capítulo 13). Santiago, Chile. Obtenido de Dirección de Alimentación y Nutrición Oficina Regional de la FAO para América Latina y el Caribe.
- Zandamela, E. (2008). *Caracterización fisicoquímica y evaluación sanitaria de la miel de Mozambique*. Barcelona.

GLOSARIO DE TÉRMINOS

Absorbancia

Medida que refleja cómo se atenúa la radiación cuando atraviesa un elemento, indica la cantidad de luz absorbida por la una muestra.

Acidez

Término que indica la cantidad de ácido en una sustancia. Un ácido es una sustancia química que emite iones de hidrógeno en el agua y forma sales cuando se combina con ciertos metales. La acidez se mide con una escala que se llama escala del pH.

Ácido múcico

Es una sustancia cristalina con un punto de fusión de 213°C. Los cristales son poco solubles en agua fría, alcohol y éter. El ácido múcico se forma como resultado de la oxidación de la galactosa, la lactosa y gomas naturales que incorporan ácido nítrico, y esta reacción se utiliza para la detección de galactosa en varios polisacáridos. También es conocido como ácido glactárico; ácido sacaroláctico; ácido tetrahidroxidáipico.

Adherencia

Adherencia, que deriva del vocablo latino *adhaerentia*, es un concepto que hace mención a la aglutinación o el pegamiento físico, en el campo de la física, la adherencia es la resistencia que ejerce una superficie cuando un cuerpo trata de deslizarse sobre ella.

Adhesividad

La adhesividad es lo que ocurre en el momento en el que el adhesivo entra en contacto con la superficie que se va a pegar. La adhesividad se refiere a la rapidez con la que se debe producir una unión adhesiva.

Aditivos

Los aditivos refieren a añadidos que se realizan de manera deliberada a una sustancia determinada, en el ámbito de la alimentación, los aditivos son elementos que se añaden a una determinada preparación con una finalidad específica, se agregan generalmente para facilitar su conservación, impedir cambios químicos o alterar su sabor, color o aroma. Los saborizantes, los colorantes, los aromatizantes y los conservantes son algunos de los aditivos más usuales.

Aflatoxinas

Las aflatoxinas son un tipo de toxinas producidas por ciertos hongos en cultivos agrícolas como el maíz, el maní o cacahuates, la semilla de algodón y los frutos secos (de cáscara dura como las nueces).

Análisis instrumental

El análisis instrumental es un tipo de análisis químico en donde se utilizan equipos electrónicos que miden las propiedades de las moléculas. En este análisis se emplean diferentes métodos instrumentales que se basan en la interacción entre la materia y la energía usando un instrumento para evaluar la propiedad física del objeto del análisis.

Análisis sensorial

El análisis sensorial es el examen de las propiedades organolépticas de un producto realizable con los sentidos humanos. Dicho de otro modo, es la evaluación de la apariencia, olor, aroma, textura y sabor de un alimento o materia prima

Antioxidantes

Los antioxidantes son compuestos químicos que el cuerpo humano utiliza para eliminar radicales libres, que son sustancias químicas muy reactivas que introducen oxígeno en las células y producen la oxidación de sus diferentes partes, alteraciones en el ADN y cambios diversos que aceleran el envejecimiento del cuerpo.

Bifenilos policlorados

Los policlorobifenilos (PCB) son una familia de 209 congéneres que poseen una estructura química orgánica similar y que se presentan en una variedad de formas que va desde líquidos grasos hasta sólidos cerosos.

Birrefringencia

La birrefringencia o doble refracción es una propiedad de ciertos cuerpos, de desdoblarse un rayo de luz incidente en dos rayos linealmente polarizados de manera perpendicular entre sí como si el material tuviera dos índices de refracción distintos.

Catadores

Persona que se dedica a probar o catar un alimento o una bebida para informar de su calidad y de sus propiedades.

Clorofila

Las clorofilas una familia de pigmentos de color verde que se encuentran en las cianobacterias y en todos aquellos organismos que contienen cloroplastos o membranas tilocoidales en sus células, lo que incluye a las plantas y a las diversas algas, es responsable del proceso de fotosíntesis, proceso que permite a las plantas y algas producir energía a partir de la luz solar.

Coloquios

Coloquio es una conversación entre dos o más personas precedida generalmente de una exposición formal sobre el tema a ser discutido.

La palabra coloquio deriva del latín *colloquium*, que indica conversación. Un coloquio se enmarca dentro de una conferencia dada a un auditorio por uno o varios expositores sobre el tema que se quiere aprender. A su vez, el coloquio abre una plática entre el público y los exponentes, quienes discuten sobre un tema específico.

Colorimetría

La colorimetría es la ciencia que estudia la medida de los colores y que desarrolla métodos para la cuantificación de la percepción del color.

Conductividad

La conductividad eléctrica (símbolo σ) es la medida de la capacidad de un material o sustancia para dejar pasar la corriente eléctrica a través de él. La conductividad depende de la estructura atómica y molecular del material.

Copolímeros

Un copolímero es una macromolécula compuesta por dos o más monómeros o unidades repetitivas distintas, que se pueden unir de diferentes formas por medio de enlaces químicos.

Disolvente

En el ámbito de la química, se llama disolvente al líquido que propicia la separación de las moléculas o las partículas de un gas, un sólido u otro fluido. Una solución, por lo tanto, se crea cuando un soluto se diluye en un disolvente.

Edulcorantes

Los Edulcorantes son sustancias que se emplean como sustituto del azúcar, ya que tienen la capacidad de endulzar y mejorar el sabor de algunos alimentos y bebidas sin aportar calorías.

Espectrofotómetros

El espectrofotómetro es un instrumento con el que se apoya la espectrofotometría para medir la cantidad de intensidad de luz absorbida después de pasar a través de una solución muestra.

Fenoles

Los Fenoles son compuestos orgánicos que están formados por uno o varios Grupos Funcionales Hidroxilo (-OH) unidos a un anillo aromático (anillo de benceno).

Floculación

La floculación es un proceso químico mediante el cual, con la adición de sustancias denominadas floculantes, se aglutinan las sustancias coloidales presentes en el agua, facilitando de esta forma su decantación y posterior filtrado.

Heterogeneidad

La heterogeneidad se refiere a un grupo o mezcla compuesto por varios elementos diferentes y distinguibles a simple vista. La heterogeneidad es algo heterogéneo, o sea, que los elementos que lo componen son diferenciables entre sí y forman, a su vez, parte del mismo conjunto, mezcla o grupo.

Mezcla azeotrópica

Mezcla líquida de dos o más sustancias que se comporta como una sustancia única, hierve a una temperatura constante y común para ambos líquidos a una presión determinada. Tiene la misma composición en la fase líquida que en la de vapor.

Nebulizador

Nebulización es el acto y el resultado de nebulizar: hacer que un líquido se convierta en una especie de nube de partículas muy pequeñas.

Nujol

Es una parafina líquida aceitosa de alto peso molecular por lo que es químicamente inerte y tiene un espectro IR relativamente simple, con picos mayores entre 2950-2800, 1465-1450, y 1380-1370 cm^{-1} .

Organoléptico

Las propiedades organolépticas son todas aquellas descripciones de las características físicas que tiene la materia en general, según las pueden percibir los sentidos, como por ejemplo su sabor, textura, olor, color o temperatura.

Panelistas

Un panel es un conjunto de varios expertos que hablan sobre un tema específico. Los miembros del panel, que suelen recibir el nombre de panelistas, exponen su opinión y punto de vista sobre el tema que se va a plantear

Plaguicidas

Según la definición de la FAO, un plaguicida o pesticida, es «cualquier sustancia destinada a prevenir, destruir, atraer, repeler o combatir cualquier plaga, incluidas las especies indeseadas de plantas o animales, durante la producción, almacenamiento, transporte, distribución y elaboración de alimentos, productos agrícolas o alimentos para animales, o que pueda administrarse a los animales para combatir ectoparásitos.

Polarografía

La polarografía es una técnica electroanalítica basada en la intensidad de la corriente en función del potencial aplicado en el electrodo indicador. La principal técnica emplea electrodos de mercurio debido a las ventajas inherentes del elemento químico. La técnica tiene amplia aplicación en varias áreas de la química y tiene como una de sus ventajas la determinación de dos especies químicas en un solo análisis.

Reología

Es la parte de la física que estudia la relación entre el esfuerzo y la deformación en los materiales que son capaces de fluir, estudia la viscosidad, la plasticidad, la elasticidad y el derrame de la materia.

Tensoactivos

Las sustancias que disminuyen la tensión superficial de un líquido o la acción entre dos líquidos, son conocidas como agentes tensoactivos (tensoactivos o surfactantes). Influyen por medio de la tensión superficial en la superficie de contacto entre dos fases

Texturógenos

la textura se define como la sensación humana originada por determinados estímulos procedentes del alimento, y da el nombre de texturógenos a las propiedades de los alimentos que producen dichos estímulos.

Volatilidad

La volatilidad desde el punto de vista químico, físico y de la termodinámica es una medida de la tendencia de una sustancia a pasar a la fase de vapor. Se ha definido también como una medida de la facilidad con que una sustancia se evapora. A una temperatura dada, las sustancias con mayor presión de vapor se evaporan más fácilmente que las sustancias con una menor presión de vapor.

Xantofila

La xantofila son compuestos pigmentados que se encuentran de forma natural en muchas plantas y presentan también acción foto-sintética. Estos pigmentos, más resistentes a la oxidación que la clorofila, proporcionan a las hojas secas sus tonos amarillentos y parduzcos

ANEXOS

ANEXO A: MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE LA ASIGNATURA TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE ALIMENTOS II

ANEXO A.1 Práctica 1: Calibración de equipos básicos de laboratorio.

(Scientific, Thermo Fisher, 2010), (Company Control , 2009), (García, R., García, C. y Díaz, A.)

PRÁCTICA 1: CALIBRACIÓN DE EQUIPOS BÁSICOS DE LABORATORIO.

INTRODUCCIÓN

La calibración de los aparatos, equipos e instrumentos de medida que intervienen en los procesos químicos influyen en el resultado final.

Todos los instrumentos de laboratorio son herramientas muy precisas para la construcción y el desarrollo de las investigaciones que se relacionan con una amplia variedad de industrias y ciencias, desde la farmacéutica, la alimenticia, de la salud, la química, la de los combustibles, entre muchas otras, es por ello por lo que no pueden tener un margen de error que se pueda atribuir a otros factores externos.

Los equipos que más atención requieren son los aparatos de medición, a los cuales se les requiere tener en un permanente mantenimiento, sobre todo a los equipos que se utilizan de manera frecuente, puesto que se ha convertido en un problema frecuente que la calibración de los instrumentos termine impactando en las investigaciones, pero también es algo muy fácil de prevenir con la programación de los adecuados mantenimientos preventivos y correctivos.

La calibración tiene que ver con que la medición de los instrumentos sean las adecuadas para cualquier tipo de experimento o investigación, puesto que estas son las mejores prácticas dentro de los laboratorios. Para ello, es necesario que cuenten con las medidas correctas para el equipo de medición que buscan calibrar.

OBJETIVOS

Reconocer y establecer características importantes, como la calibración, la precisión y la capacidad de los equipos de laboratorio a utilizar en el curso.

MATERIALES

i. Materiales

- | | |
|--------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| a. Beaker de 50 mL | f. Vidrio reloj |
| b. Beaker de 100 mL | g. Alimento enlatado en salmuera
(elotes, hongos, etc) |
| c. Balón volumétrico de 100 mL | h. Azúcar refinada |
| d. Espátula | |
| e. Gotero | |

ii. Equipo

- | | |
|------------------|------------------|
| a. Balanza | c. pH-metro |
| b. Refractómetro | d. conductímetro |

METODOLOGÍA

El estudiante deberá aprender a calibrar los equipos de laboratorio a utilizar a lo largo del curso en las diferentes prácticas de laboratorio, para ello se calibrará cada equipo y posteriormente se medirá una muestra problema.

a) USO Y CALIBRACIÓN DEL CONDUCTÍMETRO

Conductímetro: Equipo Traceable, Control Company

El equipo además de medir conductividad también puede medir resistividad, salinidad, total de sólidos disueltos y temperatura.

i. Calibración

Para una correcta calibración del equipo, es necesario borrar la calibración previa que se encuentra en la base de datos. El procedimiento para borrar la calibración previa es el siguiente:

- a. Encienda el equipo.
- b. Si el equipo ha sido calibrado anteriormente aparecerá la palabra “CAL” en la esquina superior izquierda de la pantalla.
- c. Presione la tecla [CHECK], y observe la aparición de las siglas “CHK” en la esquina superior derecha de la pantalla
- d. Posteriormente presione y mantenga presionado la tecla [ENTER] por unos 8 segundos, hasta que aparezca “0” en el extremo izquierdo de la pantalla, lo cual indica que todas las bases de datos de calibraciones anteriores han sido borradas.
- e. Por defecto el modo de medición se encuentra en Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$), la cual será la forma de trabajo de análisis para el caso; la tecla [MODE] nos ayuda a cambiar el modo si en caso se desea medir resistividad o una de las demás unidades.
- f. Tras la calibración sumerja la sonda en la solución estándar para la calibración (esta solución debe estar incluida en el kit del equipo)
- g. Espere a que la lectura del equipo se estabilice
- h. Ajustar el valor de la conductividad mostrado en el aparato respecto al que se muestra en la solución, para ello utilice las teclas con flechas según sea el caso. NOTA: Cada vez que se presiona la tecla con la flecha se aumenta o se disminuye en una unidad.
- i. Con el valor correcto mostrado en la pantalla presione la tecla [ENTER] para ingresar el valor del punto de calibración.
- j. Evidencia de una correcta calibración es la lectura de $0.00 \mu\text{S}/\text{cm}$ para la conductividad del aire
- k. Finalmente, tras realizar los pasos anteriores el instrumento se encuentra calibrado y listo para cualquier medición.

ii. Lectura de muestras

Para comenzar a analizar las muestras, es necesario trabajar con el equipo calibrado.

- a. Calibre el equipo

- b. Sumerja la sonda en la solución de muestra
- c. Realice la lectura del resultado en la pantalla, mientras agita la solución suavemente, teniendo el cuidado de no lastimar la sonda del equipo.
- d. Al final de la lectura (cuando la lectura sea estable por unos 5-7 segundos) retirar la sonda y lavarla con agua destilada para realizar una nueva lectura.
- e. Retirar el exceso de agua.

iii. Procedimiento:

Determinar la conductividad de la salmuera de un producto enlatado.

- a. Obtener la salmuera de un producto enlatado
- b. Colocar en un beaker 40 mL de la solución de salmuera
- c. Sumerja la sonda en la muestra de salmuera
- d. Realizar la lectura de la conductividad por duplicado

b) USO Y CALIBRACIÓN DEL PH-METRO

El pH-metro: Equipo Orion Star, Thermo Tcientific

i. Calibración

El procedimiento para la calibración del equipo es el siguiente:

- a. Conectar el equipo en la fuente
- b. En modo de medición, presione la tecla de [selección de línea] hasta que el ícono de flecha apunte a la línea superior, presione la tecla [arriba] hasta que aparezca el ícono de pH y presione la tecla [calibrar] para iniciar la calibración.
- c. Enjuague el electrodo (y la sonda CTA si se está utilizando) con agua destilada y colóquelo la solución amortiguadora.
- d. Espere a que el ícono de pH deje de estar intermitente: el medidor indica un valor de pH con corrección de temperatura para el amortiguador.
- e. Presione la tecla [calibrar] para continuar con el siguiente punto de calibración y repita los pasos 3 y 4, o presione la tecla [guardar/imprimir medición] para guardar y finalizar la calibración.

- f. Se mostrará el porcentaje de pendiente real del electrodo en el campo principal y se mostrará "SPL" en el campo inferior. el medidor pasará automáticamente al modo de medición luego de mostrar la pendiente.
- g. Se calibrará con soluciones amortiguadoras de pH 4, 7 y 1

ii. Lectura de muestras

- a. Enjuague el electrodo con agua destilada o desionizada. Retire el exceso de agua y seque el electrodo con un paño libre de pelusa.
- b. Coloque el electrodo dentro de la muestra.
- c. El ícono de pH estará intermitente hasta que la lectura se estabilice.
- d. Retire el electrodo de la muestra, enjuáguelo con agua destilada o desionizada, séquelo, colóquelo en la siguiente muestra.
- e. Cuando haya medido todas las muestras, enjuague el electrodo con agua destilada y séquelo.

iii. Procedimiento:

Determinar el pH de la salmuera de un producto enlatado.

- a. Obtener la salmuera de un producto enlatado
- b. Colocar en un beaker 40 mL de la solución de salmuera
- c. Sumerja la sonda en la muestra de salmuera
- d. Realizar la lectura del pH por duplicado

c) USO Y CALIBRACIÓN DEL REFRACTÓMETRO

Refractómetro de ABBE: Bausch and Lomb, DIGITANA AG

El equipo es capaz de determinar la velocidad de propagación de la luz en un medio o sustancia, por medio de la medición del índice de refracción.

i. Calibración

El procedimiento para la calibración del equipo es el siguiente:

- a. Conecte el equipo a una fuente de corriente alterna

- b. El equipo se calibra colocando una gota agua destilada en la superficie del prisma de refracción
- c. A continuación, se procede a leer, notara que la línea horizonte se encuentra desenfocada y no coincide con la intersección de los diámetros del campo, para lograr dicha intersección se debe girar la perilla de enfoque hasta que la línea horizonte se muestre como en la figura:

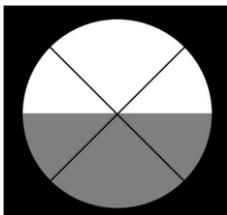


Figura A.1: Intersección de la línea horizonte con los diámetros de los campos.

Fuente: (García, R., García, C. y Díaz, A.)

- d. La lectura de la escala debe ser de 1.333 de índice de refracción (0% Brix), para poder realizar esta lectura se debe mover el mando de medida hacia atrás.

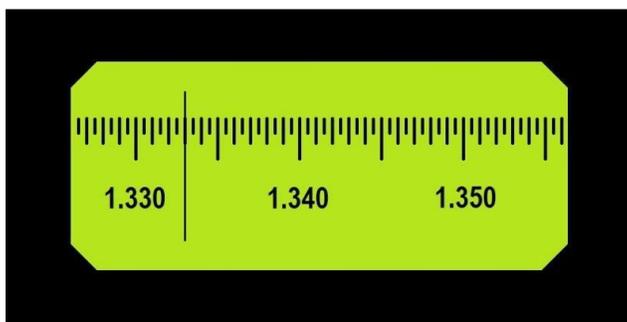


Figura A.2: Lectura del refractómetro de ABBE para el agua. Fuente: (García, R., García, C. y Díaz, A.)

- e. Luego de ajustar el índice de refracción levantar el prisma de iluminación y limpiar ambos prismas con papel de superficie suave (con el cuidado de no rayarlos). El equipo está listo para realizar medidas.
- ii. Lectura de muestras**
- i. Abrir el prisma secundario (o prisma de iluminación) y colocar una gota de la muestra a medir sobre el prisma primario (o prisma de refracción)

- ii. Cerrar cuidadosamente el prisma secundario y observar por el ocular
- iii. Girar la perilla de enfoque hasta lograr la intersección de los diámetros de los campos con la línea horizonte

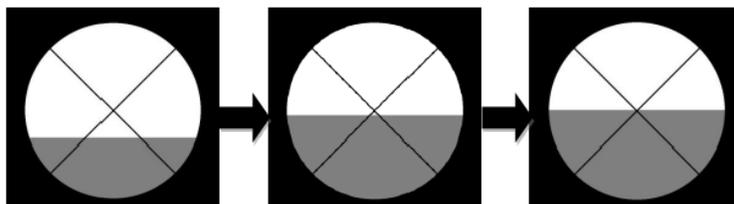


Figura A.3: Secuencia del ajuste de intersección de la línea horizonte con los diámetros de los campos. Fuente: (García, R., García, C. y Díaz, A.)

- iv. Leer la escala de índice de refracción para la muestra, moviendo el mando de medición hacia atrás. Anote los resultados
- v. Limpie los prismas con agua destilada y papel de superficie suave
- vi. Repita los pasos anteriores para cada uno de las mediciones que se requieran

NOTA: Realizar la medición de las muestras o curva de calibración de las más diluida a la más concentrada para evitar exceso de giros en la perilla de enfoque y disminuir los riesgos de malas lecturas

iii. Procedimiento:

- a. Pesar 15 g de azúcar refinada
- b. Transferir a un balón volumétrico de 100 ml.
- c. Agregar agua destilada hasta la marca de aforo
- d. Leer en el refractómetro por duplicado

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Uso y calibración del conductímetro:

Conductividad de la muestra

Muestra	Conductividad
Muestra 1	
Muestra 2	

Uso y calibración del pH-metro:

pH de la muestra

Muestra	pH
Muestra 1	
Muestra 2	

Uso y calibración del refractómetro:

Índice de refracción de la muestra

Muestra	Índice de refracción
Muestra 1	
Muestra 2	

CUESTIONARIO

- ¿Cuál es la conductividad y pH teórico de las muestras utilizadas en el laboratorio?
- ¿Cuál es la conductividad del agua y de la sacarosa?
- ¿Cuál es la importancia de la calibración de los equipos de laboratorio?
- ¿Por qué al calibrar el refractómetro es aconsejable hacerlo desde la solución menos concentrada a la más concentrada?
- ¿Cómo se obtienen los grados Brix de una sustancia a partir del índice de refracción?

ANEXO A.2 Práctica 2: Aplicación de métodos electro analíticos en el análisis de muestras de alimentos.

(Company Control , 2009), (Zandamela, E., 2008)

PRÁCTICA 2: DETERMINAR DE LA CONDUCTIVIDAD ELECTRICA EN ALIMENTOS.

INTRODUCCIÓN

La conductividad eléctrica es una de las características más importantes de los electrolitos, ya que representa la capacidad de estos para transportar la corriente eléctrica. La resistencia de un conductor electrolítico al paso de la corriente se puede determinar mediante la ley de ohm, si se le aplica una diferencia de potencial a un fluido que contenga iones, se establecerá una corriente de iones positivos que se mueven en la dirección del campo eléctrico y los iones negativos lo harán en sentido contrario. La conductividad electrolítica es una medida de la disociación de una solución que permite el paso de la corriente eléctrica por la migración de iones bajo la influencia de un gradiente de potencial. Los iones se mueven a una velocidad que depende de su carga y tamaño, la viscosidad del medio y la magnitud del gradiente de potencial.

Factores que influyen en la conductancia de un líquido:

- a) La exposición de la muestra al aire atmosférico, puede causar cambios en la conductividad, debido a la pérdida o ganancia de gases disueltos, en especial el CO₂. Esto es especialmente importante para agua de alta pureza, con concentraciones bajas de gases y sustancias ionizables.
- b) Sustancias no disueltas o materiales que precipiten lentamente la muestra, puede causar que se ensucien las superficies de los electrodos y causar lecturas erróneas.
- c) Corrosión de los electrodos causan lecturas inestables o erróneas.
- d) Sales contenidas en la solución.

- e) Resistencia causada por las áreas superficiales de los electrodos, su forma, suposición, así como el tipo de la especie iónica, la concentración y la temperatura.

Los conductímetros son los aparatos utilizados para medir la conductividad. Básicamente los conductímetros son instrumentos compuestos por dos placas de un material especial; platino, titanio, níquel recubierto con oro, grafito, etc., una fuente alimentadora y un sector o escala de medición. Aplicada una diferencia de potencial entre las placas del conductímetro, este mide la cantidad de corriente que como consecuencia pasa por ellas. Con los valores del voltaje aplicado y con la intensidad eléctrica de la corriente que pasa por las placas, los conductímetros determinan, de acuerdo a su previa calibración, la conductividad de la muestra ensayada.

OBJETIVOS

Determinar la conductividad eléctrica de diferentes alimentos líquidos.

MATERIALES

i. Materiales

- | | |
|------------------------|-------------------|
| i. Beaker de 50 mL | v. agitadores |
| ii. Beaker de 100 mL | vi. Jugo o néctar |
| iii. Probeta de 100 mL | vii. Miel |
| iv. Pipetas | viii. Cerveza |

ii. Equipo

- a. Balanza
- b. Conductímetro

METODOLOGÍA

Determinar la conductividad eléctrica de diferentes muestras de alimentos líquidos por medio del conductímetro, así como determinar la conductividad eléctrica de la miel a diferentes concentraciones.

Procedimiento:

Parte1: preparación de las muestras de alimentos.

i. Cerveza

- a. Agitar 100 mL de cerveza en un beaker con la ayuda de un agitador para eliminar el CO₂ y dejar reposar.
- b. Tomar una muestra de 40 mL de cerveza para realizar las mediciones.
- c. Realizar por duplicado.

ii. Jugo

- a. Agitar el jugo para homogenizar la muestra.
- b. Tomar una muestra de 40 mL del jugo para realizar las mediciones.
- c. Realizar por duplicado

iii. Miel

- a. Realizar las diluciones de miel indicadas a continuación:

N°	Gramos de miel	mL de agua
1	4	50
2	6	50
3	8	50
4	10	50
5	12	50

- b. Tomar una muestra de 40 mL de cada una de las diluciones realizadas anteriormente.
- c. Determinar la conductividad de las diluciones.

Parte 2: medir la conductividad de las muestras.

- a. Calibrar el conductímetro
- b. Medir las diferentes muestras de alimentos líquidos por duplicado excepto las muestras de miel.
- c. Medir la conductividad de las diluciones de las muestras de miel.

ANÁLISIS DE RESULTADOS**Parte 1: determinar la conductividad de los alimentos.**

Determinar la conductividad de las muestras de alimentos líquidos y determinar si cumplen con la normativa.

Cerveza

Alimento	Conductividad
Muestra 1	
Muestra 2	

Jugo

Alimento	Conductividad
Muestra 1	
Muestra 2	

Parte 2: determinar la conductividad y la concentración de las diluciones realizadas a la miel.

N°	Concentración	Conductividad
1		
2		
3		
4		
5		

Realizar un gráfico de la conductividad versus la concentración.

CUESTIONARIO

- a. ¿Cuál es la relación de la conductividad con la concentración?
- b. Se puede medir la conductividad de alimentos sólidos ¿si, no y por qué?
- c. ¿Por qué se utiliza la conductividad como parámetro en la calidad de los alimentos?
- d. ¿Cuál es la conductividad teórica de los alimentos utilizados?
- e. ¿Cuáles son los factores que influyen en la lectura de la conductividad en un alimento?

ANEXO A.3 Práctica 3: Aplicación de espectroscopia de luz visible (VIS) en el análisis de muestras de alimentos.

(Ospina V., 2008), (Galicia, A., Landa, L. y Cabrera, A., 2017)

PRÁCTICA 3: DETERMINAR EL ESPECTRO DE ABSORCIÓN Y LA CURVA DE CALIBRACIÓN DE LA GLUCOSA APLICANDO MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICOS VISIBLES EN ALIMENTOS

INTRODUCCIÓN

Las técnicas espectroscópicas o espectrofotométricas se basan en la utilización de energía luminosa de cierta longitud de onda para identificar y cuantificar analitos de una muestra. Es común clasificar estas técnicas atendiendo a la región del espectro electromagnético que utilizan, y así por ejemplo se tiene la espectroscopía de rayos X (usa longitudes de onda que van de 100 pm a 10 nm), la espectroscopía en el ultravioleta (de 180 a 380 nm), espectroscopía en el visible (de 380 a 780 nm) y espectroscopía de infrarrojo (de 0.78 a 50 μm). Las radiaciones ultravioleta y visible (UV-Visible) se usan ampliamente con fines analíticos y ambas pueden ser medidas con los espectrofotómetros comunes.

Cuando un analito en disolución capaz de absorber luz se coloca en la celda de un espectrofotómetro y se le hace incidir luz de cierta longitud de onda (monocromática o de un solo color), parte de la luz incidente es absorbida por el analito y el resto atraviesa y llega al fototubo del equipo que la detecta y mide. Estas propiedades se conocen como absorbancia y transmitancia y se definen como se indica a continuación. Si P_0 es la energía radiante incidente y P la energía radiante transmitida, la transmitancia, definida como la fracción de la energía radiante que pasa a través de la muestra (disolución conteniendo al analito), se expresa como:

$$T = \frac{P}{P_0} \quad \text{ó} \quad \%T = \frac{P}{P_0} \times 100$$

Mientras que la absorbancia, definida como la fracción de la energía radiante que es absorbida por la muestra y que está relacionada logarítmicamente con la transmitancia, se expresa como:

$$A = -\log T = \log_{10} \frac{P_0}{P}$$

Las mediciones espectrofotométricas son más confiables con valores de absorbancia en el intervalo de 0.187 a 0.824, o bien, con valores de transmitancia entre 15 y 65%, debido a que si la absorbancia es muy grande y pasa muy poca luz a través de la muestra es difícil medir esta energía radiante, y si por el contrario pasa demasiada luz (absorbancia muy pequeña), es difícil apreciar la diferencia entre la muestra y el blanco o referencia (disolución que lleva todos los reactivos menos el analito).

En el análisis espectrofotométrico, normalmente se escoge la longitud de onda de máxima absorbancia del analito (λ_{max}) debido, entre otras razones, a que la sensibilidad del análisis es máxima a esta λ , es decir, se consigue la máxima respuesta para una concentración dada de analito. La λ_{max} se obtiene mediante un espectro de absorción que es una gráfica que muestra como varía la absorbancia (A) o la absorptividad molar (ϵ) al variar la longitud de onda y se obtiene efectuando mediciones de absorbancia del analito en un intervalo amplio de longitudes de onda, por ejemplo, de 380 a 780 nm en la región del visible.

Las celdas o depósitos transparentes que contienen la muestra (analito en disolución) o el blanco pueden ser de cuarzo, vidrio óptico o plástico y generalmente tienen 1 cm de longitud de paso óptico. Las de cuarzo se usan para medidas espectrofotométricas en el UV-Visible, las de vidrio óptico, como absorben radiación ultravioleta, sólo son apropiadas para mediciones en la región del visible, y las de plástico sólo se utilizan para disoluciones acuosas y las hay para mediciones en el visible, y recientemente, en el ultravioleta.

Curva de calibración. Una curva de calibración es la representación gráfica de una señal que se mide en función de la concentración de un analito. La calibración incluye la selección de un modelo para estimar los parámetros que permitan determinar la linealidad de esa curva. y, en consecuencia, la capacidad de un método analítico para obtener resultados que sean directamente proporcionales a la concentración de un compuesto en una muestra, dentro de un determinado intervalo de trabajo. En el procedimiento se compara una propiedad del analito con

la de estándares de concentración conocida del mismo analito (o de algún otro con propiedades muy similares a éste). Para realizar la comparación se requiere utilizar métodos y equipos apropiados para la resolución del problema de acuerdo al analito que se desee determinar.

La etapa de calibración analítica se realiza mediante un modelo de línea recta que consiste en encontrar la recta de calibrado que mejor ajuste a una serie de “n” puntos experimentales, donde cada punto se encuentra definido por una variable “x” (variable independiente, generalmente concentración del analito de interés) y una variable “y” (variable dependiente, generalmente respuesta instrumental). “La recta de calibrado se encuentra definida por una ordenada al origen (b) y una pendiente (m), mediante la ecuación $y = mx + b$ ”.

OBJETIVOS

Determinar el espectro de absorción y la curva de calibración de un analito y usar esta información para cuantificar una muestra problema del mismo analito.

MATERIALES

i. Materiales

- | | |
|-----------------------------|--------------------------|
| a. Matraz aforado de 50 mL | i. Gradilla |
| b. Matraz aforado de 100 mL | j. Pipetas |
| c. Beaker de 50 mL | k. Espátula |
| d. Beaker de 100 mL | l. Pipeteador |
| e. Pipeta de 1 mL | m. agitadores |
| f. Pipeta de 5 mL | n. Hielo |
| g. Pipeta de 10 mL | o. Recipiente para hielo |
| h. Tubos de ensayo | |

ii. Equipo

- Balanza analítica
- Espectrofotómetro uv-visible

METODOLOGÍA

Realizar la curva de calibrado y determinar el espectro de absorción de la muestra de glucosa a partir de una serie de diluciones a diferentes concentraciones para obtener la concentración de una muestra problema.

i. Procedimiento:

Primera parte: determinar el espectro de absorción de la glucosa.

- a. Pesar 0.1 gramos de glucosa y aforar a un volumen de 100 mL con agua destilada con la finalidad de tener una solución madre con una concentración de 1000 ppm.
- b. A partir de la solución madre realizar las siguientes diluciones como se muestra en la siguiente tabla:

Concentración	mL agua	mL solución madre
0 ppm (blanco)	100	0
20 ppm	98	2
50 ppm	95	5
75 ppm	92.5	7.5
100 ppm	90	10
150 ppm	85	15

- c. Tomar 1 mL de cada solución realizadas anteriormente y colocarlo en un tubo de ensayo.
- d. Adicionar 0.5 mL de fenol al 5% (5 gramos en 100 mL de agua destilada)
- e. Adicionar 2.5 mL de ácido sulfúrico concentrado
- f. Agitar por 5 minutos
- g. Dejar reposar 10 minutos
- h. Colocar tubos en un baño de hielo por 10 minutos
- i. Transferir solución a una celda
- j. Leer a 490 nm en espectrofotómetro UV-Vis

Segunda parte: determinar la concentración de glucosa en una muestra problema.

Determinar la absorbancia de una muestra problema dada por el profesor y obtener la concentración.

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Primera parte: determinación del espectro de absorción de la glucosa.

Concentración (ppm)	Absorbancia	Transmitancia
0 ppm (blanco)		
20 ppm		
50 ppm		
75 ppm		
100 ppm		
150 ppm		

- ¿Cuál es el λ_{max} del espectro de absorción de la glucosa?
- ¿Cuál es la recta de calibrado que mejor representa a los datos obtenidos?

Segunda parte: Análisis cuantitativo.

Determinar la concentración de glucosa en la muestra problema proporcionada por el profesor.

Muestra	Absorbancia	Concentración
1		
2		
3		

CUESTIONARIO

- ¿Cuál es la diferencia entre absorptividad (a) y absorptividad molar (ϵ)?
- ¿Qué cuidados se deben tener con las celdas del espectrofotómetro?
- ¿Qué indica la ley de Beer y Lambert?
- ¿Qué determina la absorbancia obtenida de las muestras?

ANEXO A.4 Práctica 4: Aplicación de espectroscopia ultravioleta (UV) en el análisis de muestras de alimentos.

(Cerezo, M., 2011), (Antolín, P. y Meneses, M., 2000)

PRACTICA 4: DETERMINAR LOS COEFICIENTES DE EXTINCIÓN DEL ACEITE DE OLIVO, APLICANDO MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICOS DE ULTRAVIOLETA EN ALIMENTOS

INTRODUCCIÓN

La espectrofotometría UV-visible es una técnica analítica que permite determinar la concentración de un compuesto en solución. Se basa en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez que la cantidad de luz absorbida depende de forma lineal de la concentración. Para hacer este tipo de medidas se emplea un espectrofotómetro, en el que se puede seleccionar la longitud de onda de la luz que pasa por una solución y medir la cantidad de luz absorbida por la misma.

La región UV se define como el rango de longitudes de onda de 195 a 400 nm. Es una región de energía muy alta. Provoca daño al ojo humano, así como quemadura común. Los compuestos con dobles enlaces aislados, triples enlaces, enlaces peptídicos, sistemas aromáticos, grupos carbonilos y otros heteroátomos tienen su máxima absorbancia en la región UV, por lo que ésta es muy importante para la determinación cualitativa y cuantitativa de compuestos orgánicos. Diversos factores -como pH, concentración de sal y el disolvente- que alteran la carga de las moléculas, provocan desplazamientos de los espectros UV. La fuente de radiación ultravioleta es una lámpara de deuterio.

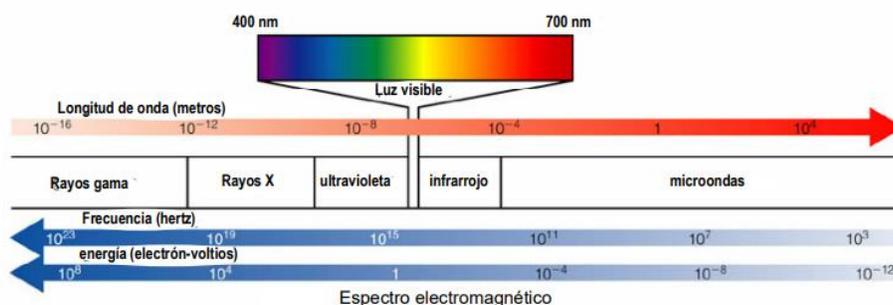


Figura A.4: Espectro electromagnético. Fuente: (Díaz N. , Barana A., y Fernández E., 2018)

a) Aplicaciones de la espectrometría ultravioleta en alimentos

Es sabido que, con el paso del tiempo, los aceites vegetales experimentan un continuo deterioro, el cual se va acentuando cuando posteriormente el aceite es sometido a diversos procesos de calentamiento. El estudio de la estabilidad termooxidativa de los aceites y, por tanto, de su calidad, puede llevarse a cabo midiendo parámetros tales como el índice de acidez, número de peróxidos, índice de yodo o coeficiente de extinción a 270 nm, entre otros.

b) Coeficiente de extinción.

La medida de la absorbancia a longitudes de onda comprendida entre 232 nm y 274 nm permite conocer el grado de alteración que ha sufrido por el aceite durante el proceso a que ha sido sometido. Esto se debe a que los compuestos de oxidación primarios (peróxidos e hidroperóxidos), formados durante la oxidación del aceite absorben a 232 nm, mientras que los productos de oxidación secundaria (aldehídos, cetonas, ácidos, etc.), lo hacen a longitudes de onda más altas (262, 268, 770 y 274 nm). Por otro lado, los dienos y trienos conjugados, formados durante el refinado del aceite, también absorben a 270.

Estos compuestos son resultado del estado de conservación del aceite, de modificaciones sufridas fruto de los procesos tecnológicos, de contaminaciones o adulteraciones. Un aceite será de mayor calidad cuando menor sea su índice K270, a mayor valor indicará más cantidad de sustancias que han sufrido oxidación (el aceite está más alterado).

OBJETIVO

Determinar los coeficientes de extinción en muestras de aceite de olivo que son útiles como criterio de calidad.

MATERIALES Y EQUIPO

i. Materiales

- | | |
|---------------------------|----------------------------|
| a. Gotero | c. Cubetas de cuarzo |
| b. Matraz aforado de 25mL | d. Ciclohexano o isooctano |

e. Aceite de oliva

ii. Equipos

a. Balanza analítica

b. Espectrofotómetro

METODOLOGÍA

Este método se fundamenta en la medida espectrofotométrica al ultravioleta del coeficiente de extinción a las longitudes de onda 232y 270 nm representados por: K_{232} y K_{270} respectivamente.

Se emplean especialmente para detectar la presencia de compuestos oxidados anormales que alteran la calidad del aceite del aceite.

Existe correlación entre la absorbancia del aceite de oliva a 232 nm y el grado de oxidación inicial, mientras que los productos de oxidación secundaria presentan una extinción específica en torno a los 270 nm (Kiritsakis, A., 1998).

La NTP no lo consideran como parámetro, la C.E.E. indica que los límites máximos aceptables de los coeficientes mencionados para el aceite de oliva extra virgen son: $K_{232} = 2.50$ y $K_{270} = 0.20$.

La espectrofotometría ultravioleta es por lo tanto uno de los medios más seguros para conocer el estado de oxidación y conservación de un aceite de oliva, y permite sospechar de una eventual adulteración con aceite de orujo.

En la determinación de trienos conjugados (ΔK) no debe superarse el 0.01 para que el aceite analizado pueda considerarse extra virgen. Para considerar a un aceite "refinado de oliva", el ΔK no debe superar el 0.16.

i. Procedimiento:

a. Pesar 0.25 gramos de aceite de oliva filtrado

b. Colocar en un matraz aforado de 25 mL.

c. Agregar el ciclohexano hasta el enrase, homogeneizar aplicando suaves y continuos movimientos circulares.

- d. Llenar una cubeta de cuarzo con la solución obtenida y medir el paso de la luz en la muestra a 270 nm.
- e. Realizar 2 mediciones y hallar la media.

NOTA: se usará el ciclohexano en forma pura como patrón de comparación (blanco) en el haz de referencia.

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Determinar el coeficiente de extinción K_{232} y K_{270} de la muestra de aceite de oliva.

Longitud de onda	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
232 nm			
270 nm			

Cálculos:

Coeficiente K_{270}

$$K_{270} = \frac{L}{C x e}$$

Donde:

L= lecturas a 270 nm

C= concentración de la muestra (g/100 cc)

e= espesor de la cubeta en cm

CUESTIONARIO

- a. ¿Cómo determinar los trienos (ΔK) en el aceite de oliva por este método utilizado en el laboratorio?
- b. ¿Por qué se pueden determinar las oxidaciones del aceite en las longitudes de onda 232 y 270?

- c. ¿Por qué se utiliza la espectrofotometría ultravioleta para determinar la calidad del aceite de oliva y no otro tipo de espectrofotometría?
- d. ¿Qué otras aplicaciones tienen la espectrofotometría ultravioleta en la industria alimentaria?
- e. ¿Cómo se diferencia la espectrofotometría visible y la espectrofotometría ultravioleta?

ANEXO A.5 Práctica 5: Aplicación de espectroscopia infrarroja (IR) en el análisis de muestras de alimentos.

(García, R., García, C. y Díaz, A.)

PRACTICA 5: DETERMINAR EL ESPECTRO DE ABSORCIÓN EN EL INFRARROJO APLICANDO MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICOS EN ALIMENTOS

INTRODUCCION

La región infrarroja del espectro incluye la radiación con números de onda comprendidos entre los 12000 y los 10 cm^{-1} , lo que corresponde a la longitud de onda de 0.78 a 1000 μm . Tanto desde el punto de vista de las aplicaciones como de los instrumentos, es conveniente subdividir el espectro infrarrojo en tres regiones denominadas: infrarrojo cercano, medio y lejano.

Hasta la fecha, la gran mayoría de las aplicaciones analíticas se han registrado al uso de una parte de la región del infrarrojo medio comprendida entre los 4000 y los 400 cm^{-1} (de 2.5 a 25 μm). Sin embargo, en la literatura analítica actual se van encontrando un número creciente de aplicaciones de la espectroscopia infrarroja cercana y lejana.

La espectroscopia infrarroja tiene una gran aplicación en el análisis cualitativo y cuantitativo, su principal utilización ha sido la identificación de compuestos orgánicos, que por general presentan espectros complejos en el infrarrojo medio con numerosos máximos y mínimos que resultan útiles al efectuar comparaciones. En muchos casos, el espectro infrarrojo medio de un compuesto orgánico proporciona una huella única, con unas características que se distinguen fácilmente de los modelos de absorción de otros compuestos; solo los isómeros ópticos absorben exactamente de la misma forma.

Para que una molécula absorba radiación infrarroja debe experimentar un cambio neto en el momento dipolar como consecuencia de su movimiento vibratorio o rotatorio, pudiendo así actuar recíprocamente, el campo alternativo de la radiación, con la molécula y causar cambios en su movimiento.

Cuando la frecuencia de la radiación iguala a la frecuencia de una vibración o rotación natural de la molécula, ocurre una transferencia de energía que da como resultado un cambio en la amplitud de la vibración molecular y por tanto absorción de radiación.

El análisis por espectroscopia de absorción infrarroja se aplica principalmente en el campo de la elucidación de estructuras y en la determinación de las fuerzas de enlace, así como en los controles de calidad e identidad y para seguir procesos de reacción. Además de su aplicación como herramienta para el análisis cualitativo, las medidas en el infrarrojo también están encontrando un uso cada vez mayor en el análisis cuantitativo. En este caso, su elevada selectividad a menudo hace posible la cuantificación de una sustancia en una mezcla compleja, no siendo necesario una separación previa. El principal campo de aplicación de este tipo de análisis se halla en la cuantificación de contaminantes atmosféricos que provienen de procesos industriales.

Características de un espectro. El espectro de infrarrojo de un compuesto es una representación gráfica de los valores de número de onda (cm^{-1}) ante los valores de por ciento de transmitancia (%T). La absorción de radiación IR por un compuesto a una longitud de onda dada, origina un descenso en el %T, lo que se pone de manifiesto en el espectro en forma de un pico o banda de absorción.

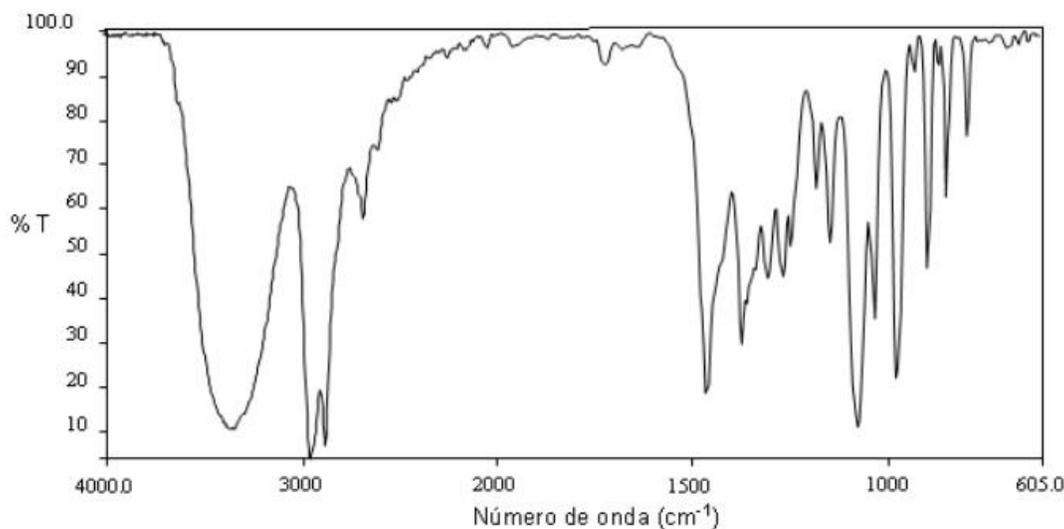


Figura A.5: Espectro infrarrojo. Fuente: (Manual de experimentos química Orgánica II, 2016)

OBJETIVO

Determinar por medio de la espectroscopia de absorción en el infrarrojo el espectro de la absorbancia y transmitancia de las muestras de alimentos.

MATERIALES Y EQUIPO

i. Materiales

- | | |
|----------------------------|--------------------------|
| a. Goteros | f. Acetona |
| b. Mortero y pistilo ágata | g. Nujol |
| c. Microespátula | h. Aceite |
| d. Algodón | i. Lactosa monohidratada |
| e. Celdas | |

ii. Equipo

- a. Espectrofotómetro IR
- b. Balanza analítica

METODOLOGIA

Obtener espectro de la transmitancia y absorbancia la muestra de aceite y lactosa monohidratada a partir de la espectroscopia de absorción en el infrarrojo.

Preparación de la muestra en el IR.

Una parte sencilla, pero importante en la obtención de espectros infrarrojos es la preparación de muestras, ya que de ellas depende, así como el espectrofotómetro utilizado la calidad del espectro obtenido.

a) ESPECTRO DE GASES

Los espectros infrarrojos de sustancias gaseosas difieren bastante de las correspondientes a fase condensadas, debido principalmente a la libre rotación de las moléculas y a que las interacciones intermoleculares son mínimas en los gases, esto da lugar en los espectros de compuestos sencillos a la aparición de una

estructura fina de bandas, debido a la línea de rotación, que desaparecen por completo en los espectros de fase condensada.

Las celdas de absorción para gases están formadas por un tubo metálico o más corrientemente de vidrio a cuyos extremos van pegadas las ventanas de material transparente (normalmente de NaCl o KRR).

La celda va provista de una o dos llaves para la entrada y la salida del gas, operación que suele realizarse mediante una instalación ordinaria de vacío.

La longitud más conveniente de las celdas para gases es de 5-10 cm.

b) ESPECTRO DE LÍQUIDOS

Se utilizan dos tipos de celdas desmontables y fijas. En las celdas desmontables se colocan de 2 a 3 gotas de muestras líquidas en estudio, entre dos ventanas de material transparente, el espesor aproximado de la película se regula mediante un separador de plomo, estaño o teflón de grosor adecuado (entre 0.005 y 0.1 mm). Las celdas fijas o de espesor fijo son análogas a las desmontables, pero el separador va pegado herméticamente a las dos celdas utilizando separadores de estaño o plomo amalgamados. Una de las ventanas lleva dos finos conductores (aproximadamente 1 mm de diámetro) que sirve para llenar la celda mediante un capilar o una jeringa de inyección.

El material de las ventanas puede ser cloruro de sodio (0.2 a 16 μ). Bromuro de potasio (1.0 a 25 μ), yoduro de cesio (0.1 a 50 μ), cloruro de plata (2.5 a 22 μ), con estos materiales no debe emplearse en ningún caso solventes líquidos, acuoso o alcohólicos. Para soluciones acuosas se usan ventanas de fluoruro de calcio (2.1 a 8 μ) y de estroncio (0.6 a 14 μ).

Para obtener buenos resultados es preciso seguir minuciosamente la pauta en las técnicas preparativas, así como las condiciones experimentales referidas al espectrofotómetro, pues dada la su sensibilidad la variación de estas, supone diferencias que en algunos casos pueden ser importantes, sobre todo en el aspecto cuantitativo.

c) ESPECTRO DE SÓLIDOS: Dispersión en nujol (parafina líquida)

i. Preparación de la dispersión en nujol.

El líquido más comúnmente utilizado para la dispersión es un aceite mineral que se conoce con el nombre de Nujol, éste es transparente en el infrarrojo excepto en las zonas de absorción características de los enlaces C-H aproximadamente 2950, 1450 y 1375 cm^{-1} . Se debe usar Nujol (parafina líquida) calidad espectroscópica.

Técnica

- a. Colocar \pm 1 miligramo de la muestra sólida en el mortero de ágata.
- b. Pulverizar la muestra.
- c. Añadir 1 o 2 gotas de nujol, mezclar bien hasta formar una pasta homogénea.
- d. Depositar una pequeña cantidad en la ventana con movimiento rotativo a manera de obtener una película fina evitando inclusión de aire, colocar en el dispositivo portado de celdas, luego correr el espectro.

ii. Procedimiento limpieza de celdas

Limpia la celda con acetona haciendo uso de un algodón suave y movimientos circulares hacia afuera de la celda para evitar rayarla.

A continuación, se muestra una secuencia de pasos de limpieza de la celda para dispersión en nujol:

- a. Colocar al algodón un poco de acetona.
- b. Limpiar la celda con acetona haciendo uso de un algodón suave y movimientos circulares hacia afuera de la celda para evitar rayarla.

iii. Procedimiento preparación de blanco para dispersión

- a. Para este caso, se utilizará como blanco la celda, por lo tanto, debe colocarse en el portaceldas.
- b. Colocar portaceldas en el espectrofotómetro de manera que el haz de luz de IR atraviese la celda sin ningún obstáculo.
- c. Cerrar el equipo antes de realizar la medición.

iv. Procedimiento preparación de la muestra de dispersión

Se utilizarán dos celdas para preparar la muestra de dispersión.

NOTA: debe haberse medido el blanco con anterioridad al realizar la medición de la muestra.

Para este caso se utilizará el aire como blanco.

Muestra: aceite

- a. Utiliza un gotero para la toma de la muestra.
- b. Coloca una pequeña cantidad de la muestra sobre una de las celdas.
- c. Colocar la otra celda arriba de la otra a manera de dispersar toda la muestra en la celda, no dejando burbujas en la muestra.
- d. Colocar la celda en el portaceldas y colocarlo en el equipo. No olvidar cerrar el equipo antes de realizar la medición.
- e. Realizar la medición. Para las mediciones se hace uso del software.

v. Procedimiento preparación de muestra de dispersión en nujol

Muestra: lactosa monohidratada

- i. Colocar en el mortero ágata, haciendo uso de la microespátula, un poco de la muestra (± 1 miligramo).
- ii. Haciendo uso de un mortero limpio, colocar unas gotas del nujol sobre la muestra en el mortero.
- iii. Con el pistilo formar la dispersión.
- iv. Haciendo uso de la microespátula, tomar un poco de la dispersión y colocarla en la celda.
- v. Poner sobre la dispersión la otra celda. Evitar que se formen burbujas entre las celdas y extender la dispersión en toda la celda.
- vi. Colocar las celdas unidas en el portaceldas.
- vii. Colocar el portaceldas en el equipo, teniendo cuidado que el haz de luz pueda pasar directamente en las celdas.
- viii. Realizar la medición. Para las mediciones se hace uso del software.

NOTA: no olvidar cerrar el equipo antes de realizar una medición.

ANALISIS DE RESULTADOS

Obtener el espectro de transmitancia y absorbancia de la muestra de aceite y lactosa monohidratada a partir de la espectroscopia de absorción en el infrarrojo.

Muestra: aceite

- a. Obtener el espectro de absorbancia y transmitancia del aceite

Muestra: lactosa monohidratada

- a. Obtener el espectro de absorbancia y transmitancia de la lactosa monohidratada
- b. Comparar el espectro de la muestra con el banco de espectros del equipo.

CUESTIONARIO

- a. ¿Qué información nos da el espectro infrarrojo?
- b. ¿Cuáles son las aplicaciones de la espectrometría infrarroja en la industria alimentaria?
- c. ¿Qué representa el espectro de absorción en el infrarrojo?
- d. ¿Cuándo se puede utilizar cuantitativamente el IR?
- e. ¿Explique la teoría de la absorción en el IR?

ANEXO A.6 Práctica 6: Medidas de parámetros físicos y químicos de muestras de alimentos.

(Scientific, Thermo Fisher, 2010), (Revilla, A., 1982), (Medina, L., 2009)

PRÁCTICA 6: DETERMINAR PARÁMETROS FÍSICOS Y QUÍMICOS DE MUESTRAS DE ALIMENTOS

INTRODUCCIÓN

El análisis de alimentos surge de la necesidad de conocer la calidad y la composición de los alimentos, así como también los efectos que sus componentes provocan en el curso de los diferentes procesos a que están sujetos los alimentos, investigando y descubriendo las conexiones que existen entre la estructura de los diferentes compuestos y sus propiedades organolépticas, así como su capacidad de deterioro en función de su composición química.

El análisis físico-químico implica la caracterización de los alimentos desde el punto de vista físico-químico, haciendo énfasis en la determinación de su composición química, es decir, cuales sustancias están presentes en un alimento y en que cantidades estos compuestos se encuentran.

OBJETIVOS

Determinar propiedades físicas y químicas a diferentes muestras de alimentos.

MATERIALES Y MÉTODOS

i. Materiales

- | | |
|--------------------------|-------------------------------|
| a. Agitador | h. Licuadora u homogeneizador |
| b. Cuchillo | i. Leche |
| c. Recipiente | j. Manzana |
| d. Beaker de 50 mL. | k. Carne de res |
| e. Pipeta de 10 mL. | l. Huevo |
| f. Erlenmeyer de 250 mL. | m. Aceite vegetal (maíz) |
| g. Bureta de 50 mL. | |

ii. Equipos

- a. Balanza
- b. pH-metro

METODOLOGÍA**a) Análisis físicos y químicos de los lácteos****i. pH**

la leche tiene una reacción iónica cercana a la neutralidad. La leche tiene una reacción débilmente acida, con un pH 6.4 a 6.7, como consecuencia de la presencia de caseína y de los aniones fosfórico y cítrico, principalmente. El pH no es un valor constante, sino que puede variar en el curso de la lactancia y bajo la influencia de la alimentación. El pH representa la acidez actual de la leche; de él dependen propiedades tan importantes como la estabilidad de la caseína.

Procedimiento:

- a. Calibrar el medidor de pH con los buffers adecuados de pH.
- b. Agregar 30 mL de leche en un beaker de 50 mL.
- c. Mezclar bien la muestra preparada con un agitador
- d. Introducir el electrodo en la muestra, esperar que se estabilice la lectura.

ii. Acidez

La acidez verdadera es la que está dada por la presencia del ácido láctico y otros ácidos originados durante la fermentación; a esta acidez también se le conoce como acidez desarrollada o real. Durante la fermentación de la lactosa ocurren además otras fermentaciones que dan origen a olores o aromas característicos y por esto a pesar de que el ácido láctico es inodoro se dice que la leche ácida posee un olor característico.

La acidez titulable corresponde al número de mililitros de solución 0.1N de NaOH, necesarios para neutralizar 100ml de muestra. El grado de acidez corresponde a la suma de todas las sustancias de reacción ácida contenidas en la leche.

Procedimiento:

- a. Medir 9 mL de leche con una pipeta aforada y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL.
- b. Agregar 2 a 3 gotas de la solución de fenolftaleína al 1% y agitar.
- c. Titular con una solución de NaOH 0.1 N hasta el primer color rosado persistente.
- d. Determinar los mL de solución de NaOH requeridos.

b) Análisis físicos y químicos de la carne

i. pH

El pH, es un parámetro determinante de la calidad de la carne, ya que afecta a los procesos bioquímicos que tienen lugar durante la transformación del músculo en carne, influyendo directamente sobre la estabilidad y propiedades de las proteínas y características físico-químicas de la carne, así como en el color, terneza, sabor, capacidad de retención de agua y conservabilidad.

El músculo de un animal vivo presenta un pH comprendido entre 7,08 y 7,30. Sin embargo, tras el sacrificio del animal se detiene el flujo sanguíneo y da comienzo la generación de adenosín trifosfato (ATP) mediante la glucólisis anaeróbica a partir de la glucosa almacenada en el músculo en forma de glucógeno. A medida que disminuyen los niveles de glucógeno se incrementa los metabolitos intermedios, principalmente el ácido láctico y otros ácidos orgánicos, provocando un descenso del pH que oscila entre 5,4 y 5,6 tras 24 o 48 horas postmortem.

Procedimiento:

- a. Pesar 10 g de carne de bovino.
- b. Adicionar 100 mL de agua destilada y moler en la licuadora durante un minuto.

- c. Calibrar el medidor de pH con los buffers adecuados de pH.
- d. Filtrar la mezcla de carne para eliminar tejido conectivo.
- e. Leer el pH de la carne, enjuagar el electrodo con agua destilada.

ii. Capacidad de emulsificación

Esta propiedad funcional se define como la cantidad de grasa que se puede emulsionar por gramo de carne. Esta característica es importante para evaluar la aptitud tecnológica de la carne destinada a la elaboración de productos de pasta fina como salchichas.

Los productos cárnicos de pasta fina se consideran sistemas tipo emulsión; están formados por dos fases, una matriz compleja formada por una solución salina que extrae proteínas miofibrilares que a su vez actúan como agentes emulgentes. La fase dispersa está formada por finas partículas de grasa. La CE disminuye en el punto isoeléctrico (pH= 5.5) de las proteínas miofibrilares y aumenta a valores de pH cercanos a la neutralidad.

Procedimiento:

- a. Moles 25 g. de carne con 100 ml. de solución de NaCl 1M en una licuadora hasta obtener una pasta. La mezcla debe estar a una temperatura máxima de 5° C.
- b. Tomar de la pasta 12.5 g. y añadir 37.5 ml de NaCl 1M a 5° C. Mezclar en licuadora durante cinco minutos, a baja velocidad.
- c. Se añade aceite vegetal con una bureta, hasta que deje de integrarse a la pasta de carne. Esto se observa por ruptura de la emulsión.
- d. Informar la cantidad de aceite incorporado (antes de la ruptura de la emulsión) por gramo de carne.

c) Análisis físicos y químicos de frutas

i. Índice de almidón

Durante el proceso de maduración, el almidón de algunas variedades de fruta se rompe en azúcares. Esta conversión empieza en el corazón del fruto y avanza por

la pulpa hacia la periferia. La pauta de conversión del almidón es característica de cada variedad y para cuantificarla se pueden utilizar diferentes escalas. La utilización de yodo, que reacciona con el almidón formando un color negro, permite visualizar las zonas en las que todavía existe almidón. \

Procedimiento:

- a. Cortar la manzana transversalmente y colocar sobre un papel.
- b. Tome una de las dos superficies recién cortadas y cubrirla de manera uniforme con solución de yodo utilizando el gotero.
- c. Dejar reposar unos minutos.
- d. Registrar los resultados.

d) Análisis físicos y químicos del huevo

- i. pH

Los procesos de envejecimiento que se producen en el huevo y se inician tras la puesta dan lugar a la liberación de anhídrido carbónico desde el interior del huevo, tendiendo a equilibrar su concentración con la tensión parcial de este gas en el aire circundante, con el consiguiente aumento del pH. Así el huevo tiene un valor de pH de 7.6 si está recién puesto y se eleva a 8.5 después de 24 horas a 200C, alcanzando valores de 9 a 9.4 tras unos días de almacenamiento. Tales modificaciones se aceleran notablemente al aumentar la temperatura ambiente. El pH de la yema es de alrededor de 6, la alcalinización del huevo supone envejecimiento del mismo, aunque este fenómeno también puede ser debido a la conservación del huevo en agua de cal.

Procedimiento:

- a. Separar la clara y la yema de un huevo.
- b. Colocar la clara del huevo en un beaker de 50 mL.
- c. Calibrar el medidor de pH con los buffers adecuados de pH.
- d. Leer el pH de la clara de huevo, enjuagar el electrodo con agua destilada.

ANÁLISIS DE RESULTADOS

a) Análisis físicos y químicos de la leche

Determinación del pH de la leche

Muestra	pH de la muestra	pH teórico

Determinación del porcentaje de acidez

$$\% \text{ ácido láctico} = \frac{V(\text{ml}) \times \text{NaOH } 0.1N \times \text{Meq-g ácido láctico} \times 100}{\text{ml de la muestra}}$$

Donde: el Meq es 0.009

b) Análisis físicos y químicos de la carne

Determinar el pH de la carne

Muestra	pH de la muestra	pH teórico

Capacidad de emulsificación

Gramos de muestra	mL de aceite utilizado

c) Análisis físicos y químicos de la fruta

Índice de almidón

Muestra	Descripción antes del Lugol	Descripción después del Lugol

d) Análisis físicos y químicos del huevo

Determinar el pH de la clara del huevo

Muestra	pH de la muestra	pH teórico

CUESTIONARIO

- ¿Cuál es la relación de la acidez y el pH en la leche?
- ¿Qué indica la capacidad de emulsificación en la carne?
- ¿Qué indica el pH de la carne?
- ¿Cómo se obtendría la acidez de la carne?
- ¿Qué indica la obtención de un color oscuro en la prueba de yodo?

ANEXO A.7 Práctica 7: Análisis de perfil de textura de 3 muestras de alimentos. (ISO (International Organization for Standardization) 11036, 1994)

PRÁCTICA 7: ANÁLISIS DE PERFIL DE TEXTURA DE ALIMENTOS

INTRODUCCIÓN

La textura de un producto se refiere a: “Atributos reológicos y estructurales (geométricos y de superficie), mediante aspectos mecánicos, táctiles, visuales y auditivos”. La textura es un indicador de la calidad del alimento para el consumidor. Esta se mide de manera segmentada en el tiempo de la prueba: mordida inicial vs masticación vs residual.

Se hace uso de escalas de referencia demostrando características de texturas específicas. La escala está inicialmente anclada a referencias comunes de productos específicos, sobre las que se espera que se encuentre idealmente cada atributo evaluado

Definición de algunos atributos que se miden en la textura de los alimentos:

- a) Dureza: Se requiere de fuerza para masticar a través del producto colocado entre los molares.
- b) Adhesividad al paladar: Se requiere de fuerza para remover el producto completamente del paladar usando la lengua.
- c) Fracturabilidad: Fuerza con la cual el producto se rompe entre los molares, masticándolo completamente con movimientos rápidos.
- d) Sequedad: Cantidad de humedad percibida en la superficie del producto cuando entra en contacto con el labio superior.

OBJETIVO

Construir el perfil sensorial de tres alimentos.

MATERIALES

- | | |
|---------------------------------------------------|------------------------|
| a. 3 productos similares de diferente fabricante. | d. Cubiertos. |
| b. Balanza semi analítica. | e. Agua como borrador. |
| c. Platos. | f. Tirro. |
| | g. Plumón rotulador. |

h. Fichas de evaluación.

METODOLOGÍA

- a. Pesar 25 gramos de cada muestra por cada miembro del panel.
- b. Entregar las muestras debidamente codificadas a cada panelista.
- c. Pedir a los panelistas que evalúen las muestras y que completen la ficha de evaluación (se anexa una ficha ejemplo al final de la práctica, la cual posee características texturales que pueden variar dependiendo del tipo de alimento o características que se quieran analizar).
- d. Los panelistas deben utilizar agua como borrador entre cada evaluación.

ANÁLISIS DE RESULTADOS

- a. Construya el perfil de textura de las tres muestras de alimentos. Incluir solamente las características que obtuvieron mayor frecuencia de detección por parte de los panelistas (es decir, la que fueron detectadas por más del 50% del panel).
- b. Concluya en base a las características detectadas.

CUESTIONARIO

- a. ¿Cuál es la finalidad de la realización de la prueba de análisis del perfil de textura?
- b. ¿Cuáles son los tamaños de muestra que deben utilizarse en el análisis sensorial?
- c. ¿Cuál es la función del borrador en el análisis sensorial?
- d. ¿Qué otros tipos de borradores suelen utilizarse según la muestra a evaluar?
- e. ¿Por qué la textura es un indicador de la calidad de los alimentos?

Obtención del perfil de textura a través de la evaluación de características texturales

Nombre del panelista:

Fecha:

INDICACIONES

Por favor, marque la intensidad de las características sensoriales de textura en cada una de las etapas del proceso de masticación - sensación bucal. Hacer uso de la escala presentada en la parte inferior de la hoja.

PRIMERA MORDIDA

Dureza
Adhesividad
Cohesividad
Granulosidad

MUESTRA MUESTRA MUESTRA

MASTICACIÓN

Gomosidad
Grasosidad
Adhesividad
Recubrimiento bucal

RESIDUAL

Jugosidad
Áspero

ESCALA:

0 = No detectable
)(= Apenas detectable, umbral
)(-1 = Muy ligero
 1 = Leve, bajo

1-2 = Moderadamente leve
 2 = Moderado
 2-3 = Moderadamente grande
 3 = Fuerte, grande

OBSERVACIONES

ANEXO A.8 Práctica 8: Reconocimiento de sabores básicos en diferentes soluciones. (ISO (International Organization for Standardization) 3972, 2011)

PRÁCTICA 8: RECONOCIMIENTO DE SABORES BÁSICOS

INTRODUCCIÓN

La realización de las evaluaciones sensoriales requiere en forma imprescindible de la participación de grupos de personas, quienes se convierten en instrumentos de análisis. Así la validez y utilidad de los resultados que se obtienen dependen en gran medida del tamaño, características y funcionamiento de estos grupos. Por ello como en todo análisis es importante conocer el grado de sensibilidad del grupo de panelistas participantes, lo mismo que su capacidad para repetir en condiciones similares las pruebas y obtener los mismos resultados.

Los sabores básicos pueden ser percibidos mediante el sentido del gusto, este sentido es el más importante de los sentidos para la persecución del sabor, conjuntamente con el tacto y el olfato. Debido a que estos sentidos son estimulados por los compuestos químicos.

El gusto de un alimento es detectado por las papilas gustativas y el mensaje nervioso de estas llega al cerebro, donde finalmente es interpretado, los mecanismos bioquímicos de la percepción del sabor, no están esclarecidos. Algunas teorías responden a determinadas reacciones químicas tales como oxidación, reducción o la precipitación de proteínas, otras proponen la existencia de células receptoras que responden que responden a ondas electromagnéticas a cierta longitud de onda.

La sensibilidad de las diferentes zonas de la lengua, el umbral de detección o percepción de algunos o todos los sabores, según un criterio creciente o decreciente

En razón a ello es necesario conocer los factores los factores que afectan el gusto como son:

- a) Temperatura del alimento
- b) Mantenimiento prolongado del alimento en la boca
- c) Sustancia que potencian el sabor

- d) Los resfriados o la gripe afectan el funcionamiento del sentido del gusto

OBJETIVO

Estudiar el aspecto fisiológico del análisis sensorial mediante la evaluación de la capacidad que tienen los individuos para reconocer y diferenciar los cuatro sabores básicos o primarios (gustos): amargo salado, ácido dulce.

MATERIALES

- | | |
|---------------------------|-------------------------|
| a. Sacarosa | g. Pajillas |
| b. Sal (cloruro de sodio) | h. Goteros de vidrio |
| c. Cafeína | i. Probeta de 15 mL |
| d. Agua desmineralizada | j. Tirro |
| e. Vasos de descartable | k. Plumón rotulador |
| f. Frascos de vidrio | l. Fichas de evaluación |

METODOLOGÍA

Para cada prueba el líder del panel debe entregar muestras codificadas a cada panelista. El líder debe tener registrado el código que le corresponde a cada muestra, para el posterior análisis de resultados. Los códigos deben tener tres dígitos elegidos al azar, con el objetivo de no proporcionar al panelista información de la muestra.

a) RECONOCIMIENTO DE SABORES BÁSICOS: DULCE, SALADO, ÁCIDO Y AMARGO

Se deben preparar 4 soluciones con las concentraciones dadas en la Tabla, estas soluciones se preparan con agua desmineralizada el día anterior a fin de permitir alcanzar el equilibrio durante la noche.

Procedimiento:

- a. Se necesita aproximadamente entre 25 y 30 ml de solución por panelista.
- b. Las soluciones serán ofrecidas en vasos de plástico (que no transmitan olor) o de vidrio, codificados con números de tres cifras, tomados de la tabla de números aleatorios.
- c. Cada panelista recibirá 6 vasos, de los cuales 4 contienen las soluciones de sabores básicos, una repetición de ellos y un vaso de 100 ml con agua de mesa.
- d. Se debe utilizar agua como borrador entre cada cata.
- e. Como resultado de la prueba se debe reportar el porcentaje de aciertos de cada sabor.

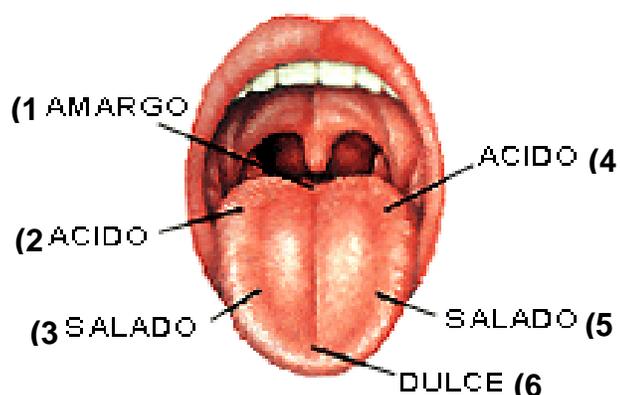
b) IDENTIFICACIÓN DE SABORES BÁSICOS EN LAS ZONAS SENSIBLES DE LA LENGUA

Procedimiento:

- a. Para la identificación de los sabores básicos en las zonas sensibles de la lengua se emplearán las mismas soluciones que en la prueba **anterior**.

Sabor básico	Sustancia	Concentración
Dulce	Sacarosa	0,80%
Salado	Cloruro de sodio	0,10 %
Acido	Ácido cítrico	0,05 %
Amargo	Cafeína	0,04 %

- b. Los panelistas se dispondrán en parejas y con la ayuda de un gotero o pajilla, colocarán gotas sucesivas en cada una de las zonas de la lengua de su pareja, según lo indicado en la Figura. En este caso es muy importante poner la solución en la zona de la lengua que interesa en cada ensayo.
- c. Enjuagar con agua como borrador entre cada prueba.
- d. Como resultado de esta prueba se debe reportar el número y el porcentaje de aciertos para cada zona de la lengua, colocando la solución en la lengua.



Zonas sensibles de la lengua (dulce, salado, acido, amargo).

c) DETERMINACION DEL UMBRAL DE PERCEPCION DEL SABOR DULCE

El umbral de percepción o detección, se define como la concentración mínima de una sustancia que puede ser detectada por un juez o panelista con el sentido del gusto. Para la determinación del umbral de percepción del sabor dulce se empleará sacarosa. La concentración de las soluciones empleadas se presenta en la Tabla.

Concentraciones de sacarosa utilizados para la determinación de umbral de percepción.

N°	Sustancia	Concentración
1	Sacarosa	4 %
2	Sacarosa	2 %
3	Sacarosa	1,5 %
4	Sacarosa	1 %
5	Sacarosa	0,5 %
6	Agua	---
7	Agua	---

Estas soluciones se preparan con agua desmineralizada el día anterior a fin de permitir alcanzar el equilibrio durante la noche.

Procedimiento:

- a. Se necesita aproximadamente entre 25 y 30 ml de solución por cada panelista.
- b. Las soluciones serán ofrecidas en vasos de plástico (que no transmitan olor) o de vidrio, con números del 1 al 7 cada panelista recibirá los 7 vasos con las soluciones indicadas anteriormente.
- c. Los panelistas deben conocer que la presentación y la forma de degustación son de manera de decreciente a la concentración.
- d. El panelista debe utilizar agua como borrador entre cada cata.
- e. Los panelistas deberán anotar el número del último vaso en que pudieron detectar el sabor dulce.

d) PRUEBA DE ORDENAMIENTO DE SABORES POR SU CONCENTRACION

Para la prueba de ordenamiento de sabores por su concentración, se empleará las soluciones que se muestran a continuación.

Concentración de sacarosa utilizada para la prueba de ordenamiento de sabores.

N°	Sustancia	Concentración
1	Sacarosa	7,5 %
2	Sacarosa	10 %
3	Sacarosa	12,5 %
4	Sacarosa	15 %

Estas soluciones se preparan con agua destilada el día anterior a la prueba, a fin de alcanzar el equilibrio durante la noche.

Procedimiento:

- a. Se necesita aproximadamente entre 25 y 30 ml de solución por cada panelista.
- b. Las soluciones serán ofrecidas en vasos de plástico codificados con números de tres cifras, tomados de la tabla de números aleatorios.

- c. Cada panelista recibirá 5 vasos de los cuales 4 contienen las soluciones de sacarosa, de acuerdo al cuadro anterior, y un vaso de 100 ml con agua de mesa.
- d. El panelista debe utilizar agua como borrador entre cada cata.
- e. En la prueba de ordenamiento se le solicita al panelista que ordene las soluciones en orden creciente de su concentración.

ANÁLISIS DE RESULTADOS

- a. Tabule los resultados de cada prueba
- b. Grafique los resultados
- c. Concluya en base a la elección de un panel

CUESTIONARIO

- a. ¿Cuál es la finalidad de la prueba de identificación de sabores básicos?
- b. ¿Puede utilizarse esta prueba para entrenamiento de jueces de panel sensorial?
- c. ¿Cuál es la función de un líder de panel?
- d. ¿Qué factores influyen en los resultados de las pruebas sensoriales?
- e. ¿Cuáles son las condiciones idóneas de realización de la prueba?

FICHAS DE EVALUACIÓN

Deben llevarse en físico para el día de realización de las pruebas (1 por cada panelista).

RECONOCIMIENTO DE SABORES BÁSICOS: DULCE, SALADO, ÁCIDO Y AMARGO

NOMBRE: _____ **FECHA:** _____

RECONOCIMIENTO DE SABORES BÁSICOS: DULCE, SALADO, ÁCIDO Y AMARGO

INDICACIONES: A CONTINUACIÓN, SE LE PRESENTAN 6 MUESTRAS. ESCRIBA EL CÓDIGO DE LAS MUESTRAS QUE SE LE PRESENTAN Y ASIGNELE EL SABOR QUE LE CORRESPONDE (DULCE, SALADO, ÁCIDO O AMARGO)

UTILICE AGUA COMO BORRADOR ENTRE CADA CATA

CÓDIGO

SABOR

MUCHAS GRACIAS

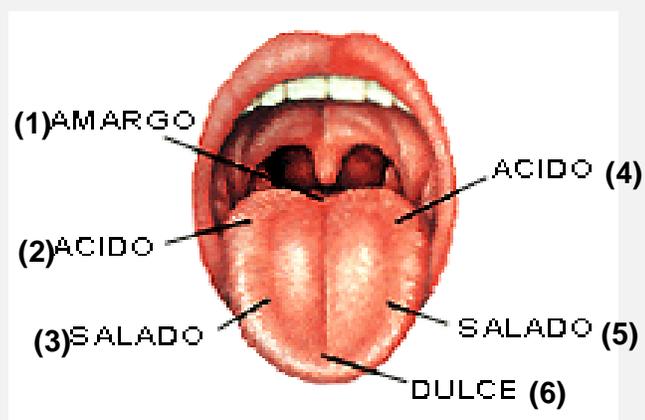
IDENTIFICACIÓN DE SABORES BÁSICOS EN LAS ZONAS SENSIBLES DE LA LENGUA

NOMBRE: _____

FECHA: _____

IDENTIFICACION DE SABORES BÁSICOS EN LAS ZONAS SENSIBLES DE LA LENGUA

INDICACIONES: A CONTINUACIÓN, CON LA AYUDA DE UN GOTERO O PAJILLA, SE DEBE COLOCAR GOTAS SUCESIVAS EN CADA UNA DE LAS ZONAS DE SU PAREJA, SEGÚN LO INDICADO EN LA FIGURA.



ESCRIBA SÍ SI EL SABOR FUE DETECTADO EN LA ZONA, DE LO CONTRARIO, ESCRIBA NO

UTILICE AGUA COMO BORRADOR ENTRE CADA SABOR EVALUADO

CODIGO	ZONAS EVALUADAS DE LA LENGUA					
	1	2	3	4	5	6
Dulce						
Salado						
Amargo						
Acido						

MUCHAS GRACIAS

DETERMINACIÓN DEL UMBRAL DE PERCEPCIÓN DEL SABOR DULCE

NOMBRE: _____ FECHA: _____

PRUEBA DE ORDENAMIENTO DE SABORES POR SU CONCENTRACION

INDICACIONES: LAS MUESTRAS ESTÁN ORDENADAS EN NIVEL DESCENDETE DE CONCENTRACIÓN DE AZÚCAR. A CONTINUACIÓN, ESCRIBA EL CÓDIGO DE LA MUESTRA A LA CUAL LE DETECTA AZÚCAR EN MENOR CONCENTRACIÓN

UTILICE AGUA COMO BORRADOR ENTRE CADA CATA

CÓDIGO _____

MUCHAS GRACIAS

PRUEBA DE ORDENAMIENTO DE SABORES POR SU CONCENTRACIÓN

NOMBRE: _____ FECHA: _____

PRUEBA DE ORDENAMIENTO DE SABORES POR SU CONCENTRACION

INDICACIONES: ORDENE LAS MUESTRAS EN ORDEN ASCENDENTE (DE MENOR A MAYOR) DE CONCENTRACIÓN

UTILICE AGUA COMO BORRADOR ENTRE CADA CATA

1. CÓDIGO _____
2. CÓDIGO _____
3. CÓDIGO _____
4. CÓDIGO _____
5. CÓDIGO _____

MUCHAS GRACIAS

ANEXO A.9 Práctica 9: Análisis sensorial: prueba triangular (de 3 muestras de alimentos cual es la diferente). (ISO (International Organization for Standardization) 13299, 2016)

PRACTICA 9: ANÁLISIS SENSORIAL: PRUEBA TRIANGULAR

INTRODUCCIÓN

Este es uno de los métodos más utilizados por paneles de catadores. Permite seleccionar jueces y también medir propiedades sensoriales de los alimentos, diferencias en la materia prima, y en general es muy útil para determinar pequeñas diferencias. Al degustador se le presentan tres muestras simultáneamente: dos de ellas son iguales y una diferente. Se le pide señalar la diferente. A veces se pide además comentar acerca de la naturaleza de la diferencia.

Se debe usar cuando un investigador desea determinar si dos muestras son perceptiblemente diferentes. Es posible que dos muestras tengan formulaciones químicamente diferentes, pero la percepción sensorial de las personas sea incapaz de percibir la diferencia.

El desarrollo de productos se basa en esta posibilidad, al reformular los ingredientes de los alimentos, procurando que el consumidor no detecte diferencia alguna. Por otro lado, cuando se busca reformular para crear un producto nuevo o mejorado, es deseable que el consumidor detecte diferencia entre el producto nuevo y el ya existente. Las pruebas discriminativas son ampliamente utilizadas en la academia y en la industria, en los procedimientos de control de calidad, en el estudio del impacto por cambios en la formulación o el proceso, así como en la habilidad de los consumidores para discriminar entre dos productos similares.

OBJETIVOS

Aprender a llevar a cabo la prueba triangular de análisis sensorial en alimentos líquidos.

MATERIALES

a. Producto MARCA A

b. Producto MARCA B

- c. Tirro
- d. Plumón rotulador
- e. Vasos
- f. Probeta de 15 mL

METODOLOGÍA

Se requieren 2 productos similares, de diferente marca, o bien, misma marca, pero diferente formulación (ejemplo coca cola- Pepsi, chocolatina- choco panda, coca cola- coca cola light, entre otros).

Para cada prueba el líder del panel debe entregar muestras codificadas a cada panelista. El líder debe tener registrado el código que le corresponde a cada muestra, para el posterior análisis de resultados. Los códigos deben tener tres dígitos elegidos al azar, con el objetivo de no proporcionar al panelista información de la muestra.

Si la bebida se consume fría, la temperatura de la muestra debe ser de 4 – 10°C.

Si la bebida se consume caliente, la temperatura de cata debe ser de 60 – 66°C.

Procedimiento:

- a. Se necesitan 2 muestras de MARCA A de 15 mL por cada panelista.
- b. Se necesita 1 muestra de MARCA B de 15 mL por cada panelista.
- c. Se les pide a los panelistas que pruebe las muestras y anote la que percibe diferente de las demás.
- d. Los panelistas deben enjuagarse después de probar cada muestra, con un borrador. (Investigar qué tipo de borrador se necesita para la muestra a analizar).

FICHAS DE EVALUACIÓN

PRUEBA TRIANGULAR

NOMBRE: _____ FECHA: _____

PRUEBA TRIANGULAR

INDICACIONES: ESCRIBA EL CÓDIGO DE LAS MUESTRAS QUE SE LE PRESENTARON Y LUEGO, MARQUE CON UNA "X" LA MUESTRA QUE ES DIFERENTE A LAS OTRAS DOS.

UTILICE AGUA COMO BORRADOR ENTRE CADA CATA

CÓDIGO N° _____ CÓDIGO N° _____ CÓDIGO N° _____

RESPUESTA:

MUCHAS GRACIAS

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Tabule los resultados.

Determine el número y porcentaje de panelistas que acertaron.

CUESTIONARIO

- ¿Cuál es la finalidad de la prueba triangular?
- Determine el número de panelistas que se necesitarían para esta prueba con la siguiente ecuación:

$$N = \left[\frac{Z_{\alpha} \sqrt{pq} + Z_{\beta} \sqrt{p_a q_a}}{p - p_a} \right]$$

Nota: utilizar los valores:

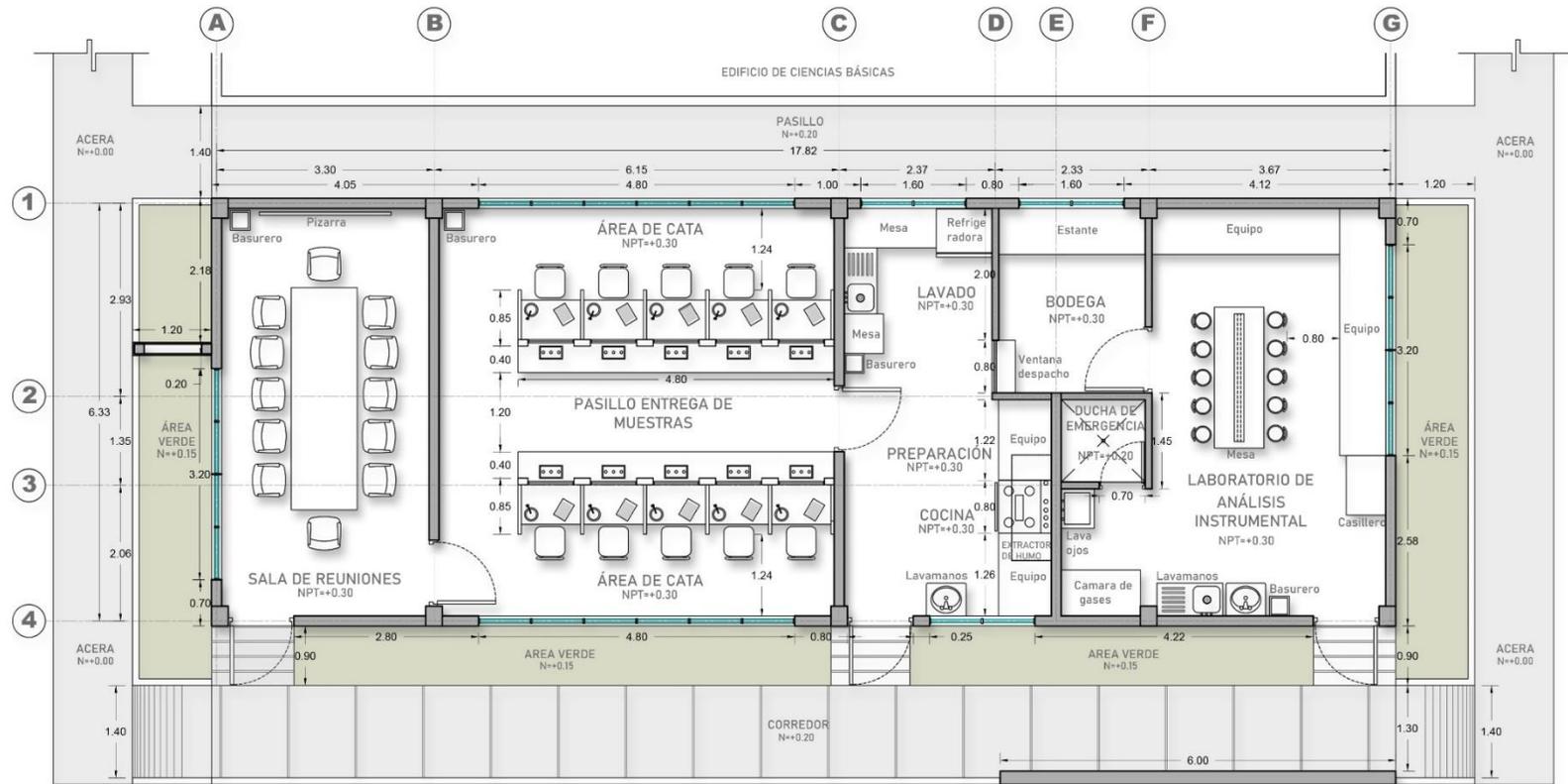
$Z_{\alpha} = 1.65$ (5%, una cola)

$Z_{\beta} = 1.65$ (5%, una cola)

- c. Determinar mediante el modelo de distribución binomial, el número de panelistas que se necesita que identifiquen correctamente el producto diferente, usar una prueba de una cola, con un nivel de significancia del 5% ($p=0.05$)
- d. Utilizando el método de distribución normal y el método de Chi cuadrada ajustada, determinar si los panelistas logran o no discriminar entre las muestras.
- e. Analizar resultados mediante el software XLSTAT y comparar

ANEXO B: PLANOS ARQUITECTÓNICOS

ANEXO B.1: PLANTA ARQUITECTÓNICA LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL DE ALIMENTOS



PLANTA ARQUITECTÓNICA LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL DE ALIMENTOS.
ESC. 1:100



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS

NOMBRE DEL PROYECTO:
DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN
EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.

PROPIETARIO:
UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.

DOCENTE ASESOR:
LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.

PRESENTAN:
BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ.
CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA.
VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.

DISEÑO Y DIBUJO:
ARQ. ADOLFO PEÑA.

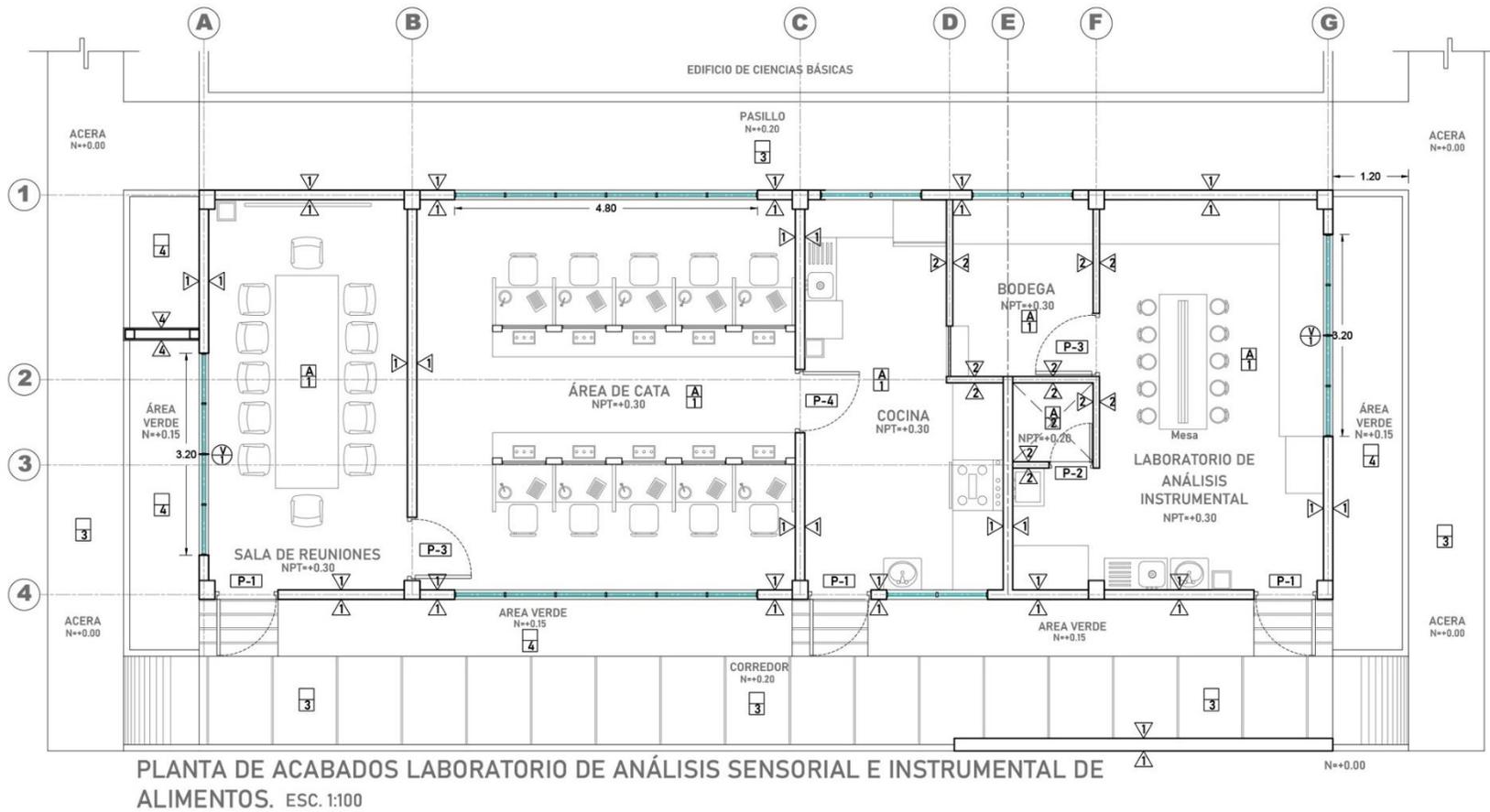
ESCALA:
INDICADAS.

CONTENIDO:
PLANTA ARQUITECTÓNICA

NÚMERO DE HOJA:

01

ANEXO B.2: PLANTA DE ACABADOS LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL DE ALIMENTOS



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
 FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
 ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS

NOMBRE DEL PROYECTO:
 DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN
 EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.

PROPIETARIO:
 UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.

DOCENTE ASESOR:
 LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.

PRESENTAN:
 BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ.
 CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA.
 VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.

DISEÑO Y DIBUJO:
 ARQ. ADOLFO PEÑA.

ESCALA:
 INDICADAS.

CONTENIDO:
 PLANTA DE ACABADOS

NÚMERO DE HOJA:

02

ANEXO B.3: DESCRIPCIÓN DE ACABADOS EN PAREDES, CIELOS Y PISOS

ACABADO EN PAREDES	
SIMBOLO	DESCRIPCIÓN
1	BLOQUE DE CONCRETO DE 15X20X40 CM, ALTURA HASTA NIVEL INFERIOR DE VIGA, REPELLADO, AFINADO Y PINTADO LATEX COLOR BLANCO DE LA MEJOR CALIDAD EN AMBAS CARAS, CURVAS SANITARIAS DE ESQUINAS DE PARED.
2	BLOQUE DE CONCRETO DE 10X20X40 CM, ALTURA HASTA NIVEL INFERIOR DE VIGA, REPELLADO, AFINADO Y PINTADO LATEX COLOR BLANCO DE LA MEJOR CALIDAD EN AMBAS CARAS, CURVAS SANITARIAS DE ESQUINAS DE PARED.
3	BLOQUE DE CONCRETO DE 20X20X40 CM, ALTURA HASTA NIVEL INFERIOR DE VIGA, REPELLADO CON CAPA DE 2.5CM Y ACABADO FINAL TIPO CHISPA LAVADA.
4	ELEMENTO ESTRUCTURAL DE TUBO ESTRUCTURAL CUADRADO DE 6" FORRADO CON DENGLASS PINTADO EN COLOR NEGRO.

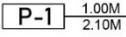
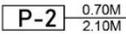
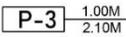
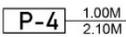
CIELOS	
SIMBOLO	DESCRIPCIÓN
A	TECHO CON ACABADO TIPO LOSA, REPELLADO, AFINADO Y PINTADO EN COLOR BLANCO CON PINTURA DE ACEITE.
B	TECHO DE LAMINA DE ALUMINIO Y ZINC CAL. 24 CON ESTRUCTURA DE POLINES TIPO C DE 4", CON ACABADO DE DENGLASS EN LA PARTE INFERIOR Y ESTRUCTURA DE ESCALERA PARA CONFORMACIÓN DE FASCIA

ACABADO EN PISOS	
SIMBOLO	DESCRIPCIÓN
1	PISO PORCELANATO DE 60X60cm. DE ALTO TRÁFICO, INSTALADO SOBRE PISO DE CEMENTO EXISTENTE O SOBRE PISO DE CONCRETO NIVELADO. CURVA PVC DE 100MM DE ALTURA DE PARED/PISO, (RODAPIE).
2	PISO CERÁMICO ANTIDESLIZANTE DE 33x33cm. DE ALTO TRAFICO, INSTALADO SOBRE PISO DE CONCRETO NIVELADO. ZÓCALO CURVA SANITARIA.
3	CONCRETO TIPO ACERA ESPESOR 7cm
4	PISO TIPO GRAMA

 <p>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS</p>	<p>NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.</p>	<p>DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.</p>	<p>DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA.</p>	<p>NÚMERO DE HOJA: 03</p>
	<p>PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.</p>	<p>PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ. CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA. VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.</p>	<p>ESCALA: INDICADAS.</p>	

ANEXO B.4: DESCRIPCIÓN DE VENTANAS Y PUERTAS

CUADRO DE VENTANAS					
SÍMBOLO	ANCHO	ALTO	REPISA	CUERPO	DESCRIPCIÓN
	3.20	1.20	0.90	2	VENTANA CORREDIZA EUROPEA, PERFILES CON REFUERZO INTERNO DE ALUMINIO, PERFILES DE PVC CON UN PERALTE DE 3" EN TODO SU PERÍMETRO, ACABADO BLANCO.
	4.80	1.00	2.10	6	
	1.60	1.00	2.10	2	
	1.60	1.20	0.90	2	VENTANA OSCIOBATIENTE FABRICADA CON PERFILES DE ALEACIÓN ARQUITECTÓNICA DE ALUMINIO 6063-T5; ACCESORIOS EUROPEOS DE PRIMERA CALIDAD, ACABADO COLOR BLANCO, ANODIZADO HARD COAT.
	1.60	1.00	2.10	2	
	1.60	1.00	2.10	2	VENTANA GUILLOTINA PVC, PERFILES CON REFUERZO INTERNO DE ALUMINIO ACABADO BLANCO, PERFILES DE PVC CON UN PERALTE DE 3".
DEFENSA METÁLICA EN ROSTRO EXTERNO DE PARED EN VENTANAS V1, V2, V3, V4, V5, DE HIERRO CUADRADO DE 1/2", CON DOS MANOS DE ANTICORROSIVO Y DOS MANOS FINALES DE ESMALTE COLOR BLANCO.					

CUADRO DE PUERTAS	
SÍMBOLO	DESCRIPCIÓN
	PUERTA METÁLICA CON MARCO DE TUBO ESTRUCTURAL CUADRADO DE 1"x1" Y DOBLE FORRO DE LÁMINA DE 1/8", CONTRAMARCO DE ANGULAR DE 1 1/2"x1 1/2". ACABADO DOS MANOS DE ANTICORROSIVO Y DOS MANOS FINALES DE ESMALTE COLOR AZUL.
	
	PUERTA DE DOBLE FORRO DE PLYWOOD, CON INTERIOR DE RIOSTRA DE CEDRO, MOCHETAS DE CEDRO, Y CON ACABADO DE TINTE SELLADOR Y LACA COLOR BLANCO.
	PUERTA METÁLICA INYECTADA CON POLIURETANO CON VIDRIO Y CONFORT TÉRMICO, ACÚSTICO Y DE SEGURIDAD; MOCHETAS DE CEDRO METÁLICA.



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS

NOMBRE DEL PROYECTO:
DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN
EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.

PROPIETARIO:
UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.

DOCENTE ASESOR:
LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUIZ.

PRESENTAN:
BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ.
CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA.
VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.

DISEÑO Y DIBUJO:
ARQ. ADOLFO PEÑA.

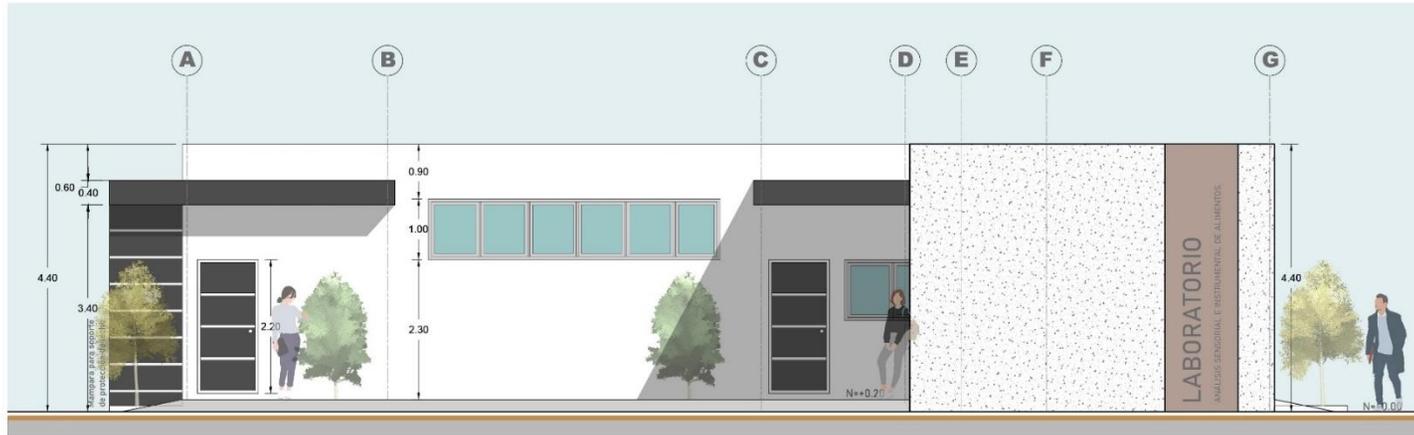
ESCALA:
INDICADAS.

CONTENIDO:
CUADRO DE ACABADOS

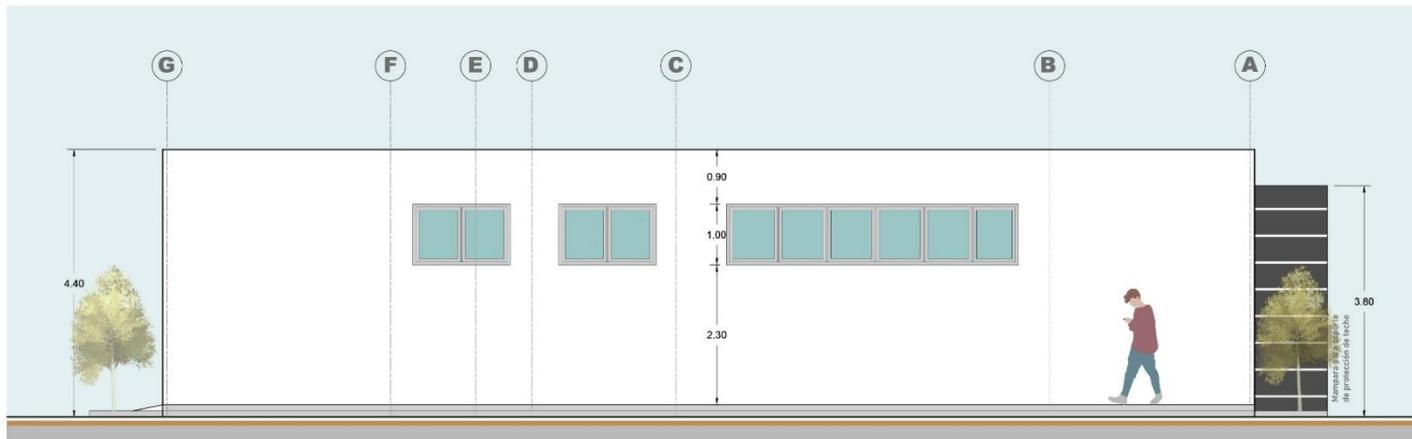
NÚMERO DE HOJA:

04

ANEXO B.5: FACHADA FRONTAL Y POSTERIOR LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL



FACHADA FRONTAL LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL.
ESC. 1:100



FACHADA POSTERIOR LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL.
ESC. 1:100

 <p>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS</p>	<p>NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.</p>	<p>DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.</p>	<p>DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA.</p>	<p>NÚMERO DE HOJA: 05</p>
	<p>PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.</p>	<p>PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ. CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA. VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.</p>	<p>ESCALA: INDICADAS.</p>	<p>CONTENIDO: ELEVACIONES</p>

ANEXO B.6: FACHADAS LATERALES LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL

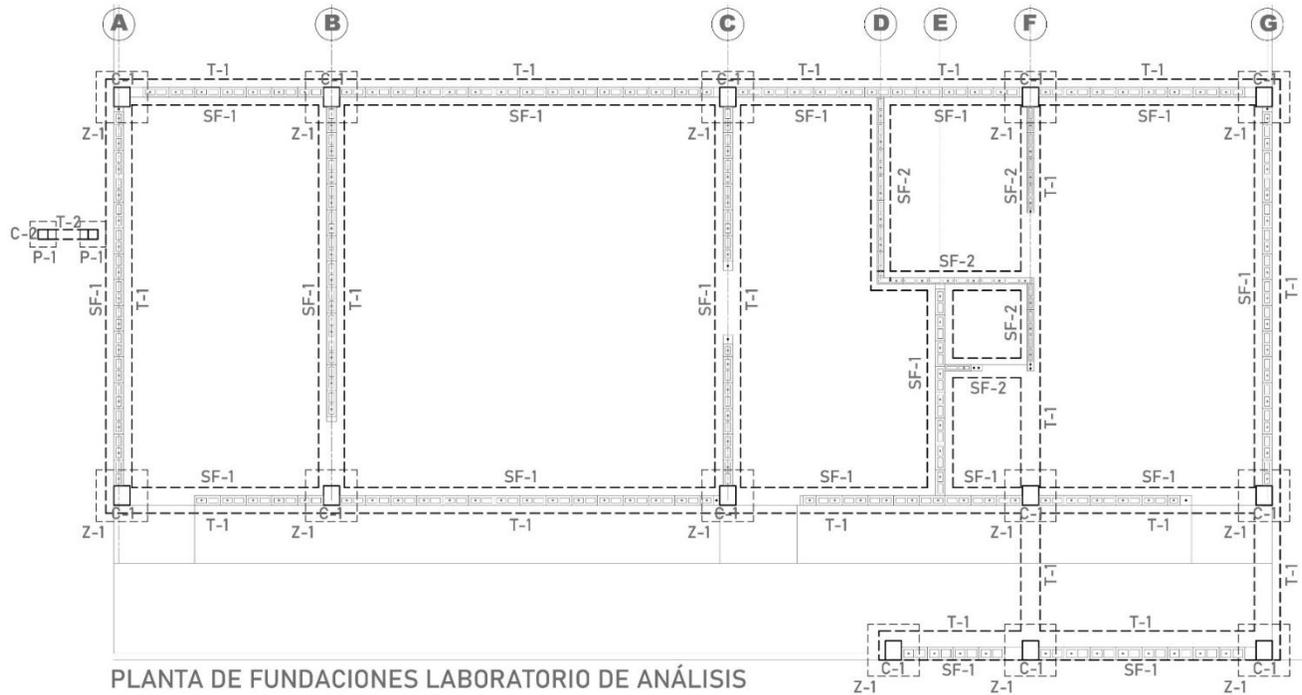


FACHADA LATERAL 1
LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL.
ESC. 1:100

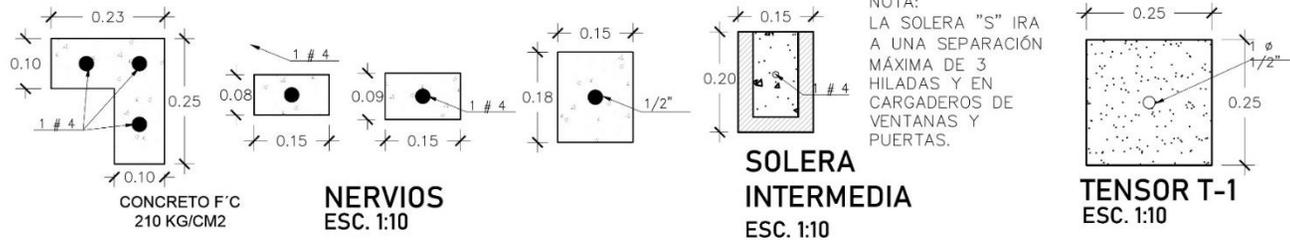
FACHADA LATERAL 2
LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL.
ESC. 1:100

 <p>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS</p>	<p>NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.</p>	<p>DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUIZ.</p>	<p>DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA.</p>	<p>NÚMERO DE HOJA: 06</p>
	<p>PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.</p>	<p>PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ. CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA. VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.</p>	<p>ESCALA: INDICADAS.</p>	<p>CONTENIDO: ELEVACIONES</p>

ANEXO B.7: PLANTA DE FUNDACIONES LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL

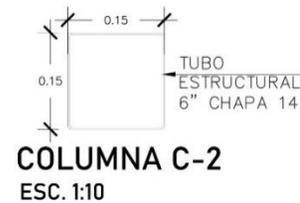
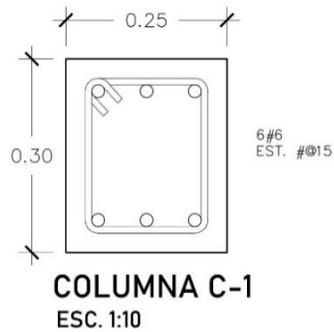
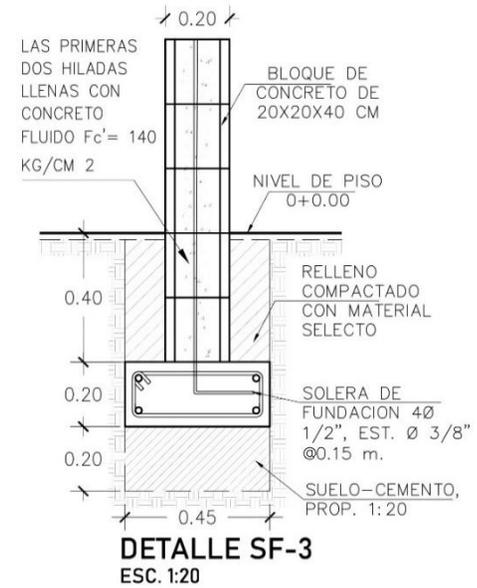
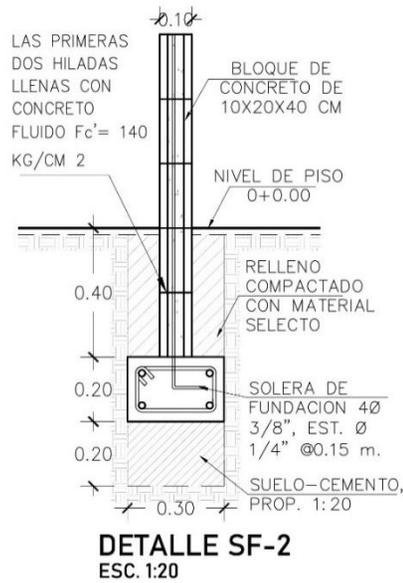
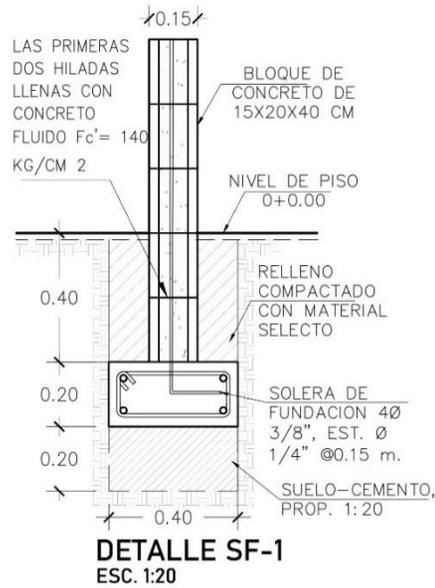


PLANTA DE FUNDACIONES LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL. ESC. 1:100



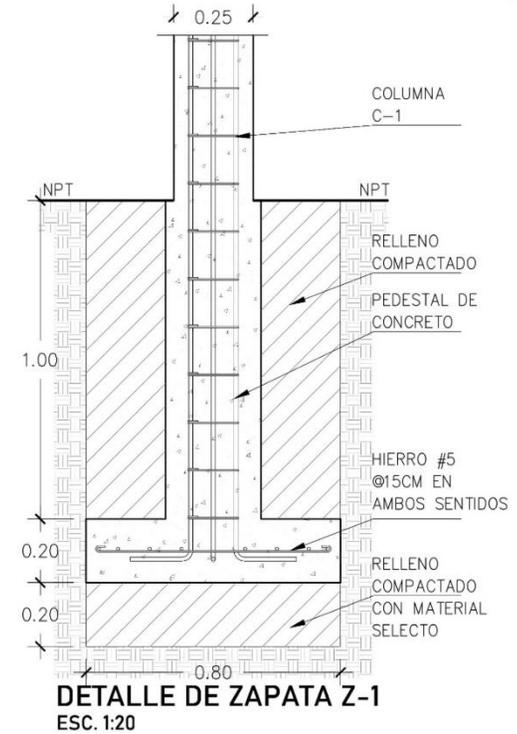
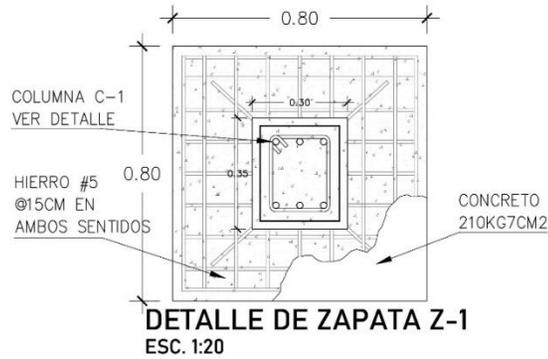
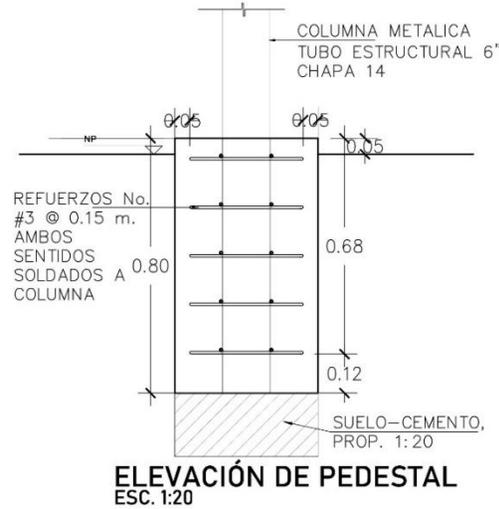
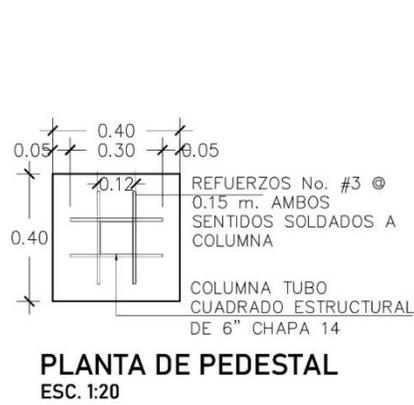
 <p>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS</p>	<p>NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.</p>	<p>DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.</p>	<p>DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA.</p>	<p>NÚMERO DE HOJA: 07</p>
	<p>PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.</p>	<p>PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ. CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA. VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.</p>	<p>ESCALA: INDICADAS.</p>	<p>CONTENIDO: PLANTA DE FUNDACIONES</p>

ANEXO B.8: DETALLE DE FUNDACIONES LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL



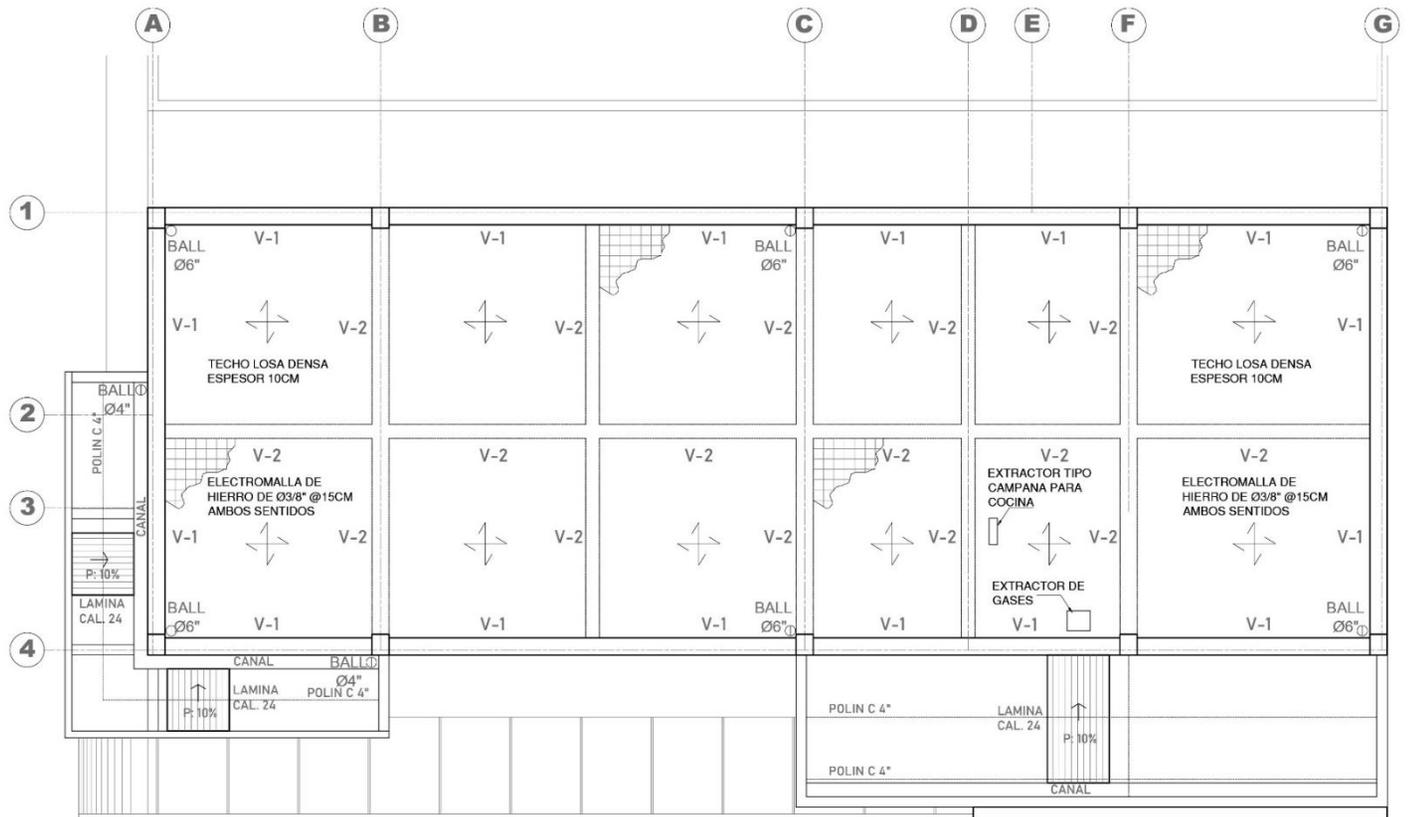
 <p> UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS </p>	<p> NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS. </p>	<p> DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUIZ. </p>	<p> DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA. </p>	<p> NÚMERO DE HOJA: 08 </p>
	<p> PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR. </p>	<p> PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ. CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA. VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA. </p>	<p> ESCALA: INDICADAS. </p>	<p> CONTENIDO: DETALLES DE FUNDACIONES </p>

ANEXO B.9: PLANTA DE FUNDACIONES LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL



 <p>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS</p>	<p>NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.</p>	<p>DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUIZ.</p>	<p>DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA.</p>	<p>NÚMERO DE HOJA: 09</p>
	<p>PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.</p>	<p>PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ. CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA. VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.</p>	<p>ESCALA: INDICADAS.</p>	<p>CONTENIDO: PLANTA DE FUNDACIONES</p>

ANEXO B.10: PLANTA DE TECHO LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL

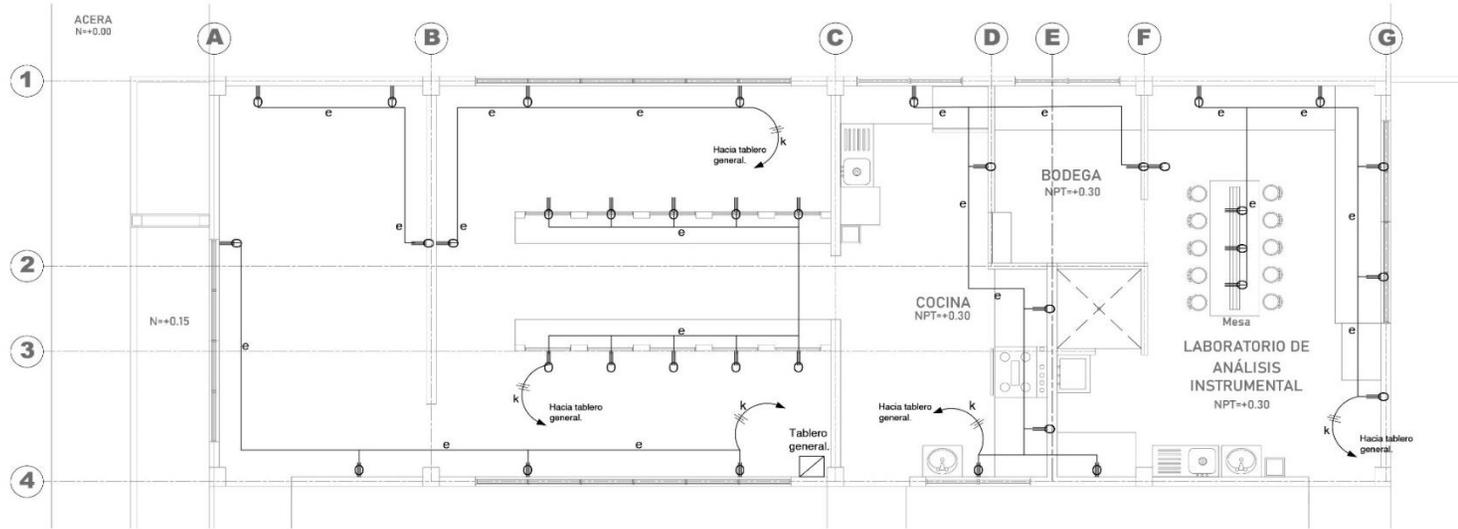


PLANTA DE TECHO LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL.
 ESC. 1:100

N++0.00

 <p>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS</p>	<p>NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.</p>	<p>DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.</p>	<p>DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA.</p>	<p>NÚMERO DE HOJA: 10</p>
	<p>PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.</p>	<p>PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ. CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA. VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.</p>	<p>ESCALA: INDICADAS.</p>	

ANEXO B.11: PLANTA DE SISTEMA TOMAS CORRIENTE LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL



PLANTA DE TOMAS CORRIENTE, LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL. ESC. 1:75

CUADRO DE SIMBOLOGIA DE CONDUCTORES	
CLAVE	DESCRIPCIÓN
e	2-THRN N° 12 + 1-THRN N° 14-Ø 3/4"
k	2-THRN N° 10 + 1-THRN N° 12-Ø 3/4"
a	2-THRN N° 14 - 1/2"
h	1 THRN N° 12 + 3 THRN N° 14 Ø 3/4"
NOTA QUELQUA NEURU FARE EL COCRO DE COCURE PPARA LAS CHAJERTAS DE LOS CONDUCTORES TUNE (PAR AL NEURU) PARU N° 10, PARU N° 12, PARU N° 14, PARU N° 16, PARU N° 18, PARU N° 20, PARU N° 24, PARU N° 28, PARU N° 32, PARU N° 36, PARU N° 40, PARU N° 44, PARU N° 48, PARU N° 52, PARU N° 56, PARU N° 60, PARU N° 64, PARU N° 68, PARU N° 72, PARU N° 76, PARU N° 80, PARU N° 84, PARU N° 88, PARU N° 92, PARU N° 96, PARU N° 100.	

CUADRO DE SIMBOLOGIA DE ELÉCTRICA		
CLAVE	DESCRIPCIÓN	ALTURA DE INSTALACIÓN METROS
	TABLERO ELÉCTRICO, MONOFÁSICO, 120/240 VOLTIOS, GABINETE NEMA 1, MONTAJE EMPOTRADO BARRAS DE 125 A, 16 ESPACIOS, CON MAIN DE 100 AMPS, 4 HILOS, NIS.	1.50
	LUMINARIA DE 3 X18 WATTS ANCLADA EN LOSA CON DIFUSOR CUADRICULADO DE COLOR BLANCO, CON TUBO LED DE 18 WATTS, LUZ DE DÍA.	
	LUMINARIA DE 3 X18 WATTS CON UNIONES SELLADAS CON SOLDADURAS DE GRADO ALIMENTICIO Y EMPAQUE ENTRE MARCO DE DIFUSOR Y CUERPO DE LA LUMINARIA, DE ELASTÓMERO NATURAL EXPANDIDO ANCLADA A LOSA DE TECHO.	
	LUMINARIA DE 8 WATTS TIPO LED DE LUZ BLANCA EN RECEPTACULO FIJO CON ROSCA Y TORNILLO CENTRAL, EN CAJA OCTAGONAL TIPO PESADO, CANALIZADO Y ALAMBRAO	
	INTERRUPTOR, SENCILLO O DOBLE CUERPO ENTERO DE 15 AMPS / 120 VOLTIOS, CON TERMINAL DE LINEA A TIERRA Y PLACA METALICA, EN CAJA RECTANGULAR TIPO PESADA	1.20
	TOMACORRIENTE DOBLE, HEMBRA, CUERPO DE NYLON EXTRA FUERTE, POLARIZADO, 3 HILOS, 20 A, 125 V, CONFIGURACIÓN NEMA 5-20R, PLACA METALICA DE ACERO INOXIDABLE.	0.30
	CANALIZACIÓN	
	AIRE ACONDICIONADO MINI SPLIT	



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
 FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
 ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS

NOMBRE DEL PROYECTO:
 DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.

PROPIETARIO:
 UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.

DOCENTE ASESOR:
 LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.

PRESENTAN:
 BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ.
 CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA.
 VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.

DISEÑO Y DIBUJO:
 ARQ. ADOLFO PEÑA.

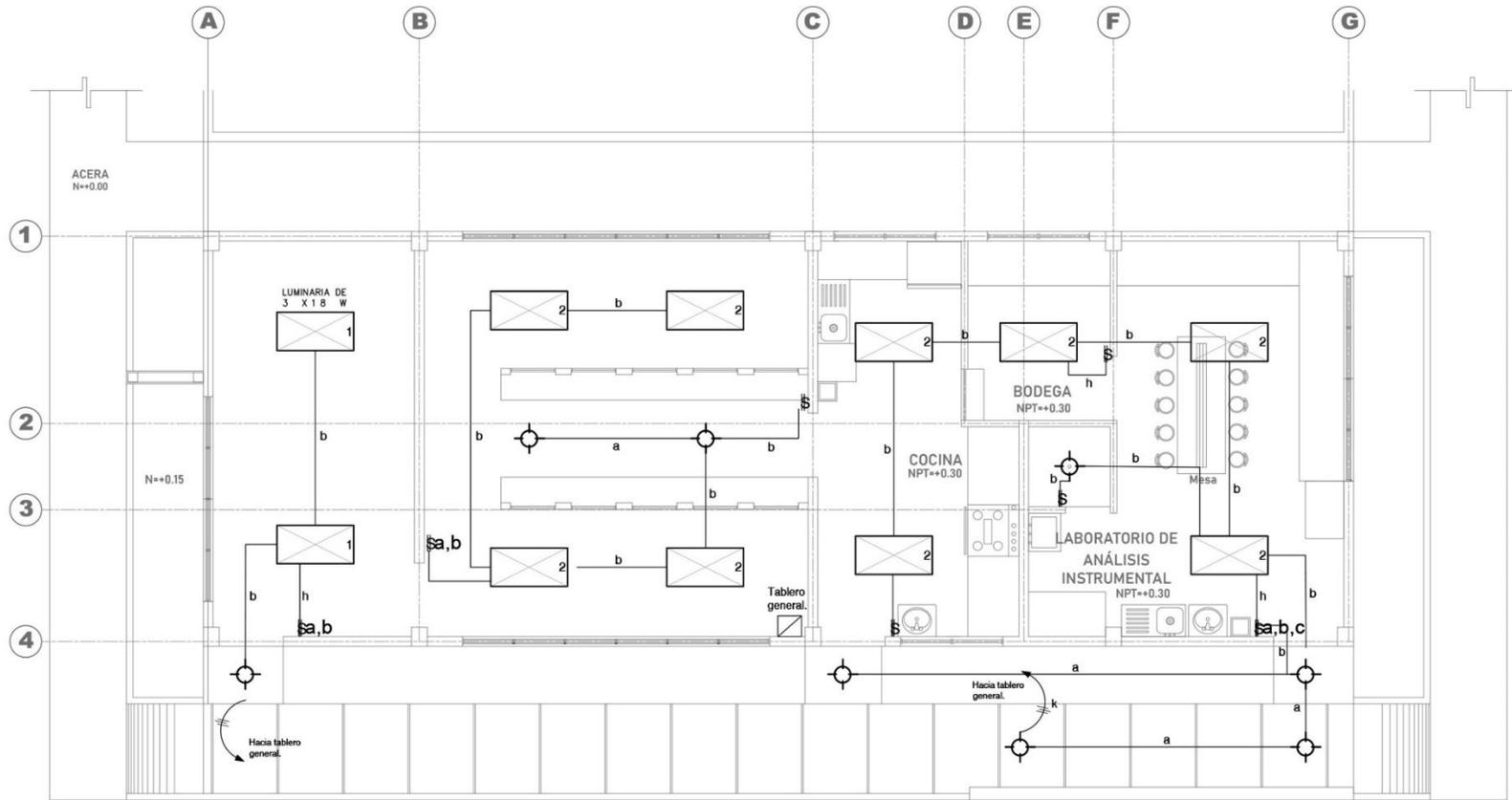
ESCALA:
 INDICADAS.

CONTENIDO:
 PLANTA DE SISTEMA DE TOMAS CORRIENTE

NÚMERO DE HOJA:

11

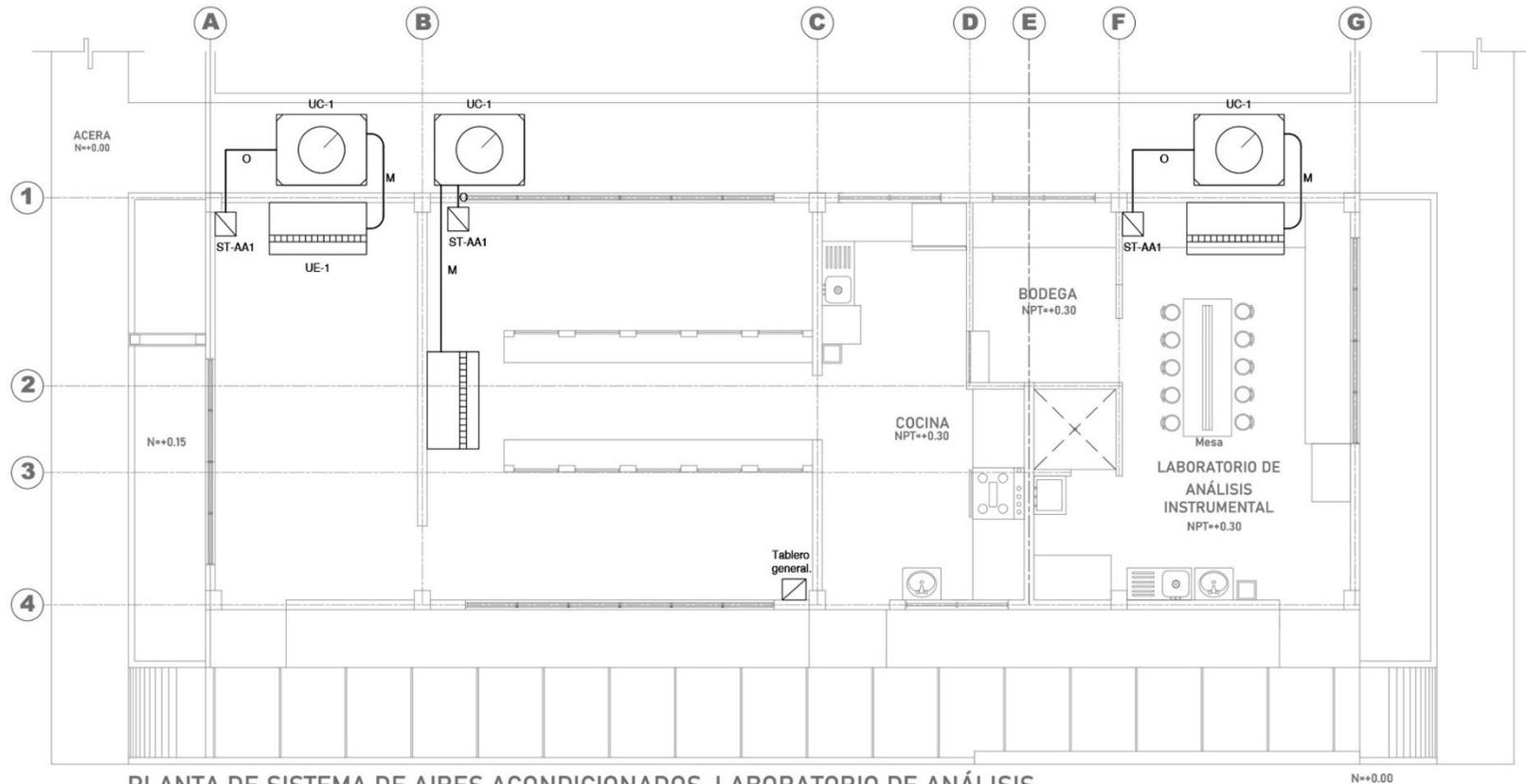
ANEXO B.12: PLANTA DE SISTEMA DE LUMINARIAS LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL



PLANTA DE SISTEMA DE LUMINARIAS, LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL. ESC. 1:100

 <p>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS</p>	<p>NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.</p>	<p>DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.</p>	<p>DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA.</p>	<p>NÚMERO DE HOJA: 12</p>
	<p>PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.</p>	<p>PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ. CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA. VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.</p>	<p>ESCALA: INDICADAS.</p>	

ANEXO B.13: PLANTA DE SISTEMA DE AIRES ACONDICIONADOS LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL



PLANTA DE SISTEMA DE AIRES ACONDICIONADOS, LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL. ESC. 1:100



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
 FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
 ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS

NOMBRE DEL PROYECTO:
 DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN
 EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.

PROPIETARIO:
 UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.

DOCENTE ASESOR:
 LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.

PRESENTAN:
 BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ.
 CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA.
 VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.

DISEÑO Y DIBUJO:
 ARQ. ADOLFO PEÑA.

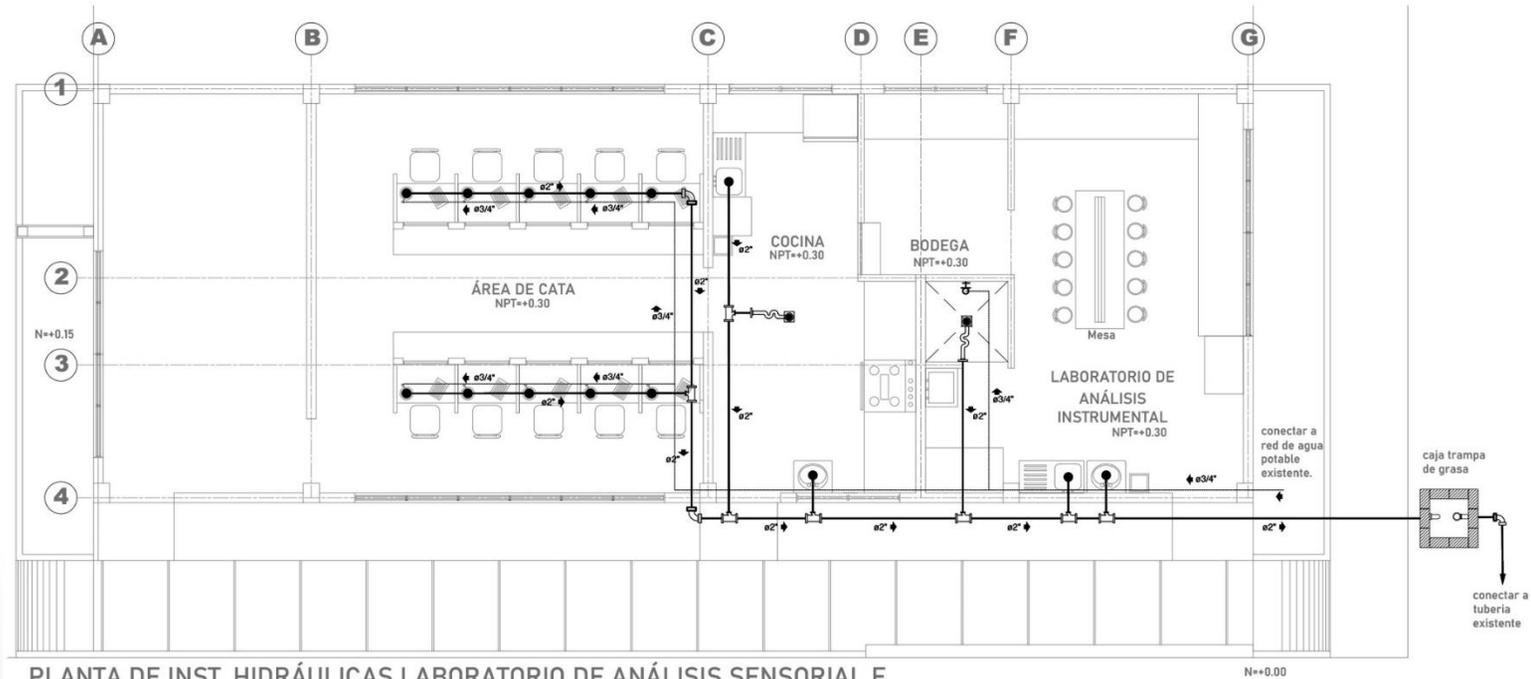
ESCALA:
 INDICADAS.

CONTENIDO:
 PLANTA DE SISTEMA DE AIRES ACONDICIONADOS

NÚMERO DE HOJA:

13

ANEXO B.14: PLANTA DE SISTEMA HIDRAULICO LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL



PLANTA DE INST. HIDRÁULICAS LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL. ESC. 1:100

CUADRO DE SIMBOLOGIA HIDRÁULICA

AGUA POTABLE		AGUAS NEGRAS	
CLAVE	DESCRIPCIÓN	CLAVE	DESCRIPCIÓN
	RED DE AGUA POTABLE (P.V.C.)		RED DE AGUAS NEGRAS (P.C.V.)
	CODO 90° P.V.C.		ABASTO INDIVIDUAL A.P.
	ABASTO INDIVIDUAL A.P.		SIFÓN
			TAPÓN INODORO

<p>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS</p>	<p>NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.</p>	<p>DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUÍZ.</p>	<p>DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA.</p> <p>ESCALA: INDICADAS.</p> <p>CONTENIDO: PLANTA DE SISTEMA HIDRÁULICO</p>	<p>NÚMERO DE HOJA: 14</p>
	<p>PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.</p>	<p>PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ, CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA, VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.</p>		

ANEXO B.15: PLANO DE PERSPECTIVAS LABORATORIO DE ANÁLISIS SENSORIAL E INSTRUMENTAL



 <p>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS</p>	<p>NOMBRE DEL PROYECTO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN EN TÉCNICAS DE ANÁLISIS AVANZADAS DE ALIMENTOS.</p>	<p>DOCENTE ASESOR: LICENCIADA ANA ISABEL PEREIRA DE RUIZ.</p>	<p>DISEÑO Y DIBUJO: ARQ. ADOLFO PEÑA.</p>	<p>NÚMERO DE HOJA: 15</p>
	<p>PROPIETARIO: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.</p>	<p>PRESENTAN: BURGOS LARIOS, ESTEFANY BEATRIZ. CASTROS ZELAYA, MÓNICA ANDREA. VILLEGAS PORTILLO, DANIELA ESPERANZA.</p>	<p>ESCALA: INDICADAS.</p>	<p>CONTENIDO: PERSPECTIVAS</p>

ANEXO C: PERFIL DEL ESTUDIANTE DE LA ASIGNATURA TECNICAS DE ANALISIS DE ALIMENTOS II.

	PERFIL DEL ESTUDIANTE DE LA ASIGNATURA TÉCNICA DE ANALISIS DE ALIMENTOS II	Ciclo:
		Año:
DATOS DE LA ASIGNATURA		
Facultad que imparte la asignatura:	Facultad de Ingeniería y Arquitectura	
Escuela que imparte la asignatura:	Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos	
Carrera:	Ingeniería de Alimentos	
Nombre de la asignatura:	Técnicas de análisis de alimentos II	
OBJETIVO DE LA ASIGNATURA		
Objetivo	Capacitar al estudiante en las diferentes técnicas de análisis que pueden ser aplicados a los alimentos por medio de la investigación practica y teórica.	
HABILIDADES Y APTITUDES A ADQUIRIR		
<ul style="list-style-type: none"> • Capacidad de aplicar conocimientos: por medio de la resolución de problemas y por medio de la defensa de argumentos con criterio. • Capacitar de interpretar datos: capacidad de analizar los resultados para emitir una respuesta critica a un punto científico. • Capacidad de resolución de problemas. • Habilidad de aprendizaje: capacidad de adquirir nuevos conocimientos. • Capacidad de trabajo en equipo: llevar a cabo las actividades grupales en la clase magistral y en el área de laboratorio. • Capacidad de trabajo individual. • Habilidad de comunicación oral y escrita. 		
CONOCIMIENTOS PREVIOS		
<p>Conocimientos previos:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Conocimientos en química general. • Conocimientos generales en química de alimentos. • Conocimientos en bioquímica general. • Conocimientos generales en química orgánica. • Conocimientos generales de biología. <p>Revisión bibliografía previa:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Análisis de alimentos. • Clasificación de los análisis de alimentos. • Características de los diferentes análisis de alimentos. 		

