



SEMINARIO

TODOLOGÍAS ANALÍTICAS APLICABLES AL ETIQUETADO NUTRICIONAL»

«ACHIPIA»

DETERMINACIÓN DE HUMEDAD Y CENIZAS EN ALIMENOS

Dra. LILIA MASSON

Profesor Emérito Universidad de Chile

Consejero Científico de ACHIPIA

Consejero Científico ILSI SUR ANDINO

RED CAPCHICAL

masson_lilia@yahoo.es

Santiago 1 de Junio 2016



Representatividad de la muestra de análisis en el Laboratorio

- Previo a iniciar en el laboratorio el análisis de una muestra de alimentos, ella debe representar un determinado universo del cual proviene
- O sea, debe originarse de un procedimiento de muestreo que asegure la representatividad de ese universo muestreado
- Puede ser un lote de fabricación en una empresa
- Muestreo en un supermercado, en una bodega, en una feria libre, en una panadería, en un campo, etc., etc.

Análisis de un alimento para Etiquetado Nutricional

- Las metodologías de muestreo según el objetivo , deben estar claramente señaladas para el Etiquetado Nutricional
- La Norma General 91 aprobada por Resolución exenta 28. 12.06 contiene indicaciones al respecto.

Muestra de análisis

- Recibido en el laboratorio el conjunto de unidades de un alimento procesado y envasado listo para su consumo, o alimentos envasados frescos, crudos, congelados, etc. que son representativo del universo muestreado, el profesional analista a cargo, aplicará primero algunas determinaciones previas, antes de proceder a preparar la muestra de análisis

Determinaciones previas

- Si es un alimento elaborado, envasado, y de consumo completo directo, se recomienda controlar en balanza granataria el peso neto de cada unidad en su envase y después pesar el envase vacío, se controla así el peso neto declarado en el envase.
- Si el alimento contiene además unidades individuales dentro de su envase, ej. galletas, bombones, se recomienda pesar mínimo unas 5 unidades por envase
- Esta operación es importante para controlar el peso de la porción indicada en el envase.

Parte Comestible

- Este es otro antecedente que el analista debe considerar antes de proceder a prepara la muestra de análisis
- No todos los alimentos que se expenden envasados y con etiquetado nutricional son comestibles en su totalidad
- Ej. Pollo entero o troceado con piel crudo o asado, pavo troceado, chuletas de cerdo, costillar de cerdo, camarones con cáscara, mallas de palta, naranjas, limones, etc, etc.

- La muestra de análisis está constituida por el homogeneizado de la parte comestible del alimento respectivo.
- Debe controlar el peso bruto de la unidad del alimento, luego retirar todo lo no comestible, huesos, cartílagos, cáscaras, carozos, semillas, según corresponda, y volver a pesar la parte comestible obtenida y calcular el % de rendimiento.
- En el caso del pollo entero el rendimiento en carne deshuesada sin piel es del orden del 50%

Muestra de Análisis

- Terminados los procedimientos previos, se procede a la homogeneización total del lote, empleando el equipo adecuado, para no producir ninguna alteración del alimento que pueda afectar su aporte nutricional, y luego separar en tres porciones aproximadamente iguales rotuladas M1 M2 y M3.
- M1 y M2 se analizan en duplicado c/u y M3 corresponde a la contra muestra de resguardo.
- Puede también aplicar previamente un procedimiento de cuarteo para reducir la muestra de análisis a un peso que permita su homogeneización directa y separar igualmente en tres porciones

HOMOGENEIZACIÓN DE LA MUESTRA DE ANÁLISIS

- Al inicio de todo método analítico dice:
- Pesar x cantidad de la muestra homogeneizada
- Estas pocas palabras involucran un trabajo adicional para el analista, la mayoría de las veces bastante complejo
- Razones: No podemos alterar el contenido de componentes de la muestra como pérdida de humedad o alguno de los nutrientes a analizar, al aplicar este proceso
- **Alto Desafío para el analista**



Equipos e implementos de Homogeneización



- El Laboratorio debe contar el más amplio espectro de equipos que permitan homogeneizar alimentos sin dañar su estructura.
- Molinos de espas para semillas, molinos manuales, homogeneizadores de acero inoxidable de diferentes capacidades, molinos de bolas, molinos a presión, máquinas molidoras de carne, cutters, ultraturrax, etc etc.
- Conjunto de cedazos ASTM para separar por tamaño de partícula cuando corresponda



Alimentos difíciles de homogeneizar

- Pan
- Futas secas: huesillos, pasas, ciruelas, mix con semillas
- Frutas confitadas
- Quesos
- Carnes con grasa
- Carne de pollo con piel
- Pescados con piel
- Pizzas
- Sandwiches mixtos
- Papas fritas french
- Papas crudas y con piel
- Ajos, cebollas,
- Semillas



Materiales para conservar la muestra homogeneizada

- Cada muestra debe estar debidamente rotulada para su perfecta identificación, fecha, etc.
- Frascos herméticos de diferentes volúmenes
- Vidrio transparente, ámbar, plástico
- Refrigeradores
- Freezer convencional y a -80°C si corresponde
- Liofilizador

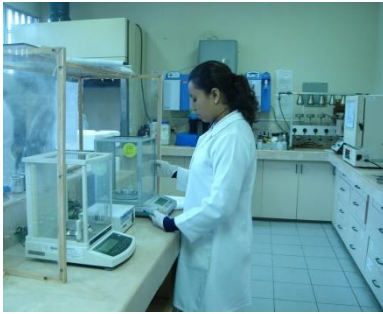


PRECAUCIONES

- En cuanto se dispone de la muestra de análisis homogeneizada, se procede a pesar de inmediato las muestras y contra muestras para cada una de las determinaciones del análisis proximal, de modo que se trabaje con la humedad de la muestra de ese momento inicial.
- Los alimento homogenizados con alta humedad empiezan a perder humedad de inmediato, se observa en la balanza analítica cuando uno está pesando como empieza a disminuir el peso
- Por el contrario los alimentos con baja humedad, la absorben rápidamente y vemos en la balanza analítica como están aumentando de peso
- Cualquiera repetición empleando la contra muestra requiere determinar nuevamente la humedad

Requisitos analíticos básicos cuantitativos

- Se dispone de los Métodos Oficiales Internacionales AOAC, AOCS, AACC, ISO, IUPAC, FIL etc. y Nacionales INN
- Normalmente han sido validados por ensayos interlaboratorios y están detalladamente descritos en cada una de sus etapas
- Sin embargo, montar una metodología oficial para un nutriente, en un determinado Laboratorio, lleva su tiempo y hay que participar en Rondas Interlaboratorios para asegurarse que los resultados están dentro del valor medio = $X \pm 2 DS$



Incertidumbre analítica y humana

- Cada paso analítico tiene su propia incertidumbre que hay que tratar de minimizar empleando:
- Los reactivos de la pureza indicada
- Los Instrumentos debidamente calibrados
- Los patrones de Referencia indicados
- Cuidado y limpieza extrema del material fungible y no fungible que se emplea en el proceso analítico

- Sin embargo, hay un factor humano, el analista que tiene su propia incertidumbre
- De esta cadena de incertidumbres se desprende el hecho que cada muestra debe ser analizada mínimo en duplicado y
- Determinar si la DS obtenida está dentro de lo señalado para el método.
- De lo contrario se repite el análisis en la contra muestra M3 guardada

Determinaciones en la muestra analítica

HUMEDAD

- En los tejidos animal y vegetal el agua no está uniformemente distribuida debido a los complejos hidratados que se establecen con las proteínas, hidratos de carbono, lípidos y otros constituyentes.

- Este tipo de consideraciones ha llevado a que tradicionalmente se empleen términos como “agua ligada” y “agua libre”, para referirse a la forma y el estado energético que el agua tiene en un alimento
- El agua libre es la que se volatiliza fácilmente, se pierde en el calentamiento, es la principal responsable de la actividad de agua
- **La determinación de humedad es un paso obligado en todo análisis de alimentos.**

- Si no se conoce el **contenido de humedad del alimento**
- La determinación cuantitativa que se realice de cualquier nutriente, carece de validez interpretativa y de aplicación práctica en todo ámbito, incluido el Etiquetado Nutricional aunque no se informe
- **El contenido de humedad del alimento es la base de referencia que permite:**

- convertir a valores de humedad tipo
- expresar en base seca
- expresar en base a como se recibió.
- expresar como sólidos totales
- comparar valores para determinar si existen diferencias significativas entre las muestras analizadas en relación a un determinado nutriente
- **Por estas razones debe seleccionarse cuidadosamente el método a aplicar, ya que un mismo método no sirve para todos los alimentos**

Generalidades de la metodología para determinar humedad en alimentos

- Se emplean cápsulas metálicas planas de 2 cm de altura aproximadamente y de 6 a 8 cm de diámetro, aproximadamente, con tapas.
- **El empleo de arena lavada y calcinada adicionada a la cápsula, previo a pesar la muestra homogeneizada para determinar humedad, facilita la salida del agua y disminuye el tiempo de secado**

- Se emplea calor usando estufas de aire forzado a presión atmosférica:



- A $t^{\circ} 103^{\circ}\text{C} \pm 2$, a 130°C ,
- A presión reducida normalmente menor de 50 mm de Hg a $60 - 70^{\circ}\text{C}$
- **El alimento sufre cambios por efecto del calor, que pueden afectar el valor obtenido como humedad**

- **Se pierden compuestos volátiles, alcoholes, aceites esenciales, materia grasa volátil**
- **Por este motivo los Métodos de determinación de humedad por secado indican HUMEDAD Y MATERIAS VOLÁTILES**
- La variante de secar a presión reducida y a t° más baja, se utiliza para alimentos altos en azúcares que caramelizan como miel, frutas confitadas, mermeladas, jugos, frutas deshidratadas, leche fluida y condensada, bebidas alcohólicas, etc., o que contienen lípidos fácilmente oxidables o volátiles a las t° altas de secado

- La determinación de humedad en un alimento a 103°C puede demorar tres horas o mas, dependiendo de la matriz alimentaria, su contenido de agua libre
- Se controla la pérdida de peso que incluye el agua y materias volátiles hasta llegar a peso constante, no mas de 5 mg de diferencia entre dos últimos controles de pérdida de peso

- Para semillas el Método indica colocar el pesa filtro de vidrio o la cápsula metálica con las semillas pesadas en estufa de aire forzado a 130°C a presión atmosférica durante una hora y media, enfriar en desecador debidamente preparado, pesar, calcular el % de humedad
- En el caso de alimentos fluidos, leche, helados, vinos, jugos, etc, las cápsulas con la muestra se colocan previamente en baño de agua hirviendo hasta secado por evaporación y luego se lleva a la estufa de desecación a presión reducida a la tº indicada hasta obtener peso constante (7 - 10 h o más)



Limitaciones del uso de secar en estufa la muestra para determinar humedad

- No se emplea en alimentos con alto contenido de materias volátiles ej: cebolla, ajo, condimentos, especias, hierbas aromáticas, o alimentos grasos emulsionados: mantequilla, margarina, mayonesas.
- Se recomienda el Método de Markussón, por arrastre del agua por tolueno que forma mezcla azeotrópica y se mide el volumen de agua obtenido de un peso determinado de muestra en un dispositivo graduado



Método de Karl Fisher

- Es una valoración [culombimétrica](#) o [volumétrica](#) para determinar trazas de [agua](#) en una muestra de alimento de muy bajo contenido de agua
- Ej. Alimento liofilizado
- Ventajas del Método:
- **Especificidad para el agua**
- Alta exactitud y precisión
- Requiere pequeñas cantidades de muestra
- Análisis de corta duración
- Rango de medición casi ilimitado (1 ppm a 100%)
- Útil para el análisis de:
 - Sólidos
 - Líquidos
- Independencia de la presencia de otros compuestos volátiles
- Facilidad de automatización

Reactivo de Karl Fisher y mecanismo de reacción

- El reactivo de Karl Fischer corresponde a una disolución estándar de yodo para la determinación de agua
- Está constituido por I_2 ,
- Una base normalmente imidazol o piridina y
- SO_2 en proporción 1:3:10, disueltos en metanol anhidro
- Un mol de I_2 se consume por cada mol de H_2O
- El yodo se reduce a ion ioduro y el dióxido de azufre se oxida a ion sulfato.
- Para que se produzca la reacción es imprescindible la presencia de agua.
- En el punto de equivalencia, aparece un exceso de I_2 y una abrupta caída del potencial marca el punto final



CONCLUSIÓN

- La determinación de **HUMEDAD** en un alimento o bebida es un procedimiento delicado por la influencia que tiene en relación a los porcentajes de los nutrientes que se están determinando
- En todo informe de análisis proximal de un alimento incluyendo etiquetado, debe incorporarse el valor de la humedad y materias volátiles y el método empleado
- En los ensayos interlaboratorio es frecuente encontrar para la determinación de humedad diferencias entre los datos informados por los laboratorios participantes

DETERMINACIÓN DE CENIZAS

o Contenido Mineral Total

- **Definición. El contenido en cenizas de un alimento es el residuo mineral resultante después de su incineración en condiciones de t° del orden de los 550°C**
- Expresión en g/100 g del alimento analizado
- Los Métodos oficiales AOAC, AACC, ISO, etc describen en detalle la metodología y su alcance.
- Este método es aplicable directamente a los alimentos de baja humedad



- En alimentos de alta humedad: leche fluida, helados, vinos, jugos, agua, etc. se secan previamente en baño de agua hirviente, posteriormente en estufa 103 ± 2 °C y luego se procede a iniciar su incineración
- Previo al ingreso a la mufla se recomienda incinerar bajo campana la muestra hasta que cese la emisión de humo, se deja enfriar unos minutos y se continúa la calcinación en la mufla.
- Las muflas con gradiente de t° permitirían un lento inicio del proceso de incineración



- Se recomienda que las muflas estén protegidas con camisa de cuarzo para evitar cualquier contaminación de la muestra proveniente del material refractario
- La temperatura es normalmente de 550°C y los crisoles o cápsulas con las muestras se mantienen a esa tº por las horas que sea necesario hasta obtener cenizas albas y peso constante (7 – 10 h)
- Si no se obtienen cenizas albas, las capsulas se enfrían en el desecador el tiempo justo, y se pueden tratar con algún agente oxidante como agua oxigenada, solución al 10% de nitrato de amonio
- **Es una de las determinaciones del análisis proximal con menor DS en relación al valor promedio obtenido**

Gracias por vuestra Atención

