

Universidad de Chile

Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas

Dpto. de Ciencia de los Alimentos y Tecnología Química

Ingeniería de Productos Lácteos.

## **MANUAL PARA EL CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS LÁCTEOS**

# ÍNDICE

<b>ÍNDICE</b> .....	<b>2</b>
<b>LECHE FLUIDA</b> .....	<b>3</b>
<i>CONTROLES EN PLATAFORMA DE RECEPCIÓN</i> .....	4
<i>CONTROLES EN PLANTA</i> .....	7
<i>ANÁLISIS DE PRODUCTO TERMINADO</i> .....	15
<b>QUESO</b> .....	<b>16</b>
<i>DETERMINACIÓN DE MATERIA GRASA. Método Gerber</i> .....	17
<i>DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE SAL</i> .....	19
<i>DETERMINACIÓN DE HUMEDAD. Materia seca</i> .....	21
<i>DETERMINACIÓN DEL pH</i> .....	22
<b>MANTEQUILLA</b> .....	<b>23</b>
<i>DETERMINACIÓN DEL pH (NCh 1671 Of79)</i> .....	25
<i>DETERMINACIÓN DE DENSIDAD</i> .....	25
<i>DETERMINACIÓN ÍNDICE DE YODO. Método de Wijs</i> .....	26
<b>CREMA</b> .....	<b>28</b>
<i>DETERMINACIÓN DE MATERIA GRASA. Método Gerber con butirómetro de crema</i> .....	28
<i>DETERMINACIÓN DE ACIDEZ TITULABLE. (B.S. 1741:1963)</i> .....	30
<i>DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES. (A.O.A.C.:1955)</i> .....	31
<b>YOGUR</b> .....	<b>32</b>
<i>DETERMINACIÓN DE MATERIA SECA. Método Gravimétrico</i> .....	33
<i>DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE GRASA. Método Ácido-butirométrico</i> .....	34
<i>DETERMINACIÓN DE ACIDEZ</i> .....	36
<i>RECUENTO DE MICROORGANISMOS</i> .....	36
<b>HELADO</b> .....	<b>37</b>
<i>DETERMINACIÓN DE MATERIA GRASA. Método Mojonnier</i> .....	38
<i>DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES (B. S. 2472:1966)</i> .....	39
<i>CONTROL Y CÁLCULO DEL % DE OVERRUN</i> .....	40
<b>ANEXOS</b> .....	<b>42</b>

## **LECHE FLUIDA**

El material de muestreo que se utiliza es un agitador para mezclar líquidos en estanque, deben asegurar una buena agitación. Además, se utiliza un muestreador de leche para coleccionar la muestra, el cual debe ser esterilizado si se busca realizar estudios microbiológicos.

En cuanto a la técnica de muestreo se mezclan cuidadosamente los líquidos, por ejemplo, vertiéndolos de un recipiente a otro, por émbolo o por agitación mecánica. Es importante que la agitación sea prolongada al ser recipientes grandes.

En el caso de la crema, se mezcla con el agitador varias veces de manera de asegurar su eficiencia, extrayendo el agitador sumergido con especial cuidado de formación de espuma o batido.

Tomar mezcla inmediatamente después de mezclar con un muestreador. Si al obtener una mezcla perfecta presenta dificultades, tomar las muestras en diferentes lugares del recipiente hasta un total de al menos 200 ml.

En el caso de que se recepcionaran leches ya tratadas para la elaboración de otros productos, es necesario realizar la determinación de actividad de fosfatasa alcalina, ensayo que debe ser negativo y el cual se desarrollará próximamente. Y, además, también se realizará un ensayo de peroxidasa, el cual permite ver la eficacia de la pasteurización por altas temperaturas y cortos periodos de tiempo.

Se desarrollarán los procedimientos de control de calidad de leche fluida en cuanto a los controles que se realizan en Plataforma de Recepción y en Planta.

## CONTROLES EN PLATAFORMA DE RECEPCIÓN

### *Pruebas organolépticas*

Es importante a la hora del control en plataforma de recepción, el rápido conocimiento de características fundamentales que debe cumplir la leche cruda, que, como se dijo antes, corresponde a:

Según el Reglamento Sanitario de los Alimentos en su Artículo 203, se hace referencia a las características que tiene que tener la leche, siendo estas las siguientes:

- a. Caracteres organolépticos normales
- b. Exenta de materias extrañas
- c. Exenta de sangre y pus

Características que se pueden apreciar mediante los sentidos y el análisis organoléptico de la leche que ingresa a la planta de producción.

### *Prueba de alcohol*

Este test se basa en la coagulación de la leche por el alcohol, lo que se aprovecha para determinar si esta está en condiciones de concentrarse o esterilizarse por calor.

Investigaciones demuestran que la prueba de alcohol es muy superior a la de la acidez titulable, en relación a predecir la coagulación de la leche por calor.

### **Metodología**

1. Mezclar en un tubo de ensayo 2 ml de leche fluida y 2 ml de alcohol etílico al 68% (v/v), volteando el tubo dos o tres veces.
2. Examinar la mezcla.
3. Interpretar.

La prueba es positiva si se observan partículas de cuajada (coaguladas) en la pared del tubo de ensayo. Esta leche no podrá ser esterilizada.

### *Prueba de fosfatasa alcalina.*

La fosfatasa alcalina es una enzima presente en la leche cruda y progresivamente inactivada por calentamiento a temperaturas superiores a 60°C. Las temperaturas normales de pasteurización baja y alta de la leche la inactivan. Sin embargo, la pasteurización a corto tiempo y alta temperatura no.

### **Materiales**

- *Tubos de ensayo de 10 ml, gradilla y tapones.*
- *Pipetas de graduadas.*
- *Baño maría a 37°C.*
- *Kit de determinación de Fosfatasa alcalina en leche LACTOGNOST*

### **Metodología**

1. Hervir 5 ml de leche cruda para preparar un control.
2. Poner en dos tubos de ensayo P (muestra problema) y C (control) 10 ml de agua destilada y adicionar a cada uno de ellos una tableta de Lactognost I y II. Antes de adicionar las tabletas es conveniente machacarlas en un mortero ya que es difícil disolverlas en el agua. Tras adicionar las tabletas remover con una varilla de vidrio para facilitar la disolución.
3. Pipetear 1 ml de leche en cada uno de los tubos según corresponda el tipo de muestra e introducir en el baño o estufa a 37°C durante 1 hora.
4. Posteriormente añadir a cada tubo una cucharadita del reactivo Lactognost III y homogeneizar.
5. Leer el color a los 10 minutos. La existencia de color azul indicará presencia de actividad de la fosfatasa alcalina.

## *Prueba de la Enzima Peroxidasa*

La actividad de la enzima peroxidasa en la leche se utiliza para el control de la pasteurización. Cuando el método de pasteurización aplicado a la leche es de mayor temperatura (pasteurización alta, HTST) se destruye la enzima, no apareciendo color en los 30 segundos siguientes al desarrollo de la reacción. (Gutiérrez, 2008)

El método es cualitativo y se basa en poner en evidencia la presencia de la enzima mediante el desarrollo de una reacción colorimétrica.

### **Materiales**

- *Tubos de ensayo.*
- *Pipetas de 5 y 2 ml.*
- *Solución de 1,4 fenilendiamina:* disolver 2 g de fenilendiamina ( $C_6H_8N_2$ ) en agua caliente a  $50^{\circ}C$  y diluir hasta 100 ml Conservar la solución en un frasco de color marrón oscuro con tapón de vidrio y almacenar en un lugar fresco y al abrigo de la luz. Unos o dos días después de la preparación, la solución de 1,4 difenilamina forma sedimento, por lo que es necesario desecharla.
- *Solución de peróxido de hidrógeno:* diluir 9 ml de peróxido de hidrógeno al 30% en agua hasta 100 ml Añadir 1 ml de ácido sulfúrico concentrado por litro de solución, como estabilizador. Esta solución permanece estable durante un mes si se conserva en un lugar fresco y al abrigo de la luz, en un frasco con tapón de vidrio que impida el contacto con compuestos orgánicos.

### **Metodología**

1. Introducir 5 ml de leche en un tubo de ensayo.
2. Añadir 5 ml de la solución de 1,4 fenilendiamina.
3. Añadir dos gotas de la solución de peróxido de hidrógeno.
4. Observar la coloración dentro de los 30 segundos siguientes.

Si aparece color azul en los 30 segundos siguientes a la mezcla de los reactivos, la reacción es positiva existiendo actividad peroxidasa en la leche ensayada.

Si no aparece color la reacción es negativa, lo que nos indicaría que la peroxidasa ha sido inactivada por el calentamiento.

Si el color azul aparece más de 30 segundos después de la adición de los reactivos a la leche, la reacción no es específica.

## **CONTROLES EN PLANTA**

### *Determinación de la Densidad (Nch1672:1979)*

Esta norma establece el método de referencia para determinar la densidad de la leche mediante el método del lactodensímetro (densímetro apropiado para leche), la cual se aplica a leche cruda, leche pasteurizada, tratada por UHT y esterilizada.

### **Materiales a utilizar**

- *Lactodensímetro:* Se utiliza un lactodensímetro con vástago graduado entre 1,015 y 1,040 a 20°C que permita una aproximación de 0,0002 unidades. También pueden usarse lactodensímetros con otros intervalos apropiados a la densidad de la leche; además de otros graduados a 15°C, haciéndose la medición a esa temperatura junto con la conversión adecuada a 20°C. Este aparato debe estar certificado o calibrado por laboratorios oficiales.
- *Termómetro en décimas de grado*
- *Probeta de 250 mL o más:* que logre el movimiento del densímetro de forma libre.

## Metodología

1. Entibiar la leche en la botella para muestra, en un baño de agua, hasta alcanzar entre 40 y 45°C y mantenerla por 5 minutos. Mezclar suavemente, evitando formación de espuma. Enfriar hasta que la muestra alcance 20 +/- 1°C y reposar.
2. Invertir la botella dos a tres veces y vaciar la muestra en la probeta, inclinándola para evitar la formación de espuma, debiendo llenarse hasta un nivel que permita el derrame de cierta cantidad de leche al introducir el densímetro.
3. Introducir el lactodensímetro sujetándolo por la parte superior del vástago, evitando mojar el vástago más arriba de su posición de equilibrio.
4. Una vez que esté en reposo, registrar la lectura del lactodensímetro, considerada en la parte superior del menisco, efectuando la observación con el ojo al mismo nivel. Comprobar la temperatura a la cual se ha efectuado la medición, al 0,5°C.
5. Levantar el lactodensímetro alrededor de 3 mm, esperar a que vuelva a su estado de equilibrio y repetir la lectura.
6. Expresar la densidad en g/mL a 20°C.

## Corrección de temperatura

Si la medición se ha efectuado a una temperatura diferente de 20°C, corregir el valor obtenido mediante la expresión:

$$\rho_{20^{\circ}\text{C}} = \rho_T + 0,0002(T - 20)$$

$\rho_{20^{\circ}\text{C}}$ : densidad a 20°C (g/ml)

$\rho_T$ : densidad a temperatura del ensayo (g/ml)

T: temperatura del ensayo (°C)

La diferencia entre los resultados de 2 determinaciones sucesivas o simultáneas por el mismo analista sobre misma muestra no debe exceder de  $0,2 \times 10^{-3}$  g/mL.

### *Porcentaje de Sólidos Totales por Método Gravimétrico.*

Este porcentaje se determina por un proceso de desecación, proceso demoroso y por lo cual se realiza una determinación por cálculo. Este ensayo se realiza con el propósito de cumplir con reglamentos oficiales y debido a la facilidad de adición de agua a la leche y a productos lácteos en general.

Es importante también, que este método es aplicable sólo en leche fluida.

### **Materiales**

- *Balanza analítica*
- *Desecador con buen deshidratante (silicagel con indicador higrométrico)*
- *Estufa que permita temperaturas de  $102 \pm 2^{\circ}\text{C}$*
- *Cápsulas metálicas planas de 2 cm de diámetro.*
- *Baño maría.*

### **Metodología**

1. Calentar la leche a  $35 - 40^{\circ}\text{C}$  mezclando suavemente y luego enfriar a  $20^{\circ}\text{C}$ .
2. Secar la cápsula y la tapa en la estufa a  $102^{\circ}\text{C}$  por 30 mins.
3. Dejar enfriar la cápsula tapada a la temperatura ambiente en un desecador y pesar.
4. Pipetear alrededor de 3 ml de la leche en la cápsula; taparla y pesar
5. Poner la cápsula destapada a baño maría hirviendo dentro de 30 minutos.
6. Sacar la cápsula del baño maría.
7. Cubrir la cápsula con la tapa, ponerla en el desecador y dejar enfriar. Pesar.
8. Colocar por una hora más en la estufa a desecar, dejar enfriar y pesar.
9. Repetir la desecación hasta que la diferencia de peso entre las dos pesadas sucesivas no exceda de 0,5 mg.

Para expresar los resultados, se utiliza el siguiente método de cálculo:

$$\% = \frac{100 \times \text{peso después de desecar}}{\text{Peso antes de desecación}}$$

Además, existe una forma de determinación de sólidos totales teórica que dan solamente valores aproximados ya que este método analizado anteriormente es el más exacto. Siendo estos cálculos teóricos los siguientes:

Fórmula de Fleischmann

$$\text{ST: \% (m/v)} = 1,2 G + 2,665 \times \frac{100 (D - 1,000)}{D}$$

Fórmula de Instituto Tecnológico de la Leche (Chile)

$$\text{ST} = 1,21 G + 0,25 d + 0,03$$

Donde

ST = Sólidos totales

G = % de materia grasa

D = Densidad

d = grados lactodensimétricos.

*Determinación Del Contenido De Materia Grasa. Método Gerber. (Nch 1016/1:1998)*

En este análisis la leche es tratada con ácido sulfúrico para digerir las proteínas. Por centrifugación se reúne la materia grasa en una capa clara que se evalúa cuantitativamente mediante una escala convencional. (Pinto & Houbraken, 1976)

## **Materiales**

- *Ácido Sulfúrico (densidad: 1,815 ± 0,003 g/ml):* contener 89,5-91 g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> por 100 g.
- *Alcohol Amílico:* Conteniendo 3-metilbutanol-1 y 2 metilbutanol-1.
- *Butirómetro Gerber estándar para análisis de leche*
- *Pipeta estándar para 11 ml de leche*
- *Pipeta estándar o con medida automática para 10ml de ácido sulfúrico*
- *Pipeta estándar o con medida automática para 1ml de alcohol amílico*
- *Agitador manual o automático para butirómetro*
- *Centrífuga con una velocidad de trabajo de 1100 ± 100 r.p.m*

- *Tapón de goma con doble base*
- *Baño maría, preferiblemente con termostato a  $65 \pm 2^{\circ}\text{C}$*
- *Termómetro*

## **Metodología**

1. Mezclar la leche invirtiendo suavemente la botella que la contiene. La muestra debe encontrarse a una temperatura entre 20 y 30 °C (se puede ajustar temperatura con baño maría). Se debe evitar la formación de espuma y/o la solidificación de materia grasa.
2. Medir 10 ml ácido sulfúrico al butirómetro con cuidado de no mojar el cuello de este.
3. Invertir suavemente tres o cuatro veces la botella con la muestra preparada e inmediatamente pipetear la leche a una temperatura de cerca de 20°C al butirómetro, de la siguiente manera:  
Usando la pipeta de leche estándar, ajustar la parte interior del menisco de la leche a la línea de calibración, después limpiar el exterior de la pipeta. Al vaciar la leche, apoyar la pipeta en el cuello del butirómetro. Cuando el menisco llega a descansar, esperar 3 segundos y extraer la pipeta apoyándola en el interior del cuello del butirómetro de manera que escurra dentro de él cualquier resto de leche en la pipeta. Cuidándose de no mojar el cuello del butirómetro con leche.
4. Medir 1 ml de alcohol amílico patrón y vaciar al butirómetro sin mojar el cuello de éste. Evitar la mezcla de los líquidos.
5. Tapar en forma segura el butirómetro sin agitarlo con el tapón de goma.
6. Agitar el butirómetro en un agitador protegido hasta que el contenido esté completamente mezclado y no se observen partículas blancas. Invertir una o dos veces durante el proceso.
7. Colocar butirómetro en la centrifugadora y centrifugar con la tapa hacia el extremo exterior. Cuando la centrifuga haya alcanzado la velocidad necesaria, continuar el proceso al menos durante 4 minutos y no más de 5 a esa velocidad. Esta no debe ser calentada artificialmente.

8. Sacar el butirómetro de la centrifuga y ajustar el tapón, si es necesario, para llevar la columna de grasa a la escala. Colocar en baño maría con la tapa hacia abajo por 3 minutos al menos y no más de 10. Mantener el nivel del agua por sobre el nivel más alto de la columna de grasa en el butirómetro.
9. Antes de leer, ajustar la posición de la columna de grasa para llevar el extremo interior de la columna a una marca de graduación principal. (Ver Anexo 2).
10. Registrar, a nivel del ojo, la lectura de la escala coincidente con el punto más bajo del menisco de grasa y de la interfase de grasa y ácido; la diferencia entre estas dos lecturas da el porcentaje por masa de grasa de leche. (Ver Anexo 3).
11. Colocar nuevamente el butirómetro en el baño maría, por otros 3 minutos y efectuar una lectura de comprobación del butirómetro, inmediatamente al sacarlo.
12. Si se observa una interfase espumosa o indistinguible, mezcla de grasa y ácido, se debe rechazar la prueba.
13. Limpiar completamente el butirómetro inmediatamente después de ser usado.

*Determinación de la materia grasa de la leche homogenizada y la leche esterilizada, según el método Gerber (B.S. 696: 1969)*

Se realiza según el mismo procedimiento anterior, con el siguiente tratamiento adicional:

1. Segunda centrifugación: Atornillas las tapas si es necesario e inmediatamente repetir la centrifugación. Ajuste de temperatura y lectura del butirómetro.
2. Tercera centrifugación: Se efectúa como se ha descrito en el primer punto, si la lectura obtenida después de la segunda centrifugación es mayor que la obtenida después de la primera centrifugación.

Expresar el contenido de grasa en % de materia grasa según método de cálculo especificado en NCh 1016/I Of1998. Corregir si el valor se encuentra fuera del rango comprendido entre 3,26% a 4,25%.

## *Determinación de la Acidez Titulable*

Esta norma es aplicable a leche cruda, fluida pasteurizada y esterilizada, crema y productos lácteos fluidos, sean o no fermentados.

Es importante entonces definir **acidez titulable** como el número de mililitros de solución 0,1 N de hidróxido de sodio necesarios para neutralizar 100 mL de muestra. En cambio, el **grado de acidez** significa la suma de todas las sustancias de reacción ácida contenidas en la leche, para cuya neutralización se requiere 1 mL de hidróxido de sodio 0,1 N por 100 mL de leche.

### **Materiales y reactivos**

- *Hidróxido de sodio 0,1 N*
- *Fenolftaleína al 2% m/v en etanol de 70% v/v, neutralizada:* Disolver 2 g de fenolftaleína en 75 ml de etanol (95% v/v en agua) y agregar 20 ml de agua destilada. Neutralizar con solución aproximadamente 0,1 N de hidróxido de sodio, agregando gota a gota hasta obtener una leve coloración rosada. Completar el volumen a 100 mL con agua destilada o desmineralización.
- *Matraz Erlenmeyer 100 ml*
- *Dureta graduada en mililitros.*
- *Pipetas de 10 ml y 0,5 ml*
- *Varilla con patrón de color, para determinar punto de viraje.*

### **Metodología**

1. Mezclar cuidadosamente la muestra
2. Pipetear 10 mL de muestra en matraz Erlenmeyer y agregar 0,5 ml de fenolftaleína.
3. Titular con la solución de hidróxido de sodio hasta la aparición de un color rosa pálido, similar al del patrón de color de la varilla. Registrar el volumen de la solución alcalina, al 0,1 ml.

## Expresión de resultados

Calcular la acidez titulable, expresada en grados de acidez, mediante la fórmula siguiente:

$$A = \frac{V \times 100}{V_m}$$

A: acidez titulable, expresada como grados de acidez (ml de NaOH 0,1 N por 100 ml de muestra).

V: volumen de hidróxido de sodio 0,1 N gastado en la titulación en mililitros

$V_m$ : volumen de la muestra, en mililitro

Es importante que la diferencia entre dos determinaciones sobre la misma muestra realizadas simultánea o secuencialmente no deben exceder los 0,3 grados de acidez.

### *Determinación del pH (NCh 1671 Of79)*

Este test es aplicable en leche cruda, fluida para consumo, queso y queso procesado. En esta, se realiza con un potenciómetro una medición de la diferencia de potencial o voltaje de dos electrodos sumergidos en una solución de la muestra. Uno es de referencia y el otro es sensible a la concentración molar de iones hidrógeno de la solución.

### **Materiales**

- *Potenciómetro para lectura directa de pH*
- *Vaso de precipitado, 50 ml*
- *Termómetro, con escala de 0 a 100°C*
- *Frasco lavador*

## Metodología

El potenciómetro debe estar previamente calibrado y conectado a la corriente eléctrica al menos media hora antes de usar. El electrodo combinado debe permanecer sumergido en la solución tampón de pH entre 4 y 7.

1. Colocar una parte de la muestra (aproximadamente 25 ml) en un vaso de precipitado de 50 ml. Introducir el electrodo directamente en la muestra hasta cubrir el bulbo sensible al pH. Fijar la temperatura a 25 °C.
2. Dejar el electrodo en contacto con la muestra por lo menos 45 s antes de presionar el botón para leer el pH. Leer directamente el valor y registrarlo.

### *ANÁLISIS DE PRODUCTO TERMINADO*

Se realizan los controles de calidad nombrados:

- Determinación de materia grasa
- Determinación de pH
- Determinación de acidez titulable
- Determinación de Densidad

Desarrollados en el apartado anterior, estas determinaciones tienen el mismo principio.

## QUESO

Para el muestreo correcto de quesos, se utilizan sondas para queso de forma y dimensiones apropiadas a los tipos de queso a muestrear. Además, se utilizan cuchillo de hoja aguzada y un compuesto para sellar.

Es necesario efectuar un número suficiente de muestreos de modo que el total de la muestra sea al menos de 50 g. Según la forma, masa, tipo y grado de madurez de los quesos, se deberán utilizar las siguientes técnicas:

- a. Muestreo por cuchillo: Con cuchillo de hoja practicar dos cortes radiales a partir del centro del queso (si es de base circular), o paralelos a los costados (si es rectangular). Este pedazo debe ser tal que después de eliminar capa superficial, la parte pueda pesar 50 g, por lo menos.
- b. Muestreo por sonda: Dependiendo de forma de queso;
  - Hundir sonda oblicuamente en dirección al centro del queso, una o varias veces en una de las superficies planas, por lo menos hasta 10 cm del borde.
  - Hundir sonda perpendicularmente en una de las caras del queso hasta llegar a la cara opuesta, pasando por el centro.
  - Hundir sonda horizontalmente en cara vertical del queso a igual distancia entre las dos superficies planas, hasta el centro del queso.
  - Para quesos transportados en recipientes de gran dimensión, o que formen grandes masas compactas, el muestreo se efectúa mediante sonda de manera oblicua de arriba hacia abajo, a través del contenido del recipiente. En este caso, la parte exterior del trozo tomado por la sonda puede ser utilizada para cerrar el forado practicado en el queso.
- c. Muestreo de queso entero: Utilizado para quesos pequeños y porciones envueltas o empaquetadas en cajas pequeñas. Se debe tomar porción suficiente para que pese 50 g.
- d. Muestreo de quesos en salmuera: Se obtienen tomando fragmentos de, por lo menos, 200 g y una cantidad de salmuera suficiente para recubrir el queso en el

recipiente para muestras. Antes del examen el queso debe ser puesto en papel filtro durante 1 a 2 horas.

Los recipientes para muestras deben estar dotados de tapas herméticas. Luego del muestreo se deben poner las muestras en un recipiente para muestras, estas pueden ser cortadas en pedazos para ser introducidas al recipiente, pero no debe ser comprimida ni molida.

La capa exterior o la corteza no debe ser eliminada en el caso de un queso mantecoso vendido por unidades.

#### *DETERMINACIÓN DE MATERIA GRASA. Método Gerber.*

El contenido de grasa en queso significa el contenido de grasa expresada en porcentaje en peso obtenido por el método Röse-Gottlieb (Método gravimétrico-referencia). Los resultados deben ser corregidos para asegurar una concordancia más cercana entre el valor Gerber y el porcentaje obtenido por el método de referencia, el cual no se menciona en este informe pues constituye un método lento.

El principio de este test se asemeja al del mismo método mostrado en leche.

#### **Materiales**

- *Ácido sulfúrico (ver método Gerber para leche fluida)*
- *Alcohol amílico (ver método Gerber para leche fluida)*
- *Agua caliente a 30-40°C*
- *Butirómetro Gerber Standard para análisis de quesos (ver Anexo 4).*
- *Balanza analítica para sensibilidad de 0,001 g o menor.*
- *Embudo con tapa, para pesar el queso*
- *Rallador o moledora*
- *Botella de lavado conteniendo agua caliente.*
- *Pequeño pincel*

## Metodología

1. Rallar muestras de queso duro, moler muestras de queso blando. Mezclar completamente.
2. Contrabalancear el embudo de pesar, con su tapa insertada. Pesar  $3 \pm 0,001$  g de la mezcla en el embudo.
3. Medir 10 ml de ácido sulfúrico al butirómetro con cuidado de no mojar el cuello.
4. Agregar lentamente de la botella de lavado, suficiente agua caliente permitiendo que el agua fluya por el costado del bulbo.
5. Insertar el cuello del embudo conteniendo los 3 g de queso en el cuello del butirómetro. Sacar el tapón del cuello del embudo y transferir todo el queso con la ayuda del pincel.
6. Medir 1 ml de alcohol amílico en el butirómetro.
7. Agregar agua caliente de la botella de lavado hasta que el butirómetro esté lleno hasta cerca de 5 mm bajo el hombro.
8. Tapar el butirómetro firmemente con una tapa, sin remover el contenido.
9. Agitar el butirómetro con el agitador, para mezclar completamente el contenido. Invertir y continuar agitando e invirtiendo hasta que todas las partículas sólidas desaparezcan.
10. Colocar el butirómetro, con la tapa hacia abajo, en el baño maría por lo menos 3 minutos y no más que 10.
11. Centrifugar el butirómetro inmediatamente, con el extremo de la tapa al exterior. Cuando la centrifuga haya alcanzado la velocidad requerida, continuar por lo menos por 5 min y no más de 6.
12. Retirar el butirómetro de la centrifuga, ajustando la tapa para llevar la columna de grasa a la escala. Colocarlo tapa hacia abajo en el baño maría por lo menos 3 min. y no más de 10. Mantener el nivel de agua superior al de la columna de grasa del butirómetro.
13. Retirar el butirómetro del baño maría y examinar el contenido. Si no existe una clara línea divisoria de grasa y ácido, o si la capa de ácido no está clara, ajustar tapa si se necesita y repetir desde el paso 10 al 12.

14. Leer el porcentaje de grasa con la exactitud de 0,3%, es decir, un tercio de la división menor de la escala (método para leche fluida). Se obtiene el porcentaje por masa de grasa de queso.
15. Volver a colocar el butirómetro en el baño maría por otros 3 minutos y entonces efectuar una lectura de comprobación del butirómetro tan rápidamente como sea posible.

Para quesos que contengan más de 40% de grasa, se debe sacar 1,5 g de queso para la prueba y las lecturas de butirómetro deberán ser multiplicadas por 2. Ver también las notas escritas para leche fluida.

#### *DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE SAL*

El contenido de cloruros en el queso es el porcentaje en masa de cloruros, expresado como cloruro de sodio, determinado según el siguiente procedimiento:

#### **Materiales**

- *Solución de nitrato de plata 0,1 N estandarizada*
- *Ácido nítrico exento de halógenos.*
- *Agua destilada a 20°C.*
- *Permanganato de potasio al 5%.*
- *Tiocianato de potasio 0,1 N*
- *Sulfato de amonio y hierro III solución estándar*
- *Balanza analítica*
- *Matraz erlenmeyer 250 ml*
- *Matraz aforado 250 ml*
- *Bureta graduada en 0,1 ml*
- *Embudo*
- *Papel filtro.*

## Metodología

1. Antes del análisis quitar cáscara o capa superficial del queso, para obtener muestra representativa y moler la muestra con sistema apropiado. Mezclar la masa molida rápidamente y moler si es posible una segunda vez.
2. Simultáneamente a la determinación de los cloruros, realizar prueba en blanco con el mismo procedimiento determinado para la muestra, salvo de agregar azúcar en lugar del queso, que diluye el exceso de permanganato de potasio.
3. Pesar aproximadamente 3 g de la muestra en un matraz erlenmeyer.
4. Agregar un exceso de 25 ml de nitrato de plata 0,1 N para que reaccione con los cloruros presentes en la muestra.
5. Agregar a la mezcla 10 ml de ácido nítrico exento de halógenos y 50 ml de agua destilada hirviendo.
6. Hervir y agregar 15 ml de la solución de permanganato de potasio al 5% en fracciones de 3 ml cada vez; la solución debe ser amarilla transparente.
7. Enfriar y filtrar en un matraz aforado de 250 ml. Lavar minuciosamente el papel filtro con agua destilada a 20°C y envasar.
8. Valorar el exceso de la solución de nitrato de plata 0,1 N en una alícuota de 100 ml del filtrado claro, con la solución de permanganato de potasio 0,1 N, empleando 2 ml de solución saturada de sulfato de amonio- hierro III como indicador.
9. Calcular los cloruros encontrados en forma de cloruro de sodio, que está dado por la siguiente fórmula:

$$\frac{5,85 \times (V_B - V_p) \times N \times 2,5}{P}$$

$V_B$  : Mililitros de tiocianato de potasio en el blanco

$V_p$  : Mililitros de tiocianato de potasio en la prueba.

$P$  : Peso de la muestra

$N$  : Normalidad de la solución de tiocianato de potasio

## *DETERMINACIÓN DE HUMEDAD. Materia seca*

El extracto de queso y queso procesado es la masa expresada en porcentaje ponderal que queda después del proceso de desecación descrito a continuación:

### **Materiales**

- *Balanza analítica*
- *Desecador provisto de buen deshidratante*
- *Estufa para desecar (110°C)*
- *Cápsulas de níquel o de aluminio, de ujna altura de 2 cm aproximadamente y un diámetro de 6 a 8 cm.*
- *Arena de cuarzo en granos gruesos o arena de mar, purificada con ácido clorhídrico, lavada y deshidratada.*
- *Varillas de vidrio con extremo plano.*

### **Metodología**

1. Poner aproximadamente 20 g de arena y una varilla de vidrio en la cápsula de níquel o de aluminio.
2. Secar cápsula con la arena en la estufa a 105°C hasta peso constante.
3. Dejar enfriar la cápsula en el desecador y pesar.
4. Poner rápidamente en la cápsula alrededor de 3 g de muestra de queso preparado y pesar de nuevo.
5. Mezclar íntimamente la masa de queso con la arena, con ayuda de la varilla. Para los quesos que se funden a una temperatura de 105°C en una masa endurecida, se recomienda guardar primero la cápsula con la masa de queso triturada en el desecador, durante 16 horas a la presión atmosférica normal y a la temperatura de laboratorio. Se mezclará bien, de vez en cuando, el contenido de la cápsula con el agitador, para evitar la formación de costra.
6. Secar la cápsula durante cuatro horas en estufa a 105°C.

7. Dejar enfriar en el desecador y pesar.
8. Continuar el secado hasta obtener un peso constante, estando cada pesada separada por un reposo en la estufa de una media hora, registrar y calcular.

#### *DETERMINACIÓN DEL pH.*

Determinar el pH del queso con potenciómetro equipado con electrodo de vidrio y calomelano u otra media célula apropiada.

Si se usa electrodo de vidrio grueso, altamente resistente y la muestra preparada es blanda, presionar el electrodo directamente en la masa del queso. Si la muestra es muy dura o si se usa un electrodo de vidrio de poca resistencia, ablandar la muestra de queso combinándola con la mínima cantidad de agua necesaria y que permita la inserción del electrodo.

La limpieza del electrodo de vidrio, entre análisis puede efectuarse usando un paño de algodón humedecido con solución diluída de jabón (aprox. 5 g/L) a una temperatura no superior a 40°C, seguido de enjuague con agua destilada.

## MANTEQUILLA

Según el Reglamento Sanitario de los Alimentos, la mantequilla deberá responder a las siguientes características:

- a) Caracteres organolépticos normales
- b) Materia grasa de leche: mínimo 80%
- c) Sólidos no grasos de leche: máximo 2%
- d) Humedad: máximo 16%
- e) Índice de peróxidos de la materia grasa en la planta: máximo 0,3 meq O<sub>2</sub>/kg de grasa
- f) Punto de fusión: 28 - 37°C
- g) Índice de refracción a 40°C: 1,4546 - 1,4569
- h) Grado de refracción a 40°C: 40 - 45
- i) Índice de yodo: 32 - 45
- j) Índice de saponificación: 211 - 237
- k) Composición en ácidos grasos y triglicéridos serán los de la grasa láctea

En la recepción de la leche se controla el peso para poder calcular el rendimiento del proceso de elaboración de mantequilla y se realiza una inspección visual. Debido a que la leche recepcionada está previamente estandarizada y pasteurizada no se realizan por lo general las Pruebas de la Fosfatasa, ni la Prueba de la Peroxidasa, ni la Determinación de grasa por el Método de Gerber.

Para realizar el muestreo se utilizan sondas para mantequilla que tendrán lugar suficiente para alcanzar en diagonal la base del recipiente. Los cuchillos o espátulas deben ser de acero inoxidable y limpiadas y secadas antes del empleo y si es para análisis bacteriológico, esterilizado.

La mantequilla a granel se extrae efectuando dos o más sondajes de manera que muestra no pese menos de 200 g en total. Para mantequilla en toneles será efectuado hundiendo la sonda en diagonal a través de la masa, partiendo desde el borde del tonel. Los demás serán efectuados hundiendo la sonda verticalmente desde un punto cualquiera de la superficie hasta el fondo. Para mantequillas en cubo los sondajes

serán efectuados hundiendo diagonalmente la sonda hasta llegar a fondo. En los dos casos, hacer un giro completo y retirar la muestra entera. Sostener la punta de la sonda sobre la abertura del recipiente de muestreo transfiriendo de inmediato la muestra de la sonda en porciones de aprox. 75 mm con la ayuda de una espátula o cuchillo. Guardar muestra de 25 mm de largo para obturar el forado. No introducir la huedad adherida al exterior de la sonda. Limpiar y secar la sonda antes de cada muestreo. La mantequilla congelada hasta el punto de resistir la sonda deberá ser ablandada, manteniéndola durante 24 hrs a 10°C.

La mantequilla en panes o rollos de formato pequeño se muestrean dividiéndose en cuatro y dos de los cuartos opuestos se elegirán como muestras. Las unidades que pesen menos de 250 g serán tomadas enteras como muestras.

### *DETERMINACIÓN DEL pH (NCh 1671 Of79).*

Se mide el pH con un potenciómetro, la diferencia de potencial o voltaje entre dos electrodos sumergidos en una solución de la muestra (leche). Se procede a tomar una alícuota de muestra, suficiente para sumergir el electrodo (el bulbo sensible al pH), dejar el electrodo en contacto con la muestra por lo menos unos 45 segundos y leer directamente. La temperatura de la muestra a medir el pH debe ser de 25°C con una tolerancia de más o menos 3°C para obtener resultados acordes a lo que entrega el aparato.

### *DETERMINACIÓN DE DENSIDAD*

#### **Procedimiento**

Se pesa con una balanza el picnómetro vacío (limpio y seco), y se llena con agua destilada a 20°C utilizando un termómetro. Luego se secan bien las gotas del exterior y se vuelve a pesar. Por medio de la diferencia de pesada, se determina la masa de agua contenida en el picnómetro. Se realiza el mismo procedimiento con la mantequilla (lavar 2-3 veces con la mantequilla y pesar). (Mercosur, 1993)

Restando a esta pesada el valor del picnómetro vacío, se obtiene la masa de mantequilla. Para la determinación del volumen del picnómetro (V), se tiene que:

Donde: V= volumen, P=peso, ρ=densidad

$$V_{\text{agua}} = P_{\text{agua}} / \rho_{\text{densidad } 20^{\circ}\text{C}}$$

Conociendo el peso de la leche y el volumen del picnómetro, la densidad de la mantequilla es:

$$\rho_{\text{mantequilla}} = P_{\text{mantequilla}} / V_{\text{picnómetro}}$$

## DETERMINACIÓN ÍNDICE DE YODO. Método de Wijs

Se realiza para determinar el Programa de Temperaturas que se le dará a la crema para la elaboración de la Mantequilla. (Pinto & Houbraken, 1976)

### Materiales

- *Balanza analítica.*
- *Matraz Erlenmeyer con tapa esmerilada de 500ml.*
- *Buretas graduadas.*
- *Reactivo de Wijs.*
- *Tetracloruro de carbono exento de sustancias oxidables.*
- *Solución de yoduro de potasio al 10% libre de yodo y de yodato.*
- *Solución de tiosulfato de sodio 0,1 N.*

### Metodología

1. En el matraz erlenmeyer limpio y seco, pesar exactamente de 0,4 a 0,45 g de materia grasa preparada.
2. En el matraz de 500 ml, agregar 20ml de tetracloruro de carbono y agregar exactamente 25 ml del reactivo de Wijs.
3. Tapar el matraz, agitar el contenido y colocar el matraz al abrigo de la luz durante 1 hora. No deberá utilizarse la boca para pipetear el reactivo de Wijs. (*Muestras con un índice de yodo inferior a 150: mantener los matraces en la oscuridad durante 1 hora. Muestras con un índice de yodo superior a 150: mantener en la oscuridad durante 2 horas*).
4. Una vez transcurrido el tiempo correspondiente, agregar al matraz 20 ml de solución de yoduro potásico y 150 ml de agua destilada y mezclar.
5. Titular con la solución de tiosulfato sódico 0,1 N (usar como indicador 2ml de almidón) agitando constantemente. Añadir unas gotas de engrudo de almidón y continuar la valoración hasta el momento preciso en que desaparezca el

- color azul después de una agitación muy intensa. Se permite la determinación potenciométrica del punto final.
6. Hacer un ensayo en blanco con las mismas cantidades de reactivos.
  7. Calcular el índice de yodo por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{Índice de Yodo} = 1,269((a - b)/p)$$

Donde:

a= número de ml de la solución de tiosulfato de sodio 0,1N utilizados para el ensayo en blanco.

b= número de ml de la solución de tiosulfato de sodio 0,1N utilizados para la titulación de la muestra de materia grasa de la mantequilla.

p= peso en gramos de materia grasa de mantequilla utilizados para el análisis.

## **CREMA**

Con el nombre de crema de leche se entiende el producto lácteo relativamente rico en grasa separada de la leche por procedimientos tecnológicamente adecuados, que adopta la forma de una emulsión de grasa en agua. (Mercosur, 1993)

### *DETERMINACIÓN DE MATERIA GRASA. Método Gerber con butirómetro de crema.*

Para este procedimiento se utiliza el método Gerber, el cual se ha profundizado consecutivamente en este trabajo.

#### **Materiales**

- *Dosificador de ácido sulfúrico*
- *Dosificador de alcohol amílico*
- *Butirómetro de Gerber para crema de leche*
- *Centrífuga*
- *Pipeta graduada de 10 ml*
- *Acido sulfúrico, concentrado para análisis de densidad 1,815g/ml*
- *Alcohol amílico*
- *Agua destilada*

#### **Metodología**

1. Verter 10 ml de ácido sulfúrico en el butirómetro, procurando no humedecer con ácido el cuello del butirómetro.
2. Mezclar e inmediatamente pesar 5 g de muestra al butirómetro sin ensuciar el cuello, usando cualquier forma adecuada de sostenerlo en la balanza.
3. Tomar 6 ml de agua destilada, caliente y colocar en el butirómetro procurando no humedecer el cuello de este.
4. Verter 1 ml de alcohol amílico en el butirómetro, procurando no humedecer el cuello del butirómetro. Ajustar el nivel del contenido a 5 mm bajo el hombro adicionando agua caliente

5. Tapar herméticamente el butirómetro sin remover, luego agitar hasta que el contenido esté mezclado y no se observen partículas blancas. Invertir lentamente dos o tres veces durante el proceso.
6. Depositar el butirómetro en un baño maría con la tapa hacia abajo por tres minutos y no más de 10.
7. Centrifugar, con el extremo de su tapa hacia afuera. Al alcanzar esta la velocidad, continuar por lo menos por 5 y no más de 6 minutos.
8. Retirar el butirómetro de la centrifuga y tomar la lectura colocando la separación entre el ácido y la columna de grasa sobre la marca de graduación principal presionando o aflojando adecuadamente la tapa del butirómetro. Leer las medidas correspondientes a la parte inferior del menisco de grasa.
9. Colocar nuevamente el butirómetro en el baño maría por otros 3 minutos y entonces tomar una lectura de comprobación del butirómetro inmediatamente después de sacarlo del baño.

Los resultados se leen directamente en el butirómetro y expresan el porcentaje grasa presente en la crema de leche.

## DETERMINACIÓN DE ACIDEZ TITULABLE. (B.S. 1741:1963)

### Materiales

- *Capsula de porcelana blanca 60 ml de capacidad*
- *Bureta*
- *Solución de acetato de rosamilina:* Disolver 0,12 g de acetato de rosamilina en 50 ml de etanol (95% etanol) que contiene 0,5 ml de ácido acético glacial (ej. 49,5ml de etanol y 0,5 ml de ácido acético). Diluir esta solución hasta 100ml con etanol. Tomar 1ml de esta solución y diluir a 500ml con una mezcla de volúmenes iguales de etanol (95%) y agua, en matraz aforado. Ambas soluciones deberán guardarse en botellas ámbar (café oscuro) bien tapadas con tapones de goma.
- *Solución de fenolftaleína:* Disolver 1 g de fenolftaleína en 110 ml de etanol (95%)y agregar 80 ml de agua. Agregar solución de hidróxido de sodio (aprox. 0,1N) hasta obtener una gota de coloración rosado pálido y diluir a 200 ml con agua.
- *Solución de hidróxido de sodio, N/9, libre de carbonato.*

### Metodología

1. Pesar 10 gramos de crema en cada una de los dos cápsulas de porcelana y agregar a ambas 10 ml de agua, disolver la crema agitando con una varilla.
2. Preparar el color control en una de las capsulas agitando con 2 ml de solución de fenolftaleína en la otra cápsula y mientras se agita, agregar lo más rápido posible solución de hidróxido de sodio, desde una bureta de 10 ml protegida con el tubo de soda, hasta que el control iguala al color rosado del control.
3. Expresar la acidez titulable en términos de gramos de ácido láctico/100 gramos de crema, dividiendo por 10 el número de ml de solución de hidróxido de sodio requerido

## DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES. (A.O.A.C.:1955)

Esta determinación se realiza mediante el método gravimétrico.

### Materiales

- *Balanza analítica*
- *Cápsula de fondo plano (5 cm diámetro)*
- *Baño de agua*
- *Horno de secado con termostato (105°C)*
- *Desecador con deshidratante (sílice gel)*
- *Pipeta para crema*

### Metodología

1. Pesar una cápsula seca y 1 gramo de muestra pesada si el % de materia grasa es inferior al 25%, y aproximadamente 0,5 g si el porcentaje es superior a 25%.
2. Agregar 1 ml de agua destilada a la cápsula con la muestra si el % de grasa es inferior al 25% y 1,5 ml si es superior.
3. Distribuir la muestra de crema diluida sobre el fondo total de la cápsula y secar en baño de vapor por 10-15 min.
4. Secar por 3 horas en horno a 98-100°C. Enfriar en secador, pesar rápidamente y expresar el residuo seco como porcentaje de peso total de la muestra.

## YOGUR

Yogur es el producto lácteo coagulado obtenido por fermentación láctica mediante la acción de *Lactobacillus bulgaricus* y *Streptococcus thermophilus*, a partir de leche pasteurizada entera, parcialmente descremada o descremada, leche en polvo entera, parcialmente descremada o descremada o una mezcla de estos productos, artículo 220 del RSA. (Minsal, 2011).

Para el análisis de yogur, es importante tener en cuenta el procedimiento de preparación de la muestra, en donde se realizan las siguientes maniobras:

1. Vaciar la muestra, lo más totalmente posible, en un vaso de precipitado o mortero seco.
2. Hacer homogéneo el producto mediante batido o trasvasijamientos sucesivos si está fluido.
3. Llevar a una temperatura cercana a 20°C.
4. Efectuar rápidamente las pruebas necesarias para las diferentes determinaciones, revolviendo el producto mediante espátula antes de cada toma de muestra.
5. Reducir al máximo la exposición de la muestra a la atmósfera ambiental.
6. Trasvasijar el resto de la muestra a un recipiente cerrado herméticamente. Conservarla a 4°C aproximadamente, para un eventual análisis ulterior.

En el caso de yogur con frutas, se cuela previamente para poder seguir con el procedimiento antes descrito.

## DETERMINACIÓN DE MATERIA SECA. Método Gravimétrico.

### Materiales

- *Arena de Fontainebleau, purificada con ácido clorhídrico al 25%.*
- *Balanza analítica*
- *Estufa bien ventilada (103°C)*
- *Desecador con deshidratante eficaz*
- *Cápsulas cilíndricas.*
- *Varilla de vidrio con extremo aplastado, que no sobrepase el largo de la cápsula*

### Metodología

1. En cápsula poner 20 g de arena y varilla de vidrio, luego poner en estufa por una hora
2. Dejar enfriar en desecador y pesar.
3. Poner en cápsula alrededor de 5 g pesados lo más cerca de 1 mg., de la muestra preparada.
4. Mezclar la prueba con la arena mediante varilla de vidrio y poner cápsula en la estufa durante 5 horas.
5. Dejar enfriar en desecador y pesar.
6. Repetir esta técnica de secado durante lapsos de 1 hora hasta una masa constante. En la práctica, una sola pasada por la estufa durante 15 minutos da resultados equivalentes.
7. Calcular los resultados de la siguiente forma:

$$\frac{(M - m) \times 100}{E}$$

En donde:

M: Masa en g de cápsula y contenido después de paso 6.

m: Masa en g de cápsula y contenido después de paso 2.

E: Masa en gramos de la prueba

## DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE GRASA. Método Ácido-butirométrico.

### Materiales

- *Ácido sulfúrico*
- *Alcohol isoamílico, exento de furfural.*
- *Butirómetro de leche*
- *Pipeta de leche 11 ml*
- *Medidor de ácido sulfúrico o pipeta de seguridad de 10 ml*
- *Medidor de alcohol isoamílico o pipeta de seguridad de 1 ml*
- *Baño maría para butirómetro a 65-70°C*
- *Centrífuga eléctrica para butirómetro de leche.*

### Metodología

1. En frasco aforado pesar 50 mg de la muestra preparada según se explicó al principio de este apartado. Completar 100 ml con agua destilada, agitar y proceder a revolver la solución para lograr la mayor homogeneidad posible.
2. Introducir 10 ml de ácido sulfúrico en butirómetro, evitando mojar cuello.
3. Agregar 11 ml de solución obtenida con pipeta, poniendo punta de este en contacto con cuello de butirómetro y evitando mezcla de leche con ácido.
4. Verter en la superficie del yogur 1 ml de alcohol isoamílico cuidando de no mezclar los líquidos ni mojar el cuello. Tapar
5. Agitar hasta disolución de caseína que coagula.
6. Poner el butirómetro en posición anterior a agitación y esperar a que mezcla llene el bulbo terminal. Luego proceder a revolver y esperar a que el bulbo terminal se vacíe enteramente; proceder dos veces más a estas alteraciones llenando y vaciando el bulbo. Teniendo luego una mezcla homogénea
7. Es importante agitar lo más rápido posible para que no se enfríe la mezcla que se encuentra a 80°C debido a la agitación y mezcla del ácido con la leche.

8. Centrifugar, sin dejar enfriar mezcla (si se enfría realizar baño maría), ajustando tapa para que luego de esta, la columna de grasa se encuentre en la escala graduada. Realizar esto por 5 minutos
9. Al sacar de centrífuga, sumergir butirómetro verticalmente con tapa hacia abajo, en baño maría y dejar por 5 minutos antes de leer. El nivel del agua debe recubrir bulbo terminal.
10. Sacar butirómetro de baño maría, tomarlo después de envolver en paño y enjuagar rápidamente la barra graduada.
11. Examinar, estando el butirómetro vertical, el nivel inferior de la columna de grasa y llevarla a coincidir con una división mediante la manipulación de la tapa.
12. Asegurar inmovilidad de columna afirmando la tapa. Poner el butirómetro ante los ojos y leer el nivel más bajo del menisco superior de la columna grasa.
13. Verificar nivel de separación inferior de la columna grasa para asegurarse de que no se ha movido. Si se ha desplazado corregir.
14. Releer en la misma forma el nivel del menisco superior. Si no se ha movido el nivel inferior, esta segunda mirada debe dar el mismo valor que la primera.
15. Si no se ha llegado al resultado precedente en diez segundos, volver a sumergir en baño maría y realizar nuevamente la lectura dos o tres minutos más tarde.
16. Expresar resultados como:

$$(n^1 - n) \times 100/M$$

Donde:  $n^1$  es valor alcanzado por nivel superior.

$n$  es valor alcanzado por nivel inferior.

$M$  es masa en gramos del producto pesado en paso 1

## *DETERMINACIÓN DE ACIDEZ*

### **Materiales**

- Solución fenolftaleína al 1% en etanol al 95%.
- Solución hidróxido de sodio 0,111 N o 0,1 N.
- Solución tampón a pH 7 (en caso de análisis de un producto coloreado).
- Balanza analítica.
- Potenciómetro con electrodo de vidrio.
- Bureta graduada en 0,05 ml.

### **Metodología**

1. En un vaso precipitado pesar alrededor de 10 g de la muestra
2. Agregar 0,2 ml de la solución de fenolftaleína
3. Titular con la solución de hidróxido de sodio puesta en la bureta.
4. La coloración rosa que aparece debe persistir durante una decena de segundo (comparar con muestra testito).
5. En el caso de yogures coloreados, utilizar potenciómetro y detener dosificación a pH 8,3.
6. Calcular el resultado de la siguiente forma:

$$0,01 \times V \times 100/E$$

Donde: V es volumen en mililitros de solución de NaOH 0,111 N

E representa masa en g del ensayo.

Si se utiliza solución de hidróxido de sodio 0,1 N, multiplicar el resultado obtenido por 0,9

### *RECUENTO DE MICROORGANISMOS*

Los microorganismos presentes en el producto final deberán ser viables y en cantidad superior a 10<sup>6</sup> UFC/g (RSA, 2014)

## **HELADO**

Todos los ingredientes que componen a los helados, son sometidos regularmente a controles microbiológicos para garantizar su calidad, que dan como resultado el más apetitoso de los productos veraniegos. (Alimentación sana, 2011)

Los ingredientes de leche que se empleen en los helados y sus mezclas deberán haber sido pasteurizados o sometidos a un tratamiento térmico equivalente comprobado por la ausencia de fosfatasa. Mezclas para helados son productos en forma líquida o en polvo que se destinan a la preparación de helados. No se exigirá una nueva pasteurización para los helados comestibles fabricados con ingredientes concentrados o en polvo mediante la adición exclusiva de agua potable, leche pasteurizada y aromatizantes, que hayan sido congelados en el plazo de una hora después de la adición de tales sustancias.

## *DETERMINACIÓN DE MATERIA GRASA. Método Mojonnier*

### **Materiales**

- Analizador Mojonnier (y equipo: balanza, cápsula para sólidos, tenazas, presionador de cápsulas, matraces de extracción, pipetas de 1, 2 y 5 ml).
- Agua destilada libre de residuos
- Amoníaco, químicamente puro, aprox. 25° Baumé.
- Eter etílico, no más de 5% de agua.
- Eter de petróleo, libre de residuos.
- Alcohol 95%.

### **Metodología**

1. Mezclar la muestra completamente y si es necesario calentar suavemente para derretir materia grasa de leche. Pesar 5 g de muestra (debe estar homogénea), en caso de que ésta no permanezca homogénea, pesarla directamente en el matraz de extracción suspendido del brazo de la balanza.
2. Para la primera extracción añadir 5 ml de agua, agitar, luego 1,5 ml de amoníaco, agitar, y finalmente 10 ml de alcohol y 25 ml de éteres de etilo y petróleo y nuevamente agitar cada medio minuto.
3. Centrifugar a 30 rpm por medio minuto.
4. Para la segunda extracción, no agregar agua ni amoníaco. Agregar 5 ml de alcohol, 25 ml de éteres de etilo y petróleo y agitar por 20 segundos después de agregar cada reactivo.
5. Centrifugar a 30 rpm por medio minuto.
6. Si es necesario levantar la línea divisoria, agregar el agua destilada necesaria, sólo antes de vaciar la solución de éter.
7. Después de la evaporación del éter, calentar el disco con materia grasa en el horno de vacío a 135°C por 5 min. con no menos de 20 pulgadas de vacío. Enfriar en el desecador de enfriamiento en una pieza temperada, durante 7 min.
8. Pesar rápidamente y registrar los resultados y calcular el porcentaje de materia grasa.

## DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES (B. S. 2472:1966)

### Materiales

- *Estufa para secar a 100 °C*
- *Cápsulas planas con tapa con varilla corta*
- *Balanza analítica*
- *Baño maría*
- *Desecador con silicagel*
- *Arena, blanca de cuarzo que debe pretratarse con ácido clorhídrico.*

### Metodología

1. Colocar cápsula con 2,5 g de la arena preparada en la estufa (100°C), al lado de su tapa correspondiente con su respectiva varilla.
2. Secar a peso constante. Después de cada período de secado volver a colocar la tapa con la varilla, antes de sacar la cápsula de la estufa.
3. Dejar enfriar la cápsula a temperatura ambiente en el desecador durante 30-45 min y pesar.
4. Inclinar la arena hacia un lado de la cápsula y colocar en el espacio libre aproximadamente 3,5 g de la muestra bien mezclada y pesar rápidamente.
5. Agregar 3 ml de agua, mezclar con varilla calentando, si es necesario, para disolver los cristales de lactosa.
6. Mezclar el helado diluido completamente con la arena. Dejar el extremo de la varilla en la mezcla y el otro extremo reposando en el borde de la cápsula.
7. Colocar la cápsula en un baño maría por 20 minutos, agitando cuidadosamente al comienzo, para que la masa no coagule cuando esté seca, pero esté bien aireada.
8. Llevar la cápsula con la tapa a su lado a la estufa (100°C)
9. Después de 2 hr y media tapar la cápsula y transferirla inmediatamente al desecador, dejar enfriar como anteriormente y pesar.

10. Repetir el calentamiento por período de 1 hora, enfriando y pesando hasta que la pérdida de peso entre las pesadas sucesivas no exceda de 1 mg.
11. Expresar los resultados de la siguiente forma:

$$\% \text{ Sólidos Totales: } \frac{\text{peso de la masa no volátil derivada del helado}}{\text{Peso de la muestra} \times 1/100}$$

### *CONTROL Y CÁLCULO DEL % DE OVERRUN helados*

#### **Control**

Overrun es el volumen de helado en exceso que se obtiene en relación al volumen de la mezcla. Se expresa usualmente en porcentaje overrun. El aumento de volumen, se debe principalmente al aire incorporado durante el proceso de congelamiento. Generalmente en mezclas que tienen un contenido más alto de sólidos totales se justifica la incorporación de un porcentaje mucho más alto en contraste de aquellas que tienen un contenido menor de sólidos. Es así que una mezcla con un contenido de un 40% de sólidos totales podría justificar un overrun superior al 100%. (Pinto & Houbraken, 1976)

Para determinar la cantidad de Overrun, generalmente se consideran 5 factores:

1. Regulaciones legales presentes en el mercado.
2. Contenidos de sólidos del helado.
3. Helados compuestos (como los de frutas y nuez) necesitan un overrun más bajo que aquellos sin sólidos, para tener un cuerpo y textura deseables.
4. Precio de venta del helado.
5. Tipo de envase.

### **Cálculo del Overrun**

Existen dos métodos básicos para el cálculo del % Overrun: por volumen o por peso siendo el primero el más utilizado. Es así entonces que se obtienen las siguientes ecuaciones que se pueden utilizar según conveniencia:

1. De utilidad para helados sin sabor.

$$\frac{\text{Vol. de helado} - \text{Vol. de mezcla}}{\text{Vol. de mezcla}} \times 100 = \% \text{Overrun}$$

2. Para evaluación industrial (estudio de costos)

$$\frac{\text{Vol. de helado} - (\text{Vol. de mezcla} + \text{Vol. de saborizante})}{\text{Vol. de mezcla} + \text{Vol. de saborizante}} \times 100 = \% \text{Overrun}$$

3. Mezcla sin sabor usado en la elaboración de helados compuestos

$$\frac{\text{Vol. de helado} - (\text{Vol. de mezcla} + \text{Vol. de saborizante})}{\text{Vol. de mezcla sin sabor}} \times 100 = \% \text{Overrun}$$

## ANEXOS

### Anexo 1. Tablas de requisitos para distintos tipos de leche

Tabla 1 - Leche cruda de vaca - Requisitos físicos y químicos

Característica	Requisito	Método de ensayo
Acidez	12 ml - 21 ml (hidróxido de sodio 0,1 N/100 ml de leche)	NCh1738
Caseína	≥ 21 g/L	ISO 17997-1
Células somáticas	≤ 750 000 g/ml	NCh1746
Densidad	≥ 1,029 g/ml (a 15°C)	NCh1672
Índice crioscópico	-0,53 a -0,57 Horvet o -0,512°C a -0,550°C	NCh1742
Grasa láctea	> 30 g/L	NCh1732/1 o NCh1016/1
Lactosa	43 g/L - 50 g/L	ISO 9622
Peso específico	1 028 - 1 034 (a 20°C)	*)
pH	6,6 - 6,8	NCh1671
Proteínas propias de la leche	≥ 30 g/L	NCh1741
Sólidos no grasos	≥ 82,5 g/L	*)
Termoestabilidad	Reacción negativa	NCh1744
*) Mientras no exista norma chilena, se debe usar el método AOAC pertinente.		

Tabla 2 - Leche entera - Requisitos físicos y químicos

Característica	Requisito	Método de ensayo
Acidez	1,3 g/L - 1,7 g/L (ácido láctico)	NCh1742
Caseína	≥ 21	ISO 17997-1
Densidad	1,029 g/L (a 15°C)	NCh1672
Grasa láctea	> 30 g/L	NCh1732/1 o NCh1016/1
Lactosa	43 g/L - 50 g/L	ISO 9622:1999
Proteínas propias de la leche	≥ 30 g/L	NCh1741
Punto crioscópico	-0,510°C a -0,536°C	NCh1673
Punto crioscópico	-0,530°C a -0,560°C	NCh1673
Sólidos no grasos	≥ 83 g/L	*)
*) Mientras no exista norma chilena, se debe usar el método AOAC pertinente.		

Tabla 3 - Leche parcialmente descremada - Requisitos físicos y químicos

Característica	Requisito	Método de ensayo
Acidez	1,3 g/L - 1,7 g/L (ácido láctico)	NCh1742
Caseína	≥ 21	ISO 17997-1
Densidad	1,029 g/L (a 15°C)	NCh1672
Grasa láctea	≤ 30 g/L - > 5 g/L	NCh1732/1 o NCh1016/1
Lactosa	43 g/L - 50 g/L	*)
Proteínas propias de la leche	≥ 30 g/L	NCh1741
Punto crioscópico	-0,510°C a -0,536°C	NCh1742
Punto crioscópico	-0,530°C a -0,560°C	NCh1742
Sólidos no grasos	83 g/L	*)

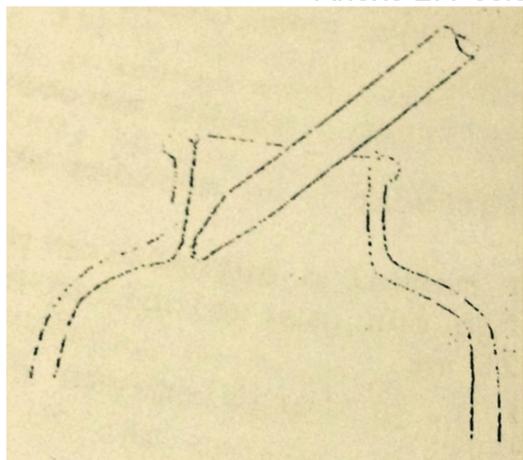
\*) Mientras no exista norma chilena, se debe usar el método AOAC pertinente.

Tabla 4 - Leche descremada - Requisitos físicos y químicos

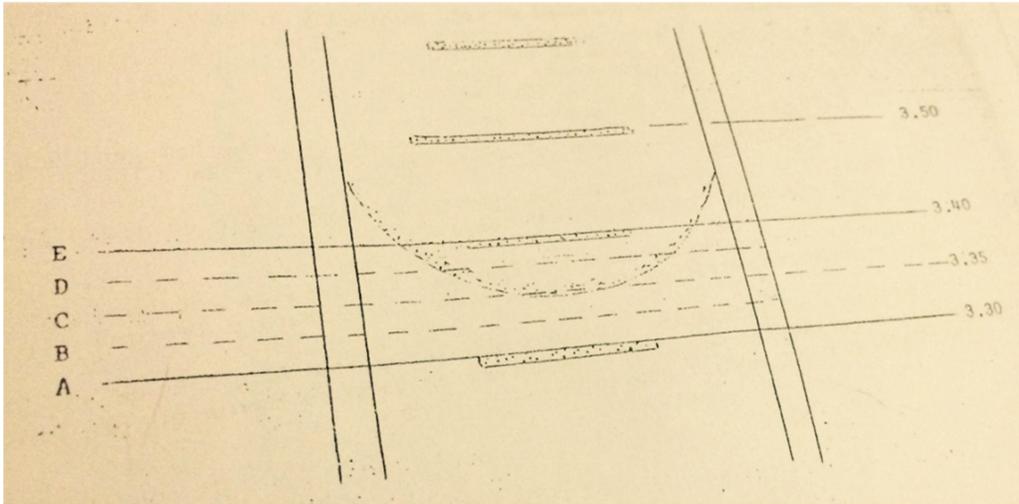
Característica	Requisito	Método de ensayo
Acidez	1,3 g/L - 1,7 g/L (ácido láctico)	NCh1742
Caseína	≥ 21	ISO 17997-1
Densidad	1,031 g/L (a 15°C)	NCh1672
Grasa láctea	≤ 5 g/L	NCh1732/1 o NCh1016/1
Lactosa	43 g/L - 50 g/L	*)
Proteínas propias de la leche	≥ 30 g/L	NCh1741
Punto crioscópico	-0,510°C a -0,536°C	NCh1742
Punto crioscópico	-0,530°C a -0,560°C	NCh1742
Sólidos no grasos	83 g/L	*)

\*) Mientras no exista norma chilena, se debe usar el método AOAC pertinente.

Anexo 2. Posición de pipeta en butirómetro.



Anexo 3. Lectura de menisco de butirómetro



Anexo 4. Butirómetro para quesos.

