



Universidad Tecnológica del Centro de Veracruz



Reporte Final de Estadía

Nancy Rubí Vásquez Ojeda

Realización e implementación de curvas de calibración del equipo Milko Scan FT2 para caseína, acidez y densidad.

Universidad Tecnológica del Centro de Veracruz

Programa Educativo de: Ingeniería en Procesos
Bioalimentarios.

Reporte que para obtener el título de Ingeniería:
Ingeniero en Procesos Bioalimentarios.

Proyecto de estadía realizado en la empresa:
LALA Operaciones S.A. de C.V.

Nombre del Proyecto:

Realización e implementación de curvas de calibración del equipo
Milko Scan FT2 para caseína, acidez y densidad.

Presenta:

Nancy Rubí Vásquez Ojeda.

Cuitláhuac, Ver., a 11 de abril del 2017

ÍNDICE

Contenido

Resumen	1
Abstrac.....	2
1 Introducción:.....	3
1.2 Antecedentes de la empresa.....	5
1.3 Planteamiento del problema	6
1.4 Objetivo general	6
1.4.1 Objetivos específicos.....	6
2. Marco teórico.....	7
2.1 Composición química de la leche.....	8
2.2 Curvas de calibración	8
2.3 Elaboración de curvas de calibración	8
2.4 Propiedad fundamental de los equipos de medición	9
2.5 Milko Scan FT2.....	10
2.7 Caseína	12
2.8 Densidad.....	12
2.9 Acidez.....	13
3. Metodología.....	14
3.1 Elaboración de mini lotes	15
3.2 Creación de puntos máximos y mínimos para la curva de calibración en los 3 parámetros correspondientes: acidez, caseína y densidad.....	16
3.3 Realización de análisis por referencia para cada punto del set de 10 muestras en los parámetros establecidos: acidez, caseína y densidad.....	17
3.3.1 Determinación de densidad	17

3.3.2 Determinación de acidez	18
3.3.3 Determinación de proteínas por micro kjeldahl	19
3.3.4 Determinación de grasa por el método mojonier en leche fluida	23
3.3.5 Determinación de sólidos totales por el método de arena	25
3.3.5 Procedimiento de lactosa por método de lane y eynon	26
3.3.6 Determinación de caseína	28
3.3.7 Determinación de sólidos no grasos	31
3.4 Calibración del equipo id.....	33
3.5 Porcentajes de confiabilidad.....	33
4 Resultados y discusiones	34
4.1 Densidad en mini lote por dilución en silo para el set de 10 muestras.....	34
4.2 Acidez en mini lote por dilución en silo para el set de 10 muestras.....	35
4.3 Densidad por dilución en pt para el set de 10 muestras.....	36
4.5 Resultados de análisis de referencia curva de calibración.....	37
4.6 Sólidos totales.....	38
4.7 Grasa.....	39
4 .8 Sólidos no grasos	40
4.9 Proteína.....	41
4.10 Lactosa.....	43
5 Conclusiones y recomendaciones	45
6 Referencias	46

ÍNDICE DE TABLAS

Contenido

1.Reporte de la cantidad en diferentes materias primas para la elaboración de una formulación por lote de 120 000 L.....	3
2. Ingredientes y cantidades necesarias para la elaboración de un mini lote para 1 lt	15
3. Reporte de puntos máximos y mínimos para la curva en silo y PT,	16
4. Reporte de los 10 ID para el equipo Milko Scan FT2 por métodos de referencia.....	33
5. Cantidad de mini lote y agua de proceso para la dilución en la densidad requerida en silo.....	34
6. Reporte de los resultados de análisis por referencia con una densidad de 1.0342.	35
7. Cantidad de mini lote y agua de proceso para la dilución en densidad requerida producto terminado.....	35
8. Resultados de análisis por referencia en Producto Terminado para una densidad de 1.0300.....	36
10. Reporte de las diluciones para la lectura del MilkoScan FT2 con valores análisis de referencia en solidos totales.	38
11. Reporte de las diluciones para la lectura del equipo MilkoScan FT2 con valores análisis de referencia en grasa.	39
12. Diluciones para la lectura del equipo MilkoScan FT2 con valores análisis de referencia en solidos no grasos.	40
13. Diluciones para la lectura del equipo MilkoScan FT2 con valores análisis de referencia en solidos proteina.	41
14. Diluciones para la lectura del equipo MilkoScan FT2 con valores en análisis de referencia en lactosa.....	43

Índice de Figuras

Contenido

1.Composición bromatológica(aproximada) de la leche.....	7
2. Diagrama del trabajo realizado en el equipo Milko Scan FT2 para la lectura de resultados en la muestra de leche fluida.....	11
3. Metodología empleada para la realización del proyecto.....	14
4. Modelo curva de calibración como prototipo para el equipo MilkoScan FT2 arrojado por resultados en referencia del análisis Solido no graso.	41
5.Modelo curva de calibración como prototipo para el equipo MilkoScan FT2 arrojado por resultados en referencia del análisis Proteína	43

Resumen

En la planta se libera una gran cantidad de producto lácteo combinado terminado, que debe ser analizado para su liberación y así poder ofrecer productos inocuos y de buena calidad al consumidor, así como también una gran cantidad de materia prima en polvo. Actualmente el equipo Milko Scan FT2 solo cuenta con curvas de calibración para los análisis de: proteína, lactosa, sólidos totales, sólidos no grasos y grasa, que se obtienen en menor tiempo, y permite el ahorro en los reactivos utilizados en cada uno de los análisis de acuerdo a la norma correspondiente.

Con la creación de la curva de calibración del equipo, se obtendrán resultados en menor tiempo solucionado la problemática existente. Y ayudara a la empresa con su facilidad para obtener resultados en menor tiempo. Partiendo de disoluciones al 10% se establecen puntos máximos y mínimos tomando como referencias los resultados obtenidos en los análisis realizados en la planta y los resultados reportados del proveedor, el set de muestra.

Como punto inicial se realizaron análisis de referencia a leche fluida, en producto terminado y silo, para obtener los conocimientos necesarios, y poder realizarlos de manera adecuada, para así tener valores reales y acertados para la elaboración de 10 diferentes puntos de la curva. Una vez obteniendo los puntos se llevará a cabo la calibración para la lectura de cada parámetro en el equipo, la configuración en puntos máximos y mínimos, el ingreso del set de muestras en la curva y así poder utilizar en canal y la medición en cada dilución de muestra.

Abstrac

In the plant a large amount of finished milk product is released, which must be analyzed for release and thus be able to offer harmless and good quality products to the consumer, as well as a large amount of powdered raw material. Currently, the Milko Scan FT2 unit only has calibration curves for the analysis of: Protein, Lactose, Total solids, Non-greasy solids and fat, which are obtained in less time, and allows savings in the reagents used in each of the Analysis according to the corresponding standard.

With the creation of the calibration curve of the equipment, results will be obtained in less time solved the existing problem. And it will help the company with its ease to get results in less time. Starting from 10% solutions, maximum and minimum points are established, taking as reference the results obtained in the analyzes carried out at the plant and the results reported from the supplier, the sample set.

As a starting point, reference analyzes were performed on fluid milk, in finished product and silo, to obtain the necessary knowledge, and to be able to perform them properly, in order to have real and correct values for the elaboration of the different points of the curve. Once the points are obtained the calibration will be carried out to read each parameter in the equipment, the configuration in maximum and minimum points, the sample set in the curve and thus be used in channel and the measurement in each dilution shows.

1 Introducción:

En grupo LALA Veracruz, se dedican a la fabricación de 4 productos diferentes, 3 de ellos en formula láctea (Nutrileche, Mileche y Boreal) actualmente para dicho producto lácteo en la planta se reciben como materia prima los siguientes materiales como lo son: leche descremada en polvo (proveedor: Aguascalientes, maquilas e importación), leche entera en polvo (proveedor: Aguascalientes), suero en polvo (proveedor: importación), lactosa en polvo (proveedor: importación). En la tabla 1 se muestra la cantidad que necesaria para cada formulación.

Tabla 1: Reporte de la cantidad en diferentes materias primas para la elaboración de una formulación por lote de 120 000 L.

Materia Prima	Promedio mensual	Cantidad requerida en formulación por un lote de 120 000 l.
Leche Descremada en Polvo	560 000 kg	6000 kg
Leche Entera en Polvo	240 000 kg	2800 kg
Suero en Polvo	154 000 kg	1300 kg
Lactosa en Polvo	320 000 kg	1900 kg

Debido a la cantidad de leche descremada en polvo que se almacena en fábrica y considerando que es la materia prima de mayor impacto en formulación, esta se debe analizar por métodos de referencia para tener datos confiables en la fórmula móvil de los lotes fabricados. Pero por el alto volumen de lotes recepcionados, tiempo de análisis (Referencia) y el personal asignado para esta actividad no puede analizar la composición bromatológica en un tiempo corto. Por lo tanto, se toman como base los datos que reporta el proveedor en su certificado, no obstante, se han encontrado diferencias significativas entre los valores reportados y los análisis de referencia en las validaciones mensuales de proveedor. Todo ello ha ocasionado variación en formulación,

provocando re estandarizaciones en el proceso, con los consiguientes perjuicios que esto conlleva en la operación. En base a lo anterior en fábrica se propuso implementar la utilización del equipo Milko Scan FT2 para obtener datos más cercanos a los reales, sin embargo, el equipo únicamente es capaz de trabajar con productos fluidos no con polvos, por lo que es necesario modificarlo a partir de la creación de una curva de calibración en dilución.

El equipo Milko Scan FT2 tiene como propósito el análisis exacto de la composición de la leche, productos intermedios y productos terminados de consumo diario con alta viscosidad, los parámetros de este equipo son: grasa, proteína, sólidos totales, sólidos no grasos y lactosa. Mediante a su tecnología de análisis FT-IR. Milko Scan FT2 es un equipo dedicado al análisis de leche fluido tanto en silos como en producto terminado. Este equipo funciona con la unidad de medición y el software instalado en la computadora personal, el equipo está programado para poder dar valores confiables en cada una de las formulaciones elaboradas en fábrica Veracruz. La propuesta de este trabajo se obtiene a partir de la problemática presentada en fabrica LALA Veracruz, al no tener resultados certeros y confiables reportados por el proveedor, dicha problemática se resolverá por medio del aprovechamiento de este equipo con la elaboración de una disolución para su posible lectura en el Milko Scan FT2 y así poder obtener resultados en menor tiempo y más confiables en las formulas móviles, todo echo a partir de análisis por referencia a la materia prima como polvo para la posible creación del set de muestras (10 muestras, cada análisis por duplicado), la creación de la curva de cada análisis correspondiente (grasa, proteína, lactosa, sólidos no grasos, sólidos totales, ceniza), análisis de referencia a cada muestra en sus diferentes porcentajes (cantidad de materia prima y agua de reproceso), y encontrar la mejor disolución para la lectura en el equipo (misma disolución para toda muestra analizada en el equipo Milko Scan FT2), así se verá concluido dicho trabajo obteniendo la solución a esta problemática.

1.2 Antecedentes de la empresa

Los antecedentes de esta industria lagunera se remontan al año de 1949, cuando las circunstancias reclamaban mejorar la calidad y el proceso de la leche.

Un grupo de ganadores fundó la unión de crédito de productores de leche de Torreón, cuyo fin fue crear una asociación que reunirse bajo un objetivo común a todos los productores que con métodos tradicionales producían y distribuían sus productos lácteos, ofreciéndoles el crédito financiero que necesitaban para la compra de insumos y forrajes.

Una de sus primeras iniciativas fue contar con un control de calidad, es por eso que en 1950 se funda en Torreón la pasteurizadora Laguna, que les permitiría comercializar la leche con el objetivo de: “ofrecer un producto de calidad para contribuir a la buena nutrición del pueblo mexicano para que de manera segura el consumidor reciba la mejor leche del país”

Misión:

“Alimentamos toda la vida”

Con un equipo humano, capaz y comprometido: Elaboramos y comercializamos productos de la más alta calidad. Desarrollamos marcas de alto valor. Trabajamos con la mayor eficiencia. Innovamos constantemente.

Visión:

“Ser una empresa líder de alimentos, considerada como la mejor opción para sus consumidores, clientes, colaboradores y accionistas”

Valores:

Respeto: Reconocer que toda persona es digna.

Ambición positiva: Deseo de lograr, hacer y ser siempre más.

Pasión: Hacer las cosas con emoción, contagiar.

Integridad: “Ser solo uno”, dignos de confianza y congruentes.

Disciplina: Acatar y cumplir políticas y procedimientos.

Austeridad: No ser suntuosos ni ostentosos.

Sencillez: Facilidad de trato, humildad, escuchar.

1.3 Planteamiento del problema

Dentro de la fábrica se llevan a cabo un gran número de análisis a los macro ingredientes (Leche descremada en polvo), y producto terminado, los cuales se realizan por métodos tradicionales y de referencia, llevándose varios días para realizar todos los análisis correspondientes, por esta razón se requiere realizar unas curvas de calibración para polvos, para que estos materiales puedan ser analizados en el equipo MilkoScan FT2 y así lograr liberaciones en menor tiempo y optimizando costos de reactivos.

1.4 Objetivo general

Realizar e implementar curvas de calibración de acidez, densidad y caseína para producto semiterminado y terminado mediante métodos de referencia el equipo MilkoScan ft2.

1.4.1 Objetivos específicos

- Realizar análisis de referencia: Caseína, Densidad y Acidez a leche descremada en polvo y en solución (PT y Silo).
- Crear modelos de predicción específicos para semiterminado y producto terminado.
- Implementar canales de nueva creación para semiterminado y producto terminado.
- Crear modelos de predicción específicos para PT.
- Implementar canales de nueva creación para PT.

2. Marco teórico

La leche es el producto normal de secreción de la glándula mamaria. Los promedios de la composición de la leche de vaca que se presentan en la figura 1.

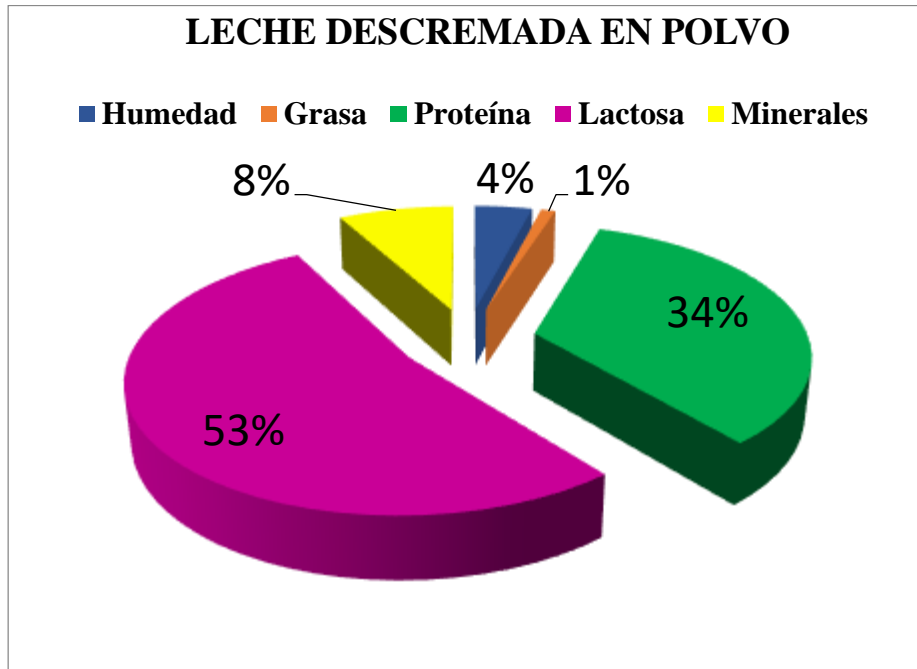


Figura 1: Composición bromatológica (aproximada) de la leche.

La leche UHT conocida popularmente como leche fresca o leche lista para servir, viene usualmente en cajas tetramax – o tetrapack- y se puede tomar directamente de ella, su sabor es más parecido a la leche recién ordeñada que la leche en polvo o la leche evaporada concentrada, las siglas UHT significan ULTRA HIGH TEMPERATURE, traducida al español como “Temperatura ultra alta” pues durante su proceso de elaboración la leche es sometida a temperaturas muy altas que eliminan por completo el contenido de agua para luego ser adicionada, este producto es muy nutritivo y complejo que posee más de 100 sustancias que se encuentran ya sea en solución, suspensión o emulsión en agua, entre los componentes de la leche que serán objeto de análisis, se encuentran: el ácido láctico, las proteínas, la caseína y la lactosa. Estas sustancias son las que permiten a la leche complementar la alimentación proporcionando azúcares o proteínas entre otros muchos compuestos que resultan esenciales en las reacciones metabólicas de las células, así como la aportación de materia grasa, calcio y enzimas; todas ellas, sustancias cuyo fin es el de satisfacer las demandas del organismo. Es por esto, que estas sustancias están directamente

relacionadas con la calidad de la leche y deben entrar dentro del rango indicado en los métodos oficiales que rigen la fabricación, análisis, almacenamiento, y comercialización de la leche.

2.1 Composición química de la leche

La composición de la leche está interaccionada por diversos factores lo que hace variar significativamente de acuerdo con el estado de lactación y otros parámetros como son alimentación, clima, raza, salud de la vaca, etcétera.

También es conocido, que la leche contiene tres componentes básicos: agua, sólidos grasos (SG) y sólidos no grasos (SNG). La Materia orgánica en la porción no grasa, consiste principalmente de las proteínas caseína, albúmina y globulina, lactosa y ácidos láctico y cítrico.

2.2 Curvas de calibración

La curva de calibración es un método muy utilizado en química analítica para determinar la concentración de una sustancia (analito) en una muestra desconocida, sobre todo en disoluciones. El método se basa en la relación proporcional entre la concentración y una determinada señal analítica (propiedad). Conociendo esta relación, será posible conocer la concentración en una muestra dada mediante la medida de esa señal. La relación concentración – señal se suele representar en una gráfica a la que se le conoce como curva de calibración o curva de calibrado.

2.3 Elaboración de curvas de calibración

La elaboración de una curva de calibrado se puede dividir en dos pasos: preparación de las disoluciones patrón y obtención de la función señal – concentración (construcción de la curva propiamente dicha). Una vez obtenida la curva de calibración se podrá utilizar para conocer la concentración de analito en una muestra desconocida. Para elaborar una curva de calibrado se parte de varias disoluciones con una concentración conocida de analito (la sustancia a medir). Estas disoluciones se conocen como disoluciones patrón. Se han de elaborar una batería de patrones suficiente para cubrir un rango que incluya la concentración esperada en las muestras desconocidas.

Las concentraciones utilizadas en los patrones también han de estar dentro del rango válido para la técnica analítica que se va a utilizar. Es decir, han de estar por encima del mínimo de concentración de analito cuantificable por la técnica utilizada. Este mínimo es conocido como límite mínimo cuantificable. Teniendo una muestra de concentración desconocida, se puede medir la señal analítica y estimar la concentración por extrapolación sobre la gráfica obtenida anteriormente. Pero se puede obtener de forma más exacta a través de la ecuación explícita de la recta que, aplicada a nuestra curva, sería: $y = b + m \cdot CA$

Dónde:

- b es la ordenada en el origen (intersección de la recta en el eje de ordenadas)
- m es la pendiente de la recta
- CA es la concentración del analito, representada en el eje de abscisas
- y es la señal medida

Tomando dos puntos de la recta, se calcula la pendiente y ya se podría obtener la concentración de analito midiendo la señal: $CA = \frac{y-b}{m}$

Además de para medir concentraciones de analitos en muestras, las curvas de calibrado también se utilizan para comprobar el correcto funcionamiento de instrumentos analíticos.

2.4 Propiedad fundamental de los equipos de medición

Considerando que los datos reproducibles que se obtienen deben ser significativos, es necesario adoptar ciertas especificaciones que presentan como propiedad fundamental los equipos e instrumentos de medición en el laboratorio.

Estas propiedades, están directamente relacionado con factores extrínsecos (como es la temperatura, humedad, etc.,) e intrínsecos (calibración, sensibilidad, precisión, etc.,) los cuales influyen sobre los resultados, por lo que nace un término bastante conocido

denominado Error de medición, que viene a ser la diferencia entre la medida aparente obtenida y la medida real.

Además, se puede reconocer dos tipos de errores; el error absoluto, que es la diferencia propiamente dicha, y el error relativo, que es el cociente entre el error absoluto y la medida. Los errores se deben a diferentes causas o factores, considerando estos factores, los errores pueden ser Sistemáticos y accidentales (estadísticos); los sistemáticos se deben a un instrumento de medida inadecuado o mal uso del instrumento, estos errores no se detectan por repetición de la medida, es inherente a la medición (constante).

Los errores accidentales o estadísticos, se deben a causas no previsible, y se pueden detectar y corregir repitiendo la medición. Para evitar cualquier error de medición es necesario familiarizarnos con las propiedades fundamentales de los equipos e instrumentos y diferenciar la:

La Sensibilidad: Es la magnitud más pequeña que es capaz de medir el equipo.

La Fiabilidad: Es la propiedad que hace que las medidas sean reproducibles, es decir, que varias mediciones de una misma magnitud arrojen el mismo resultado.

La Precisión: Consiste en realizar las medidas con un error relativo suficientemente pequeño.

2.5 Milko Scan FT2

El MilkoScan FT2 tiene un FTIR (Transformada de Fourier Espectroscopía de infrarrojos) que explora el infrarrojo medio. Analizar nuevos productos y parámetros es sólo una cuestión de desarrollo de la calibración. El MilkoScan FT2 consta del analizador y del paquete básico de software Foss Integrator, los componentes medidos de calibración son estándar.

Aplicación de leche: Grasa, Proteína, Lactosa, Sólidos Totales, Sólidos no grasos, Depresión del punto de congelación, Acidez total, Libre Ácidos Grasos, Densidad, Urea, Caseína.

el equipo está programado para poder dar valores confiables en cada una de las formulaciones elaboradas en Fábrica Veracruz. Como lo muestra el diagrama del equipo MilkoScan FT2.

Diagrama del equipo MilkoScan FT2

MilkoScan FT2.

Sistema de Flujo

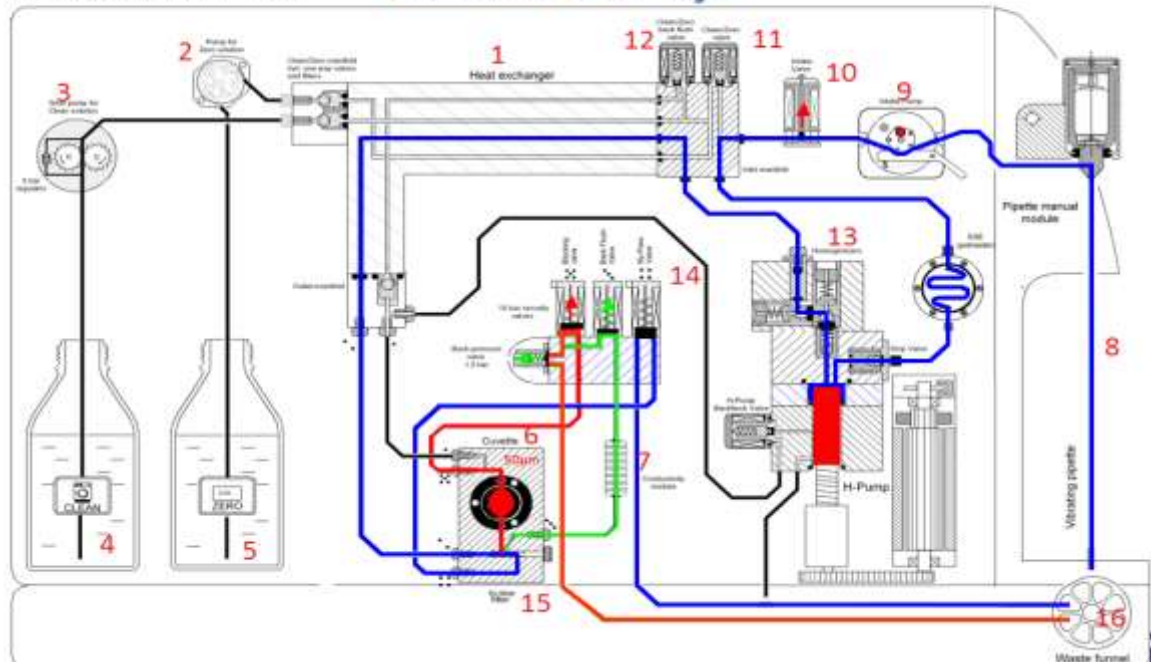


Figura 2: Diagrama completa del trabajo realizado en el equipo Milko Scan FT2 para la lectura de resultados en la muestra de leche fluida.

1. Intercambiador de calor
2. Bomba de solución Zero
3. Bomba de solución Clean
4. Recipiente de solución Clean
5. Recipiente de solución Zero
6. Cuveta
7. Módulo de conductividad
8. Pipeta
9. Bomba peristáltica
10. Válvula de admisión
11. Válvula de solución Clean
12. Válvula de solución Zero
13. Homogeneizadores
14. Tren de válvulas

15. Filtro en línea

16. Desechos

2.7 Caseína

La caseína es una proteína de la leche del tipo fosfoproteína que se separa de la leche por acidificación y forma una masa blanca. Las fosfoproteínas son un grupo de proteínas que están químicamente unidas a una sustancia que contiene ácido fosfórico, por lo tanto, su molécula contiene un elemento fósforo. La caseína representa cerca del 77 al 82 por ciento de las proteínas presentes en la leche y el 2.7 por ciento en la composición de la leche líquida. Cuando coagula con renina, es llamada paracaseína, y cuando coagula a través de la reducción del pH es llamada caseína ácida. Cuando no está coagulada se le llama caseinógeno. La caseína es un sólido blanco-amarillento, sin sabor ni olor, insoluble en agua. Se dispersa bien en un medio alcalino, como una solución acuosa de hidróxido de sodio: NaOH, formando caseinatos de sodio. La caseína se obtiene coagulando leche descremada con ácido clorhídrico diluido, así se imita la acidificación espontánea. Los coágulos se decantan, se lavan con agua, se desecan y finalmente se muelen.

2.8 Densidad

Este método se basa en el principio de Arquímedes, el principio afirma que todo cuerpo sumergido en un fluido experimenta un empuje vertical y hacia arriba igual al peso de fluido desalojado. La explicación del principio de Arquímedes consta de dos partes:

1. El estudio de las fuerzas sobre una porción de fluido en equilibrio con el resto del fluido.
2. La sustitución de dicha porción de fluido por un cuerpo sólido de la misma forma y dimensiones.

utilizando un lactómetro a una temperatura definida. La densidad corresponde al peso del lactómetro dividido por el volumen de la leche que ha desplazado cuando esta flota. Dicha relación mide directamente en la escala del equipo. La leche es una emulsión grasa en agua, consecuentemente su densidad es una fusión de la densidad de la grasa y del agua, así como de las proporciones de estos componentes. La densidad de la grasa es de

aproximadamente 0.93 y la de los sólidos no grasos 1,5 cuando el contenido de grasa en la leche aumenta la densidad disminuye, cuando los sólidos no grasos de la leche aumenten, la densidad también se incrementa.

2.9 Acidez

Lo que habitualmente se denomina acidez de la leche involucra la acidez actual y la potencial. La acidez actual representa a los grupos H⁺ libres, mientras que la acidez potencial incluye todos aquellos componentes de la leche que por medio de la titulación liberan grupos H⁺ al medio. Para su determinación se agrega a la leche el volumen necesario de una solución alcalina valorada hasta alcanzar el pH donde cambia el color de un indicador, generalmente fenolftaleína, que cambia de incoloro a rosado a pH 8,3 (Singh et al., 1997). La acidez titulable incluye a la acidez natural de la leche y también a la desarrollada. La acidez titulable o de valoración es la suma de cuatro reacciones (Figura 1). Las tres primeras representan la acidez natural de la leche: -acidez debida a la caseína: representa 2/5 de la acidez natural -acidez debida a sustancias minerales y a los indicios de ácidos orgánicos: también 2/5 de la acidez natural -reacciones secundarias debidas a los fosfatos “over run”: 1/5 de la acidez natural La acidez desarrollada es debida al ácido láctico y a otros ácidos procedentes de la degradación microbiana de la lactosa, y eventualmente de los lípidos, en leches en vías de alteración.

3. Metodología

Para la elaboración del proyecto se siguieron los diferentes análisis de referencia realizados en la empresa LALA Veracruz, para el proyecto de: Realización e implementación de curvas de calibración del equipo Milko Scan FT2 para caseína, acidez y densidad. Como primer paso para cumplir con lo solicitado, los pasos a seguir, figura 3:

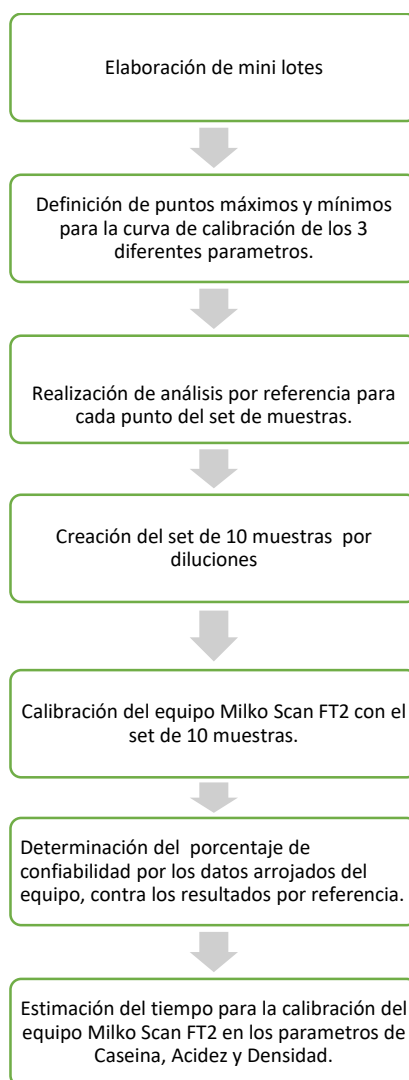


Figura 3. Metodología empleada para la realización del proyecto antes mencionado.

3.1 Elaboración de mini lotes

Para la elaboración de mini lote en semi terminado 100% LDP se siguió la fórmula establecida dentro de la empresa LALA operaciones, planta Veracruz, como lo muestra la tabla 2, para así, poder realizar los análisis de referencia correspondientes cada dilución del set de 10 muestras.

Tabla 2: Ingredientes y sus cantidades necesarias para la elaboración de un mini lote en silo para 1 lt de 100% LDP

Ingrediente	Cantidad para 1 lt
Agua	913.6 ml
Leche descremada en polvo	67.1 g
Lactosa	22.5 g
Aceite palma	28.8 g
Palsgraad d.e.	0.94 g
Palsgraad rm	0.06 g
Sabor leche	0.1 g
Citrato de sodio	0.3 g
Fosfato di sódico	0.2 g
Hexametáfosfato de sodio	0.153 g
Sulfato fe heptahidratado	0.017 g
Premezcla vitamínica	0.07 g

3.2 Creación de puntos máximos y mínimos para la curva de calibración en los 3 parámetros correspondientes: acidez, caseína y densidad.

En la curva de calibración es necesario realizar puntos máximos y mínimos como lo muestra la tabla 3, en cada parámetro (acidez, densidad y caseína) que serán un rango de lectura para el equipo, por el valor de análisis en cada parámetro analizado.

Tabla 3: Reporte de puntos máximos y mínimos para la curva en silo y PT, mediante una media de resultados en análisis de densidad y acidez, con intervalos de 0.005 y 0.05 de los meses enero-marzo 2017, en el caso de caseína se toma lo que reporta la norma 183.

ACIDEZ EN SEMITERMINADO g/L	DENSIDAD EN SEMITERMINADO g/mL	DENSIDAD EN PT g/L	CASEINA g/L
0.76	1.0330	1.0300	17.6
0.81	1.0335	1.0305	17.65
0.86	1.0340	1.0310	17.7
0.91	1.0345	1.0315	17.75
0.96	1.0350	1.0320	17.8
1.01	1.0355	1.0325	17.85
1.06	1.0360	1.0330	17.9
1.11	1.0365	1.0335	17.95
1.16	1.0370	1.0340	18
1.21	1.0375	1.0345	18.05
Min: 0.16	Min:1.0330	Min: 1.0300	Min: 17.6
Max: 1.30	Max: 1.0375	Max: 1.0345	Max:18.05
Intervalo: 0.05	Intervalo: 0.0005	Intervalo:0.0005	Intervalo:0.05

3.3 Realización de análisis por referencia para cada punto del set de 10 muestras en los parámetros establecidos: acidez, caseína y densidad.

Es necesario la realización de análisis de referencia para cada punto del set de muestra, tanto en producto semi terminado, como en Producto terminado, dichos análisis a realizar son con base a la norma correspondiente.

3.3.1 Determinación de densidad

NMX-F-737-COFOCALEC-2010

Propósito: Establecer los pasos a seguir para la determinación de densidad.

Alcance: Este procedimiento aplica en leche fluida, producto lácteo y producto lácteo combinado.

Fundamento: Este método se basa en el principio de Arquímedes, el principio afirma que todo cuerpo sumergido en un fluido experimenta un empuje vertical y hacia arriba igual al peso de fluido desalojado. La explicación del principio de Arquímedes consta de dos partes:

3. El estudio de las fuerzas sobre una porción de fluido en equilibrio con el resto del fluido.
4. La sustitución de dicha porción de fluido por un cuerpo sólido de la misma forma y dimensiones.

utilizando un lactómetro a una temperatura definida. La densidad corresponde al peso del lactómetro dividido por el volumen de la leche que ha desplazado cuando esta flota. Dicha relación se mide directamente en la escala del equipo. La leche es una emulsión grasa en agua, consecuentemente su densidad es una fusión de la densidad de la grasa y del agua, así como de las proporciones de estos componentes. La densidad de la grasa es de aproximadamente 0.93 y la de los sólidos no grasos 1,5 cuando el contenido de grasa en la leche aumenta la densidad disminuye, cuando los sólidos no grasos de la leche aumenten, la densidad también se incrementa.

Reactivos y materiales:

- Probeta de vidrio o plástico.
- Recipiente para homogeneizar la muestra.
- Baño de agua.
- Termómetro con escala 0.50 °C. y resolución de 0,1°C
- Lactómetro para líquidos

Procedimiento:

- Medir 250 ml de la muestra.
- Sumergir el lactodensímetro a una temperatura de 15°C hasta que el embolo llegue a su lectura (masa-volumen).

3.3.2 Determinación de acidez

NOM-183-SCFI-2012- Producto lácteo y producto lácteo combinado- Denominación, especificaciones fisicoquímicas.

La acidez se mide con base a una titulación alcalimetría con hidróxido de sodios 0,1 N utilizando fenolftaleína como indicador 0, en su caso utilizando un potenciómetro para detectar el PH de 8,3 que corresponde al fin de la titulación.

Reactivos:

- Hidróxido de sodio 0,1 N (valoración) NaOH
- Solución indicadora al 1% de fenolftaleína
- Alcohol etílico (C₂H₅OH)
- Disolución indicadora al 0,12% de cloruro o acetato de Rosalina.
- Disolución buffer PH 7
- Disolución buffer PH 10

Procedimiento:

- Medir 20 ml de muestra en un matraz, adicionar 40 ml de agua libre de CO₂.
- Añadir 2 ml de fenolftaleína y titular con hidróxido de sodio 0,1 N hasta la aparición de un color rosa a PH de 8,3.

Expresión de resultados

La acidez presente en la muestra se expresa en g/L y se calcula con la siguiente fórmula

$$\text{Acidez (g/L)} = \frac{V \times N \times 90}{M}$$

Donde:

v= ml de solución de NaOH 0,1 N, gastados en la titulación

N= Normalidad de la solución de NaOH

M= Volumen de la muestra en ml

90,0= Equivalentes del ácido láctico

3.3.3 Determinación de proteínas por micro kjeldahl

NOM-155-SCFI-2012, LECHE-DENOMINACIONES, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.

Fundamento

Este método se basa en la descomposición de los compuestos de nitrógeno orgánico por ebullición con ácido sulfúrico. El hidrógeno y el carbón de la materia orgánica se oxidan para formar agua y bióxido de carbono. El ácido sulfúrico se transforma en sulfato, el cual reduce el material nitrogenado a sulfato de amonio.

El amoniaco se libera después de la adición de hidróxido de sodio y se destila recibiendo en una solución al 2 % de ácido bórico. Se titula el nitrógeno amoniacal con una solución valorada de ácido, cuya normalidad depende de la cantidad de nitrógeno que contenga la muestra. En este método se usa el sulfato de cobre como catalizador y el sulfato de potasio para aumentar la temperatura de la mezcla y acelerar la digestión.

Reactivos

- Ácido sulfúrico concentrado al 98 % (libre de nitrógeno);
- Hidróxido de sodio al 40 %;
- Sulfato de Potasio;
- Sulfato de Cobre pentahidratado;
- Ácido bórico al 2 %;
- Solución de ácido clorhídrico 0,1 N;
- Indicador Wesslob;
- Tabletas Kjeldahl comerciales.

Materiales

- Probeta de 50 mL;
- Material común de laboratorio.

Equipo

- Equipo de digestión con control de temperatura ajustable;
- Unidad de destilación y titulación, para aceptar tubo de digestión de 250 mL y frascos para titulación; de 500 mL;
- Tubos de digestión y destilación.

Preparación de la muestra

Agregar al tubo de digestión 12 g de sulfato de potasio y 1 g de sulfato de cobre pentahidratado, o dos tabletas Kjeldahl comerciales. Calentar la leche a $38\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Mezclar la muestra para homogeneizar.

Pesar $5\text{ mL} \pm 0,1\text{ mL}$ de la muestra caliente e inmediatamente colocarla en el tubo de digestión. (Nota: Los pesos deben ser registrados con una exactitud de 0,0001 g). Adicionar

20 mL de ácido sulfúrico. Cada día se deberá correr un blanco (todos los reactivos sin muestra).

Digestión

Al inicio se fija una temperatura baja en el equipo de digestión (180 °C a 230 °C) para evitar la formación de espuma. Se colocan los tubos, con el extractor conectado en el equipo de digestión. El vacío debe ser suficientemente bueno para eliminar los vapores. Digerir por 30 minutos o hasta que se formen vapores blancos. Incrementar la temperatura de 410 °C a 430 °C y digerir hasta que se aclare la solución. Podría ser necesario incrementar la temperatura en forma gradual, cada 20 minutos, para el control de la espuma. Evitar que la espuma dentro del tubo alcance el extractor o llegue a una distancia de 4-5 cm del borde superior del tubo. Después de que la solución se aclare (cambio de color azul claro a verde), continúe la ebullición cuando menos por una hora. El tiempo aproximado de digestión es de 1,75 a 2,5 horas. Al término de la digestión, la solución debe ser clara y libre de material sin digerir. Enfriar la solución a temperatura ambiente (aproximadamente por 25 minutos). La solución digerida debe ser líquida con pequeños cristales en el fondo del tubo (la cristalización excesiva indica poco ácido sulfúrico residual al fin de la digestión y podría generar bajos resultados. Para reducir las pérdidas de ácido durante la digestión, reducir la tasa de extracción de vapores). Después de enfriar la solución a temperatura ambiente, adicionar 85 mL de agua (el blanco puede requerir 100 mL) a cada tubo, tape para mezclar y deje enfriar a temperatura ambiente.

Cuando se adiciona agua a temperatura ambiente se pueden formar algunos cristales, para después integrarse nuevamente a la solución; esto es normal. Los tubos se pueden tapar para llevar a cabo la destilación posteriormente.

Destilación

Coloque la solución de hidróxido de sodio al 50% (o 40%) en el depósito de álcali de la unidad de destilación. Ajuste el volumen de dosificación a 55 mL de NaOH al 50 % (65 mL en el caso de NaOH al 40%).

Coloque el tubo de digestión que contiene la solución en la unidad de destilación. Coloque un matraz Erlenmeyer de 500 mL con 50 mL de la solución de ácido bórico al 4% con indicador sobre la plataforma de recepción, asegurando que el tubo del condensador se encuentre dentro de la solución de ácido bórico.

Destilar hasta obtener un volumen de 150 mL. Retirar el matraz de recepción. Titular el destilado con HCl 0,1 N utilizando el indicador Wesslob o el potenciómetro. Registrar el volumen utilizado de HCl con una exactitud de 0,05 mL.

Expresión de resultados

El nitrógeno presente en la muestra, expresado en porcentaje se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Nitrógeno} = \frac{V \times N \times 0,014 \times 100}{M}$$

Donde:

V= Volumen gastado en la muestra- volumen gastado en el blanco

N= Normalidad del ácido clorhídrico.

M= Volumen o peso de la muestra.

0,014 Son los miliequivalentes del nitrógeno.

Obtener el % de proteína multiplicando el porcentaje de nitrógeno total por el factor 6,38 para obtener el equivalente de caseína y el 0,14 son los miliequivalentes del nitrógeno.

$$C = \frac{V \times N \times 0,14 \times 100}{10} \times 6,38$$

Donde:

C: gramos por litro de caseína en la leche

V: mililitros de ácido clorhídrico requeridos en la titulación

N: Normalidad de ácido clorhídrico

3.3.4 Determinación de grasa por el método mojonier en leche fluida

Norma Oficial Mexicana NOM-183-SCFI-2012, Producto lácteo y producto lácteo combinado-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.

Fundamento

La técnica de Mojonier, es el método aceptado internacionalmente para la determinación de grasa en leche. Se basa en la acción de los distintos reactivos empleados para permitir la extracción cuantitativa de la grasa. El amoniaco tiene por finalidad disolver las proteínas, romper los conglomerados lipoprotéicos, modificar la capa superior de los glóbulos grasos y facilitar la disolución de los fosfátidos y de la grasa en el éter. El alcohol etílico deshidrata facilitando la disolución de los fosfátidos y lípidos en el éter, ayuda a la ruptura de los conglomerados de las lipoproteínas, facilita la mezcla del éter y la capa acuosa. El éter etílico disuelve los lípidos y lipoides liberados por el amoniaco y el alcohol, también pueden disolver otras sustancias por la presencia de agua. La bencina de petróleo, es menos hidrófila que el éter etílico, su papel consiste en separar el agua del éter y las sustancias que lleva en solución (lactosa, sales minerales, etc.) en tanto los lipoides no se insolubilizan en ellas; si se emplea sola, daría resultados bajos, igual ocurre si se emplean ambos éteres mezclados al mismo tiempo. Finalmente, se transfiere cuantitativamente a un recipiente y se determina la grasa por gravimetría, previa evaporación de los disolventes.

Reactivos:

- 1- Hidróxido de Amonio, concentrado, grado ACS, gravedad específica 0,9.
- 2- Alcohol etílico 95 %, Sin residuos en la evaporación.
- 3- Éter etílico, grado ACS, libre de peróxidos. Sin residuos en la evaporación.
- 4- Éter de petróleo, grado ACS, temperatura de ebullición 30 – 60°C. Sin residuos en la evaporación.
- 5- Indicador: Fenoltaleína al 0,5 % w / v en alcohol etílico.
- 6- Agua destilada.

Procedimiento:

Primera extracción:

- 1- 3 gotas de indicador para ayudar a apreciar la interface de las capas etéreas y acuosas durante la extracción.
- 2- 10 mL de alcohol etílico (agitar durante 15 segundos).
- 3- 25 mL de éter etílico (agitar vigorosamente por 1 minuto)
- 4- 25 mL de éter de petróleo (agitar vigorosamente por 1 minuto)
- 5- Separar la capa etérea de la acuosa por centrifugación a 600 rpm. Por un tiempo \geq a 30 segundos y se observe claramente la separación de las fases. Cuando se use la centrífuga del aparato Mojonier, centrifugar a 30 vueltas de la manivela por minuto, en tres ocasiones consecutivas (en caso de no contar con el aparato Mojonier dejar reposar por media hora).
- 6- Decantar la capa etérea en una cápsula de aluminio seca y a peso constante, cuidando de no verter sólidos suspendidos o fase acuosa.
- 7- Después de cada decantación, el labio del tubo de extracción debe enjuagarse con una mezcla de solventes éter etílico / éter de petróleo 50:50 y escurrir el enjuague en la cápsula.
- 8- Evaporar los éteres decantados en la placa caliente del aparato Mojonier o similar, a temperatura suficientemente baja para evitar salpicaduras por ebullición ($\leq 100^{\circ}\text{C}$).

Segunda extracción:

Leche fluida:

- 1- Adicionar 5 mL de alcohol (agitar vigorosamente por 15 segundos).
- 2- Adicionar 15 mL de éter etílico (agitar por 1 minuto).
- 3- Adicionar 15 mL de éter de petróleo (agitar por 1 minuto).
- 4- Centrifugar a 600 rpm por un tiempo \geq a 30 segundos y se observe claramente la separación de las fases. Si la interface está debajo del cuello del tubo, agregue agua lentamente sin afectar la separación de las fases para subir el nivel y facilitar la decantación. Decantar en la misma cápsula que se utilizó en la primera extracción, evaporar los éteres.

Tercera extracción:

- 1- Omitir la adición de alcohol y repetir el mismo procedimiento que para la segunda extracción. Centrifugar y decantar en la misma cápsula que se utilizó en las extracciones anteriores, evaporar completamente los éteres.
- 2- Secar la grasa extraída pasando la cápsula a la estufa a $100 \pm 1^\circ\text{C}$ hasta peso constante por un tiempo ≥ 30 minutos o a vacío en el aparato Mojonnier por 7 minutos, enfriar en desecador durante 40 minutos y pesar dos veces la misma muestra.
- 3- Registrar los resultados obtenidos en el formato correspondiente.

Expresión de resultados:

Expresión de resultados:

$$\% \text{ de grasa} = \frac{(B - A) - (C)}{P} + 100$$

Dónde:

B = Peso de cápsula con grasa (g).

A = Peso de cápsula vacía (g).

C = Peso promedio del residuo del blanco de reactivos.

P = Peso de muestra (g).

Para reportar el valor obtenido en $\text{g/L} = \% \text{ de grasa} \times 10 \times \text{Densidad de la muestra}$.

3.3.5 Determinación de sólidos totales por el método de arena

Alcance:

Este método establece el procedimiento para la determinación de sólidos totales en leche, aplicable a leche fluida como Materia Prima y Producto Terminado. Leche Fresca, Leche Pasteurizada y Ultra pasteurizada, Fórmula Láctea Pasteurizada y Ultra pasteurizada.

Definiciones:

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

Expresión de Resultados

$$\% \text{ de sólidos totales} = \frac{(b - a) \times 100}{p}$$

Donde:

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

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

p = peso de la leche en gramos.

Criterios de aceptación:

Efectuar la determinación por duplicado y reportar el resultado en el formato para resultado de datos para la validación de analistas (memoria de cálculo RCPG-04) con 2 cifras decimales; la diferencia máxima permisible no deberá ser mayor de 0,05%.

3.3.5 Procedimiento de lactosa por método de lane y eynon

Norma Oficial Mexicana NOM-183-SCFI-2012, Producto lácteo y producto lácteo combinado-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.

Fundamento

La lactosa es el principal carbohidrato de la leche, se encuentra soluble en una proporción de 48 a 50 g/L es el constituyente más abundante en el suero. La muestra primeramente se defeca para precipitar las proteínas utilizando soluciones de acetato de zinc y ferrocianuro de potasio, se filtra y en el filtrado se determina la lactosa aprovechando su propiedad de ser un azúcar reductor. Se lleva a cabo una reacción de óxido - reducción, donde la lactosa reduce el cobre (II) de la solución de Fehling A con la obtención de un precipitado de Cu₂O de color

rojo ladrillo en un medio alcalino. El tartrato de sodio y potasio forman un complejo con el Cu (II), evitando así su precipitación como Cu (OH)₂ con el hidróxido de sodio.

Reactivos y materiales:

- 1- Matraz volumétrico de 250 ml
- 2- Matraz Erlenmeyer de 250 ml
- 3- Matraz Erlenmeyer de 500 ml
- 4- Pipetas volumétricas de 5 ml
- 5- Pipetas graduadas de 5 ml
- 6- Bureta de 50 ml graduada en décimas
- 7- Solución de acetato de zinc
- 8- Solución de ferrocianuro de potasio
- 9- Solución (A) de sulfato de cobre
- 10- Solución (B) de tartrato de sodio y potasio
- 11- Solución acuosa de azul de metileno al 0.2%
- 12- Lactosa anhidra
- 13- Ácido benzoico

Equipos:

- 1- Balanza analítica con sensibilidad de 0.1 mg
- 2- Parrilla con alcance de 540 °C

Titulación de la solución a-b

- 1- Medir con una pipeta volumétrica 5 ml de la solución A y 5 ml de la solución B en un matraz Erlenmeyer de 500 ml.
- 2- Agregar 100 ml de agua destilada, 10 perlitas de ebullición y calentar en la parrilla a ebullición.
- 3- Agregar poco a poco con una bureta, solución de lactosa hasta casi reducción total del cobre, agitando constantemente la muestra.

- 4- Añadir 3 gotas de solución de azul de metileno y continuar la titulación hasta la desaparición del color azul.
- 5- Calcular los miligramos de lactosa que se necesitan para titular la solución A-B. Este valor corresponde al factor (F) del reactivo donde $F = \text{mililitros gastados}/100$

Tratamiento de la muestra

- 1- Pesar 10 g de muestra homogénea en un matraz volumétrico de 250ml.
- 2- Transferir cuantitativamente con 200 ml de agua destilada caliente (40 a 50°C) a un matraz volumétrico de 250 ml.
- 3- Mezclar.
- 4- Agregar 4 ml de ferrocianuro de potasio y 4 ml de acetato de zinc
- 5- Mezclar, aforar y dejar reposar durante 30 min.
- 6- Filtrar
- 7- Colocar el filtrado en una bureta y proceder como se indica en la Titulación de la solución A-B usando el filtrado obtenido en lugar de la solución patrón de lactosa.

Expresión de resultados:

La lactosa presente en la muestra, expresado en porcentaje se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de reductores directos en lactosa} = \%Lactosa = \frac{\frac{250}{gasto} * F * 100}{pm}$$

Donde:

Gasto = mililitros gastados de la muestra para titular la solución A-B

pm = peso de la muestra.

F = factor del reactivo de fehling, en gramos de lactosa.

3.3.6 Determinación de caseína

NOM-155-SCFI-2012 Leche, denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.

Fundamento: La caseína es precipitada con ácido acético en un punto isoeléctrico en su PH de 4.6 y posteriormente cuantificada por el método kjeldah-gunning.

El principio está basado en la digestión de la muestra con una mezcla de ácido sulfúrico/sulfato de potasio y cobre (II) o selenio como catalizador para convertir todo el nitrógeno orgánico presente en la muestra a sulfato de amonio (DIGESTIÓN). Un exceso de hidróxido de sodio concentrado es adicionado a la muestra digerida y fría para liberar amonio (DESTILACIÓN). El amonio es destilado y condensado en una solución de ácido bórico como indicador, la concentración de amonio se titula empleando ácido clorhídrico de concentración conocida (TITULACIÓN).

Reactivos y materiales:

- Ácido sulfúrico concentrado al 98 % (libre de nitrógeno);
- Hidróxido de sodio al 40 %;
- Sulfato de Potasio;
- Sulfato de Cobre pentahidratado;
- Ácido bórico al 2 %;
- Solución de ácido clorhídrico 0,1 N;
- Indicador Wesslob;
- Tabletillas Kjeldahl comerciales.
- Probeta de 50 mL;
- Material común de laboratorio.

Equipo:

- Equipo de digestión con control de temperatura ajustable;
- Unidad de destilación y titulación, para aceptar tubo de digestión de 250 mL y frascos para titulación; de 500 mL;

- Tubos de digestión y destilación.

Procedimiento:

Digestión

Al inicio se fija una temperatura baja en el equipo de digestión (180 °C a 230 °C) para evitar la formación de espuma. Se colocan los tubos, con el extractor conectado en el equipo de digestión. El vacío debe ser suficientemente bueno para eliminar los vapores. Digerir por 30 minutos o hasta que se formen vapores blancos. Incrementar la temperatura de 410 °C a 430 °C y digerir hasta que se aclare la solución. Podría ser necesario incrementar la temperatura en forma gradual, cada 20 minutos, para el control de la espuma. Evitar que la espuma dentro del tubo alcance el extractor o llegue a una distancia de 4-5 cm del borde superior del tubo. Después de que la solución se aclare (cambio de color azul claro a verde), continúe la ebullición cuando menos por una hora. El tiempo aproximado de digestión es de 1,75 a 2,5 horas. Al término de la digestión, la solución debe ser clara y libre de material sin digerir. Enfriar la solución a temperatura ambiente (aproximadamente por 25 minutos). La solución digerida debe ser líquida con pequeños cristales en el fondo del tubo (la cristalización excesiva indica poco ácido sulfúrico residual al fin de la digestión y podría generar bajos resultados. Para reducir las pérdidas de ácido durante la digestión, reducir la tasa de extracción de vapores). Después de enfriar la solución a temperatura ambiente, adicionar 85 mL de agua (el blanco puede requerir 100 mL) a cada tubo, tape para mezclar y deje enfriar a temperatura ambiente.

Cuando se adiciona agua a temperatura ambiente se pueden formar algunos cristales, para después integrarse nuevamente a la solución; esto es normal. Los tubos se pueden tapar para llevar a cabo la destilación posteriormente.

Destilación

Coloque la solución de hidróxido de sodio al 50% (o 40%) en el depósito de álcali de la unidad de destilación. Ajuste el volumen de dosificación a 55 mL de NaOH al 50 % (65 mL en el caso de NaOH al 40%).

Coloque el tubo de digestión que contiene la solución en la unidad de destilación. Coloque un matraz Erlenmeyer de 500 mL con 50 mL de la solución de ácido bórico al 4% con indicador sobre la plataforma de recepción, asegurando que el tubo del condensador se encuentre dentro de la solución de ácido bórico.

Destilar hasta obtener un volumen de 150 mL. Retirar el matraz de recepción. Titular el destilado con HCl 0,1 N utilizando el indicador Wesslob o el potenciómetro. Registrar el volumen utilizado de HCl con una exactitud de 0,05 mL.

Expresión de resultados

El nitrógeno presente en la muestra, expresado en porcentaje se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de Nitrogeno} = V \times N \times 0,014 \times 100 / M$$

Donde:

V= Volumen gastado en la muestra- volumen gastado en el blanco

N= Normalidad del ácido clorhídrico.

M= Volumen o peso de la muestra.

0,014 Son los miliequivalentes del nitrógeno.

Obtener el % de proteína multiplicando el porcentaje de nitrógeno total por el factor 6,38 para obtener el equivalente de caseína.

Para convertir el % de proteína en g/L de caseína utilizar la siguiente formula:

$$\% \text{ Proteína (m/m)} = \% \text{ Caseína}$$

g/L de caseína= % de proteína x 10 x densidad de la leche (o producto lácteo o producto lácteo combinado, según corresponda)

3.3.7 Determinación de sólidos no grasos

NOM-116-SSA1-1994

Fundamento

Una vez determinado el contenido de sólidos totales en la leche y el contenido de grasa, se determina el contenido de sólidos no grasos por cálculo, ya que los sólidos no grasos están formados por lactosa, proteína y sales minerales.

Reactivos y materiales

No se requiere

Equipo

No se requiere

Procedimiento

Determinar los sólidos totales de acuerdo a la norma NOM-116-SSA1-1994 y el contenido de grasa de acuerdo con el inciso 8.9 de la presente norma.

Cálculos y Resultados

Los sólidos no grasos presentes en la muestra, expresados en porcentaje, se calculan utilizando las siguientes formulas:

$\% \text{ sólidos totales} = 100 - \% \text{ de humedad}$

$\% \text{ de sólidos no grasos} = \% \text{ de sólidos totales} - \% \text{ de grasa}$

Para convertir el % de sólidos totales en g/L se utiliza la siguiente fórmula:

$\text{Sólidos totales g/L} = \% \text{ Sólidos totales} \times 10 \times \text{densidad de la leche}$

Donde:

La expresión “Densidad de la leche” se determina con el método de prueba NMX-F-737-COFOCALEC-2010

3.4 Calibración del equipo ID

Para cada uno de los 10 puntos que serán leídos por el equipo Milko Scan FT2 es necesario los resultados de los análisis para cada uno de ellos, en los diferentes parámetros, como lo muestra la tabla 4.

Tabla 4: Reporte de los 10 ID para el equipo Milko Scan FT2 por métodos de referencia para los parámetros establecidos.

ID	Densidad	Acidez	Grasa	Lactosa	Solidos Totales	Solidos no grasos	Proteína
1	1.0330	0.72	0.03	5.38	8.38	8.35	2.15
2	1.0335	0.76	0.03	5.40	8.44	8.41	2.21
3	1.0340	0.78	0.03	5.45	8.49	8.46	2.27
4	1.0345	0.80	0.03	5.50	8.55	8.52	2.30
5	1.0350	0.82	0.05	5.53	8.60	8.55	2.33
6	1.0355	0.84	0.05	5.59	8.66	8.61	2.35
7	1.0360	0.86	0.05	5.63	8.72	8.67	2.37
8	1.0365	0.88	0.06	5.70	8.79	8.73	2.40
9	1.0370	0.90	0.06	5.74	8.85	8.79	2.42
10	1.0375	0.96	0.07	5.79	8.90	8.83	2.46

3.5 Porcentajes de confiabilidad

Después de calibrar el equipo Milko Scan FT2 con los parámetros necesarios para obtener la curva completa, es importante verificar los resultados arrojados por el equipo, contra los resultados por análisis de referencia, para así poder obtener que tan viable y confiable es la lectura en el equipo.

4.Resultados y discusiones

Después de haber realizado los análisis por referencia a cada punto del set de muestra, se reportan los resultados obtenidos, dichos resultados, serán leídos por el equipo Milko Scan FT2 donde podrá analizar la muestra ya sea, en producto semi o terminado para un análisis rápido y confiable.

4.1 Densidad en mini lote por dilución en silo para el set de 10 muestras.

Para obtener las densidades requeridas para la curva, es necesario la dilución de 500 ml de muestra del mini lote LDP silo 100%, como lo muestra la tabla 5 y diluir con la cantidad necesaria de agua de proceso hasta obtener la densidad que corresponda para cada parámetro, después de esto, se deben realizar los análisis necesarios para verificar que estos resultados sean similares a la densidad para la liberación del lote.

Tabla 5: Reporte de la cantidad de mini lote y agua de proceso para la dilución en la densidad requerida en silo, con los resultados de los análisis arrojados para cada una de estas en liberación del lote.

Cantidad	Silo/ml	Agua/ml	Densidad	Grasa	Lactosa	ST	SNG	Proteína
500 ml	488	12	1.0330	0.03	5.38	8.38	8.35	2.20
500 ml	483	17	1.0335	0.03	5.40	8.44	8.41	2.23
500 ml	480	20	1.0340	0.03	5.45	8.49	8.46	2.26
500 ml	477	23	1.0345	0.03	5.50	8.55	8.52	2.29
500 ml	475	25	1.0350	0.05	5.53	8.60	8.55	2.33
500 ml	471	29	1.0355	0.05	5.59	8.66	8.61	2.37

500 ml	467	33	1.0360	0.05	5.63	8.72	8.67	2.43
500 ml	464	36	1.0365	0.06	5.70	8.79	8.73	2.47
500 ml	460	40	1.0370	0.06	5.74	8.85	8.79	2.54
500 ml	458	42	1.0375	0.07	5.79	8.90	8.83	2.59

Para la liberación de los lotes en producto semiterminado y terminado, se toma en cuenta los resultados reportados de lotes anteriores como referencia del equipo Milko Scan FT2 para poder liberarlos correctamente, como lo muestra la tabla 6.

Tabla 6: Reporte de los resultados de análisis por referencia al silo con una densidad de 1.0342.

DENSIDAD	GRASA	LACTOSA	SÓLIDOS TOTALES	SÓLIDOS NO GRASOS	PROTEINA
1.0342	0.11	5.49	8.54	8.43	

4.2 Acidez en mini lote por dilución en silo para el set de 10 muestras.

Cada punto del set de muestra tiene el reporte final de resultados en análisis por referencia, realizado con los diferentes parámetros como lo son: grasa, lactosa, sólidos totales, sólidos no grasos y proteínas, en la densidad como lo muestra la tabla 8, para la lectura en el equipo FT2.

Tabla 8: Reporta la cantidad de mini lote y agua de proceso para la dilución en la densidad requerida en PT, con los resultados de los análisis arrojados para cada una de estas en liberación del lote.

Cantidad	Semi terminado/ml	Agua/ml	Acidez	Grasa	Lactosa	ST	SNG	Proteína
250 ml	242	8	0.76	2.85	10.55	10.93	8.08	2.40

250 ml	240	10	0.81	2.85	10.57	10.98	8.13	2.43
250 ml	238	12	0.86	2.88	10.60	11.01	8.13	2.47
250 ml	236	14	0.91	2.88	10.63	11.05	8.17	2.50
250 ml	234	16	0.96	2.88	10.65	11.10	8.22	2.55
250 ml	232	18	1.01	2.90	10.68	11.15	8.25	2.60
250 ml	228	22	1.06	2.94	10.70	11.15	8.21	2.66
250 ml	226	24	1.11	2.96	10.74	11.17	8.21	2.69
250 ml	223	27	1.16	3.03	10.78	11.20	8.17	2.73
250 ml	220	30	1.21	3.09	10.85	11.25	8.16	2.73

4.3 Densidad por dilución en PT para el set de 10 muestras.

Para la creación del set de muestra por producto terminado, se realizaron los análisis de referencia a una caja con 12 briks, con la siguiente codificación: 21 JUL 17 VR2 V 08:28 C23 S2 DACSML los análisis se reportan en la tabla 9.

Tabla 9: Reporta los resultados de análisis por referencia en Producto Terminado para una densidad de 1.0300

Cantidad	PT/ml	Agua/ml	Densidad	Grasa	Lactosa	ST	SNG
500 ml	490	10	1.0305	2.85	10.55	10.93	8.08
500 ml	488	12	1.0310	2.85	10.57	10.98	8.13
500 ml	486	14	1.0315	2.88	10.60	11.01	8.13
500 ml	484	16	1.0320	2.88	10.63	11.05	8.17

500 ml	482	18	1.0325	2.88	10.65	11.10	8.22
500 ml	480	20	1.0330	2.90	10.68	11.15	8.25
500 ml	478	22	1.0335	2.95	10.70	11.18	8.23
500 ml	476	24	1.0340	2.95	10.73	11.22	8.27
500 ml	474	26	1.0345	2.95	10.76	11.25	8.30
500 ml	472	28	1.0350	2.95	10.79	11.30	8.35

Cada lote analizado por el equipo, debe ser registrado para que este pueda ser referencia en cambios de fórmula, ya que estos parámetros tienen que tener similitud para que puedan ser un producto de calidad, tanto en análisis de referencia como por el equipo Milko Scan FT2, como lo muestra la tabla 10.

Tabla 10: Reporta los análisis arrojados para un lote semi terminado en fórmula 100% arrojados por el equipo Milko Scan FT2.

DENSIDAD	GRASA	LACTOSA	SÓLIDOS TOTALES	SÓLIDOS NO GRASOS	PROTEINA
1.0305	2.92 mínimo 3.01 máximo	5.34 mínimo 5.44 máximo	11.01 mínimo 11.36 máximo	8.10 mínimo 8.34 máximo	2.14 mínimo 2.23 máximo

4.5 Resultados de análisis de referencia curva de calibración

Realización de prototipo de curva de calibración para el MilkoScan FT2 mediante los resultados de análisis por referencia.

4.6 Sólidos totales.

Para la calibración del equipo es necesario la lectura de las 10 diluciones por análisis de referencia en duplicado, parámetro de: sólidos totales contenidos en leche de cada uno de los ID del set de muestra (Puntos mínimos y puntos máximos) como lo muestra la tabla 11.

Tabla 11: Reporte de las 10 diluciones para la lectura del equipo MilkoScan FT2 con valores en análisis de referencia por duplicado en sólidos totales.

ID	Promedio
1	8.39
2	8.54
3	8.85
4	8.90
5	9.17
6	9.30
7	9.50
8	9.60
9	9.75
10	10.01

Para los sólidos totales en la lectura del equipo es necesario el resultado obtenido por los análisis de referencia por cada uno de los ID.

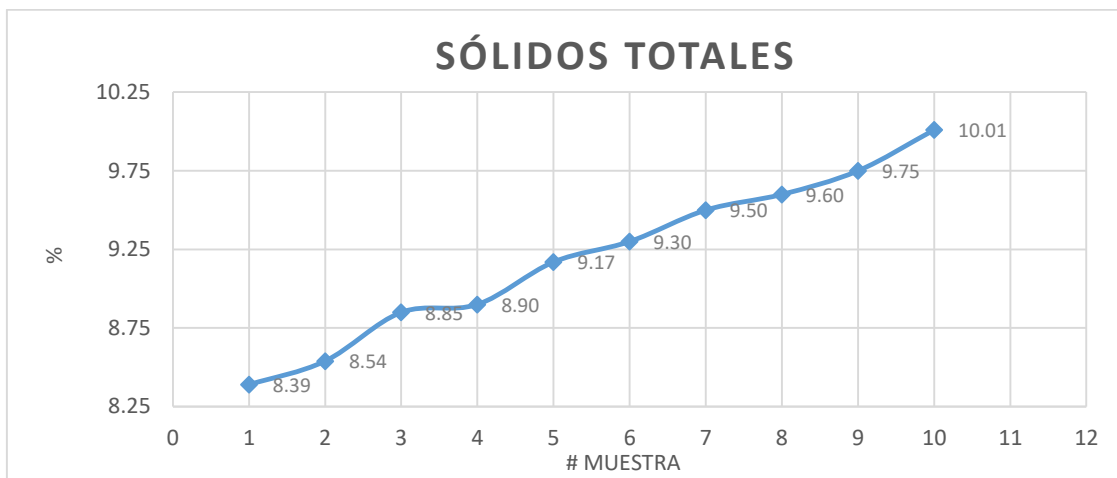


Figura 3: Modelo de curva de calibración como prototipo para el equipo MilkoScan FT2 arrojado por los resultados de análisis de referencia por duplicado Solidos Totales.

4.7 Grasa

Es necesario para una buena calibración y lectura dentro del equipo Milko Scan FT2 el set de 10 muestras, establecidos con los valores de análisis de referencia por duplicado en el parámetro: Grasa en el ID de las diluciones como lo muestra la tabla 11.

Tabla 11: Reporte de las 10 diluciones para la lectura del equipo MilkoScan FT2 con valores en análisis de referencia por duplicado en grasa.

ID	Promedio
1	0.13
2	0.14
3	0.14
4	0.13
5	0.14
6	0.14
7	0.15
8	0.15
9	0.18
10	0.18

Para cada punto de la muestra se necesitan reportar los valores obtenidos por los análisis de referencia, para así poder crear nuestros puntos máximos y mínimos, como serán leídos por

el equipo Milko Scan FT2 y los intervalos que esta curva tendrá para cada parámetro a ejecutar, como lo muestra la figura 4.

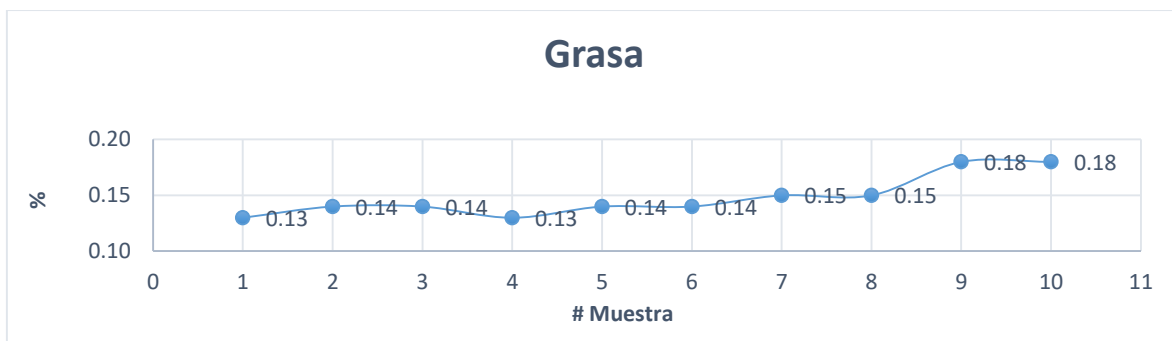


Figura 4: Modelo de curva de calibración como prototipo para el equipo MilkoScan FT2 arrojado por los resultados de análisis de referencia por duplicado del análisis Grasa.

4.8 Sólidos no grasos

Para la calibración del equipo es necesario la lectura de las 10 diluciones por análisis de referencia en duplicado, parámetro de: sólidos no grasos contenidos en leche de cada uno de los ID del set de muestra (Puntos mínimos y puntos máximos) como lo muestra la tabla 12.

Tabla 12: Reporte de las 10 diluciones para la lectura del equipo MilkoScan FT2 con valores en análisis de referencia por duplicado en sólidos no grasos.

ID	Promedio
1	8.26
2	8.40
3	8.71
4	8.77
5	9.03
6	9.16
7	9.35
8	9.45
9	9.57
10	9.83

Los sólidos no grasos dependerán de los sólidos totales y la grasa que contiene cada muestra del set, para la lectura de cada dilución en el equipo, dependiendo de la formula y el producto analizado, estos valores deberán ser leídos por el equipo Milko Scan FT2 como lo muestra la figura 5 para cualquiera de los 10 diferentes puntos.

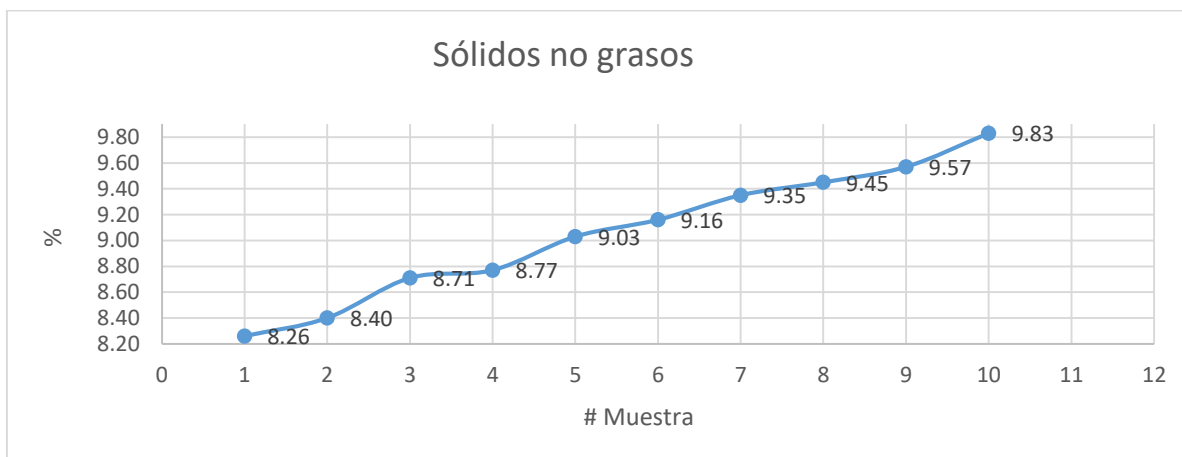


Figura 5: Modelo de curva de calibración como prototipo para el equipo MilkoScan FT2 arrojado por los resultados en referencia por duplicado del análisis Sólido no graso.

4.9 Proteína

Para la calibración del equipo es necesario la lectura de las 10 diluciones por análisis de referencia en duplicado, parámetro de: Proteínas contenida en leche de cada uno de los ID del set de muestra (Puntos mínimos y puntos máximos) como lo muestra la tabla 13.

Tabla 13: Reporte de las 10 diluciones para la lectura del equipo MilkoScan FT2 con valores en análisis de referencia por duplicado en sólidos no grasos.

ID	Promedio
1	2.97
2	3.03
3	3.12

4	3.17
5	3.26
6	3.30
7	3.34
8	3.39
9	3.49
10	3.59

Para la lectura del equipo, es importante los resultados obtenidos en los análisis dependiendo de qué cantidad de proteínas contiene cada muestra del ID y así obtener un prototipo de la lectura del Milko para cada uno de los 10 puntos del set de muestra como se observa en la figura 6.

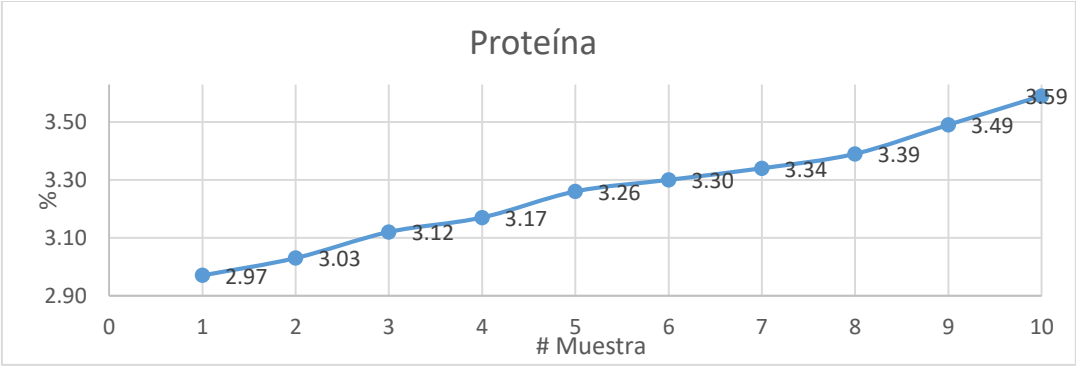


Figura 6: Modelo de curva de calibración como prototipo para el equipo MilkoScan FT2 arrojado por los resultados en referencia por duplicado del análisis Proteína

4.10 Lactosa

Para la calibración del equipo es necesario la lectura de las 10 diluciones por análisis de referencia en duplicado, parámetro de: Lactosa contenida en leche de cada uno de los ID del set de muestra (Puntos mínimos y puntos máximos) como lo muestra la tabla 14.

Tabla 14: Reporte de las 10 diluciones para la lectura del equipo MilkoScan FT2 con valores en análisis de referencia por duplicado en lactosa.

ID	Promedio
1	4.66
2	4.70
3	4.83
4	4.88
5	4.94
6	5.04
7	5.15
8	5.20
9	5.30
10	5.48

La lactosa dependerá de la cantidad disponible en cada muestra del ID, para esto es importante en la lectura del equipo, para que pueda ofrecer datos confiables en poco tiempo, dependiendo del producto y de la fórmula que se tiene, como lo muestra la figura 7.

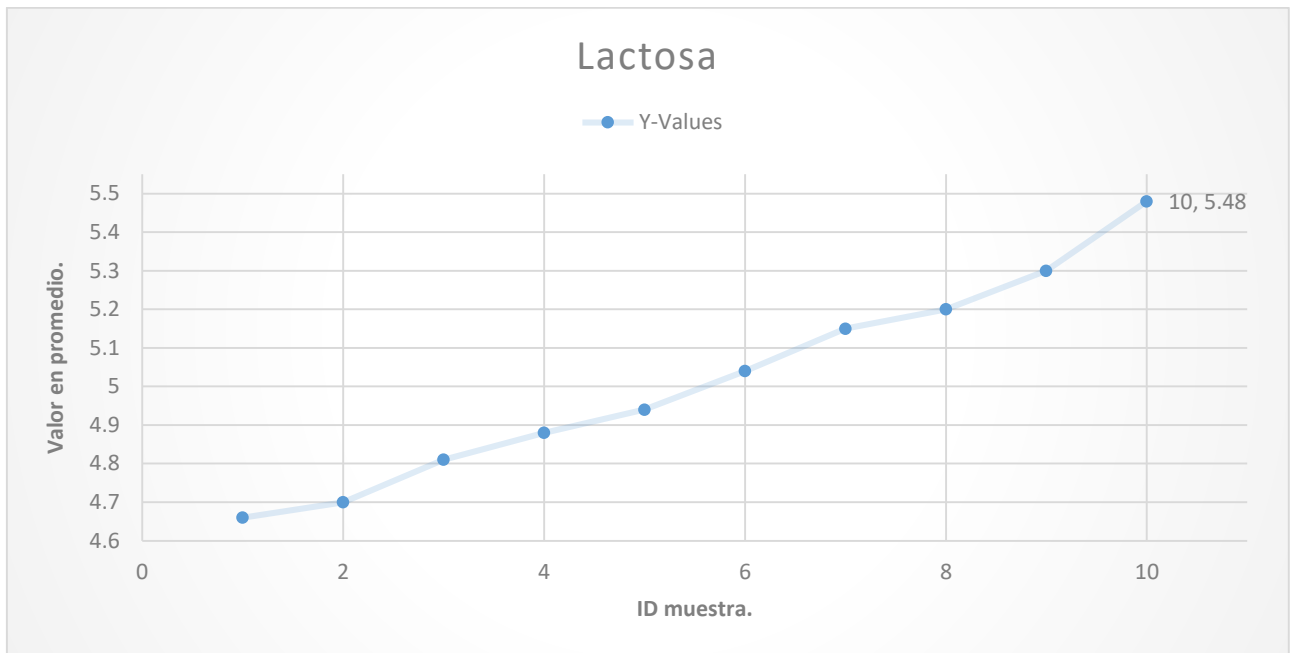


Figura 7: Curva del equipo Milko Scan FT2 para la medición de Lactosa.

5. Conclusiones y recomendaciones

- De acuerdo a los datos obtenidos el canal de Acidez y Densidad se puede utilizar en el equipo Milko Scan FT2 tanto para producto terminado y semiterminado que produce la fábrica Obteniendo como resultado la problemática resuelta en planta LALA Veracruz.
- El valor obtenido por el equipo solo se deberá multiplicar por 10 para obtener el valor real de la dilución
- Este canal permitirá agilizar los análisis de composición al producto Semi y terminado, así como también mejorar los datos utilizados para formulación generando menor error en las fórmulas aplicadas en Fábrica Veracruz.
- Este canal deberá tener un mantenimiento quincenal, así como también actualización en los diferentes canales de la curva.
- El equipo debe estar limpio para la buena lectura en resultados de análisis.
- Para la creación del set de 10 muestras se debe seguir la metodología empleada en este proyecto, desde el peso de los ingredientes, hasta el agua de proceso, para tener una exacta lectura del equipo.
- Para la calibración del equipo será necesario realizar los análisis de referencia por duplicado, de cada parámetro establecido y así poder compararlos con los resultados arrojados por el equipo Milko Scan FT2.

6. Referencias Bibliográficas

- Norma Oficial Mexicana NOM-183-SCFI-2012, Producto lácteo y producto lácteo combinado-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.
- Norma Oficial Mexicana NOM-183-SCFI-2012, Producto lácteo y producto lácteo combinado-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.
- Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2012, Leche-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.
- NMX-F-COFOCALEC-2007, Sistema Producto Leche, Alimentos Lácteos, Determinación de acidez en leche, método de prueba.
- Norma Oficial Mexicana NOM-243-SSA1-2010, Productos y servicios. Leche, fórmula láctea, producto lácteo combinado y derivados lácteos. Disposiciones y especificaciones sanitarias. Métodos de prueba.
- Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2012, densidad en producto lácteo, especificaciones fisicoquímicas.
- Norma Oficial Mexicana-F-737-COFOCALEC-2010
- Official Methods of Analysis AOAC International, 17th Ed. 1a. Revisión 2002, Método 989.05 Curso de Capacitación en Materia de Leche y Fórmula Láctea, Dirección General de Verificación y Vigilancia PROFECO, Abril del 2000.
- Química Analítica Avanzada, Rodríguez Fernández Rosalía, Edit. Reverté, 1998, pág. 561.
- Portal del grupo LALA LALANET.