

PRÀCTIQUES D'ANÀLISI D'ALIMENTS

Francesc Guardiola (Coordinador)

Cristina Andrés
Ana Isabel Castellote
Rafael Codony
Francesc Guardiola
Rosa Lamuela
Carmen López
Montse Riu

Departament de Nutrició i Bromatologia
Facultat de Farmàcia



UNIVERSITAT DE BARCELONA



TEXTOS DOCENTS

325

PRÀCTIQUES D'ANÀLISI D'ALIMENTS

Francesc Guardiola (Coordinador)

Cristina Andrés
Ana Isabel Castellote
Rafael Codony
Francesc Guardiola
Rosa Lamuela
Carmen López
Montse Riu

Departament de Nutrició i Bromatologia
Facultat de Farmàcia

Publicacions i Edicions



UNIVERSITAT DE BARCELONA



INDEX

Presentació	5
Itinerari recomanat per a la realització de les pràctiques d'anàlisi d'aliments	7
1. Preparació de la mostra (carn i derivats)	9
2. Determinació de la humitat en un embotit	13
3. Determinació de les cendres en un embotit	19
4. Determinació del contingut proteic en un embotit	27
5. Determinació de la fracció grassa en un embotit	39
6. Determinació dels sucres en un embotit	47
7. Determinació del contingut d'hidroxirolina en un embotit	59
8. Determinació dels nitrats (NO_2^-) en un embotit	65
9. Determinació del grau de proteòlisi en un embotit	71
10. Determinació de la presència de conservadors (sulfits) en un embotit	77
11. Determinació, per cromatografia de gasos, de la composició d'àcids grassos en els olis i greixos	81
12. Determinació del contingut de α -tocoferol en els olis vegetals	109
13. Identificació, per cromatografia en capa fina, dels antioxidants artificials en les galetes	121
14. Determinació de l'índex de iode en els olis vegetals	137
15. Determinació enzimàtica dels sucres (glucosa, fructosa i sacarosa) en els aliments	145
16. Identificació dels colorants artificials en els aliments	153
17. Determinació de les aflatoxines en els fruits secs	159
18. Anàlisi sensorial d'aliments	169
Normes generals d'actuació en els laboratoris docents de la Facultat de Farmàcia	187

Presentació

Aquest text està pensat com a eina de treball per a l'alumne de l'assignatura de Pràctiques d'Anàlisi d'Aliments (licenciatura de Ciència i Tecnologia dels Aliments). El text recull tant informació pràctica, que serà útil a l'alumne per portar a terme les diferents determinacions analítiques programades, com informació teòrica, que li permetrà assolir els principals fonaments teòrics d'aquestes determinacions i també resoldre les qüestions que es plantegin en relació amb cadascuna d'aquestes. La resolució d'aquestes qüestions per part de l'alumne suposarà una tasca personal d'autoaprenentatge que complementarà l'activitat presencial i contribuirà que s'assoleixin els objectius plantejats al principi de cadascuna de les determinacions analítiques i els plantejats en el pla docent de l'assignatura.

Totes les determinacions analítiques que figuren en aquest text consten dels apartats següents:

1. *Objectius*: s'hi descriuen els objectius docents que es volen assolir en relació amb cada determinació.
2. *Fonaments teòrics*: s'hi descriuen els principals fonaments teòrics relacionats amb la determinació analítica en qüestió.
3. *Mostres, reactius i material*: s'hi descriuen el conjunt d'elements tangibles necessaris per realitzar la determinació.
4. *Procediment analític*: s'hi descriu la seqüència d'accions pràctiques que s'han de fer per portar a terme la determinació.
5. *Qüestions*: consta de quatre preguntes relacionades amb la determinació analítica. Es pretén que, per resoldre-les, l'alumne utilitzi de manera integrada els coneixements i criteris assolits en les classes pràctiques. L'últim dia de classe pràctica es veurà com s'ha de fer la cerca bibliogràfica (descripció de la bibliografia recomanada i familiarització amb la utilització de bases de dades i revistes electròniques) necessària per resoldre aquestes qüestions.
6. *Bibliografia*: s'hi recullen referències bibliogràfiques directament relacionades amb la determinació.
7. *Lectures recomanades*: s'hi recullen les referències bibliogràfiques d'aquells textos que donen una visió àmplia i/o molt útil sobre el tema i que en faciliten la comprensió, i també les de textos que donen una visió complementària i que permetran a l'alumne tenir una visió global del tema.
8. *Glossari*: en cas que sigui necessari, hi figuren els termes o conceptes que es consideren importants per al seguiment de la determinació analítica.
9. *Annexos*: en aquest apartat, en cas que sigui necessari, hi figura el material complementari que resulta útil per al seguiment de la determinació analítica.

A més, al principi del text hi figura l'itinerari que ha de seguir l'alumne per poder realitzar tot el treball pràctic programat per a les tres setmanes d'activitat presencial que té l'assignatura. D'altra banda, al final del text es recullen les normes generals d'actuació als laboratoris docents de la Facultat de Farmàcia.

El contingut d'aquest text es complementa amb la informació que hi ha en el dossier electrònic de l'assignatura i també amb el contingut del text docent de l'assignatura d'Anàlisi d'Aliments, que es cursa prèviament.

Els autors

Itinerari recomanat per a la realització de les pràctiques d'anàlisi d'aliments

Distribució de les determinacions del grup 1

Sessió 1	Sessió 2	Sessió 3	Sessió 4	Sessió 5
Humitat (I)	Humitat (II): pesada i càlcul	Sucres (I), nitrats (I) i proteòlisi (I): preparació de la mostra	Sucres (II): preparació de la mostra i determinació	Càlcul per diferència dels hidrats de carboni totals i els hidrats de carboni complexos
Cendres (I): calcinació i incineració	Cendres (II): pesada i càlcul			Nitrats (II): determinació
Kjeldahl (I): digestió	Kjeldahl (II): destil·lació i valoració			Proteòlisi (II): determinació
	Hidroxiprolina (I): preparació de la mostra	Hidroxiprolina (II): preparació de la mostra	Hidroxiprolina (III): determinació	Determinació de sulfits
Lípids (I): hidròlisi àcida	Lípids (II): extracció	Lípids (III): pesada i càlcul		Discussió dels resultats de la setmana

La preparació de la mostra per als sucres, els nitrats i la proteòlisi és la mateixa.

Sessió 1	Sessió 2	Sessió 3	Sessió 4	Sessió 5
Determinació de la composició d'àcids grassos de diferents olis i greixos (I)	Determinació de la composició d'àcids grassos de diferents olis i greixos (II)	Determinació del contingut de tocoferols de diferents olis	Identificació d'antioxidants en galetes (I)	Identificació d'antioxidants en galetes (II)
				Índex de iode de diferents olis
				Discussió dels resultats de la setmana

Sessió 1	Sessió 2	Sessió 3	Sessió 4	Sessió 5
Determinació de sucres en la mel i els nèctars de fruita	Identificació de colorants artificials en aliments	Determinació d'aflatoxines en fruits secs	Anàlisi sensorial d'aliments	Discussió dels resultats de tota l'assignatura
				Assignació de les qüestions: orientació per resoldre-les. Consulta de bases de dades i revistes electròniques

Distribució de les determinacions del grup 2

<i>Sessió 1</i>	<i>Sessió 2</i>	<i>Sessió 3</i>	<i>Sessió 4</i>	<i>Sessió 5</i>
Determinació de la composició d'àcids grassos de diferents olis i greixos (I)	Determinació de la composició d'àcids grassos de diferents olis i greixos (II)	Determinació del contingut de tocoferols de diferents olis	Identificació d'antioxidants en galetes (I)	Identificació d'antioxidants en galetes (II)
				Índex de iode de diferents olis
				Discussió dels resultats de la setmana

<i>Sessió 1</i>	<i>Sessió 2</i>	<i>Sessió 3</i>	<i>Sessió 4</i>	<i>Sessió 5</i>
Humitat (I)	Humitat (II): pesada i càlcul	Sucres (I), nitrats (I) i proteïna (I): preparació de la mostra	Sucres (II): preparació de la mostra i determinació	Càlcul per diferència dels hidrats de carboni totals i els hidrats de carboni complexos
Cendres (I): calcinació i incineració	Cendres (II): pesada i càlcul			Nitrats (II): determinació
Kjeldahl (I): digestió	Kjeldahl (II): destil·lació i valoració			Proteïna (II): determinació
	Hidroxiprolina (I): preparació de la mostra	Hidroxiprolina (II): preparació de la mostra	Hidroxiprolina (III): determinació	Determinació de sulfats
Lípids (I): hidròlisi àcida	Lípids (II): extracció	Lípids (III): pesada i càlcul		Discussió dels resultats de la setmana

La preparació de la mostra per als sucres, els nitrats i la proteïna és la mateixa.

<i>Sessió 1</i>	<i>Sessió 2</i>	<i>Sessió 3</i>	<i>Sessió 4</i>	<i>Sessió 5</i>
Determinació d'aflatoxines en fruits secs	Anàlisi sensorial d'aliments	Determinació de sucres en la mel i els nèctars de fruita	Identificació de colorants artificials en aliments	Discussió dels resultats de tota l'assignatura
				Assignació de les qüestions: orientació per resoldre-les. Consulta de bases de dades i revistes electròniques

1. PREPARACIÓ DE LA MOSTRA (CARN I DERIVATS)

1.1. Objectius

La finalitat de les operacions que s'han de realitzar durant la preparació de la mostra és aconseguir una mostra tan homogènia com sigui possible per ser utilitzada per a l'anàlisi. Qualsevol tractament que no sigui el més adequat pot donar lloc a resultats que no siguin representatius.

L'alumne haurà de saber quines propietats ha de complir la mostra i, per tant, avaluar quin és el tractament més adequat en funció del tipus de mostra i de les necessitats d'aquesta per a l'anàlisi.

1.2. Fonaments teòrics

La determinació analítica és només una de les etapes de l'anàlisi d'aliments. La primera part sempre haurà de constar d'una fase de mostreig en la qual se selecciona una mostra representativa. La mostra que finalment se sotmetrà a l'anàlisi ha de tenir aquestes característiques:

- Representativitat: la mostra ha de ser representativa de la mitjana de la composició; és a dir, la mostra final que analitzarem ha de presentar un valor tan proper com sigui possible al valor mitjà de la població o bé del lot inicial.
- Homogeneïtat: la composició de la mostra que s'analitzarà ha de ser homogènia, és a dir, idèntica en totes les seves parts.
- Mida de la mostra adequada: es refereix al pes o volum de la mostra que es pren. Aquesta característica està condicionada per diferents factors: *la concentració* -com més minoritari sigui el component que s'ha d'analitzar, més quantitat caldrà agafar de la mostra-, *la sensibilitat de la tècnica i el nombre de determinacions o de components que vulguem analitzar*.

Un cop la mostra està seleccionada, cal preparar-la de manera adient. Aquesta fase té com a objectiu eliminar les parts no comestibles o no adients per a l'anàlisi i la trituració, l'homogeneïtzació i la reducció de la mostra. Finalment, una conservació incorrecta de les mostres abans de l'anàlisi o bé un tractament incorrecte durant les operacions prèvies de preparació, són factors que poden alterar la significació de l'anàlisi.

Les mostres de productes alimentosos sòlids s'han de reduir sempre per trituració de manera que es redueixi la mida de la partícula fins a un diàmetre màxim determinat. Amb la trituració, per una banda s'aconsegueix augmentar la superfície per unitat de pes, cosa que facilitarà les operacions de separació posteriors, i, per altra banda, s'afavoreix l'homogeneïtzació de la mostra. Normalment, les mostres de tipus tou, com ara un derivat carni, es trituren amb una picadora convencional. Si les mostres són més dures, caldrà utilitzar morters i fins i tot molins. Caldrà disposar sempre d'un procediment normalitzat que permeti repetir tot el procés de manera idèntica en les mostres d'una mateixa naturalesa.

Un cop la mostra està triturada, cal mesclar-la perquè quedi ben homogènia. Si es tracta d'aliments sòlids, s'han de mesclar després de triturar-los, mentre que les mostres líquides, lògicament, no cal triturar-les.

El més adequat un cop la mostra està preparada és fer l'anàlisi al més aviat possible per tal que no es produeixi cap tipus d'alteració, ja que les mateixes operacions fetes durant la preparació poden afectar l'analit. De tota manera, quan això no és possible, la mostra s'ha de conservar en les condicions òptimes que mantinguin al màxim les característiques de composició de la mostra. A l'hora de conservar la mostra cal anar en compte amb:

- Els possibles increments d'humitat per adsorció del vapor d'aigua atmosfèric o bé la possible pèrdua d'humitat per volatilització.
- La pèrdua de compostos per volatilització.
- L'acció enzimàtica, ja que durant la trituració de la mostra s'alliberen els enzims dels teixits.
- Les reaccions químiques: oxidació, hidròlisi...
- L'acció microbiana paral·lela al guany d'aigua de la mostra, ja que augmenta l'activitat de l'aigua.
- L'absorció de components a la paret dels envasos i la cessió de components dels envasos a l'aliment.

Per evitar tots aquests problemes, es poden aplicar una sèrie de mitjans segons el risc major o menor de cadascuna d'aquestes alteracions:

- Refrigeració o congelació: és el mètode més habitual i es pot aplicar pràcticament a qualsevol tipus de mostra.
- Envasament hermètic en envasos de plàstic o de vidre (aquest és més inert).
- Envasament al buit.
- Atmosferes anhidres: adequades per a productes molt secs, ja que tenen molta capacitat de captar aigua.
- Atmosferes inertes (nitrogen): útils sobretot en mostres fàcilment oxidables.
- Escaldat (o blanqueig): procés amb el qual s'inactiven els enzims, útil sobretot per a productes vegetals; és necessari si després s'ha de congelar el producte durant un temps.
- Liofilització: redueix l'activitat de l'aigua fins a valors mínims.
- Addició de conservadors: recomanable per a aquelles mostres que poden ser atacades fàcilment per bacteris o fongs. Cal tenir en compte que la substància addicionada no interfereixi en la determinació final.

1.3. Mostres i material

1.3.1. Mostres

Salami o algun altre derivat carni.

1.3.2. Material i aparells

- Ganivet.
- Picadora.
- Plaques de Petri.
- Càpsules de porcellana de 10 cm de diàmetre.

1.4. Procediment analític

Traieu les diferents capes protectores del producte en cas que n'hi hagi (pell, gelatina, greix -només si és necessari-, etc.). Agafeu una mostra representativa d'uns 200 g i talleu-la amb un ganivet en trossos més petits de 0,5-1 cm. Talleu la mostra en trossets encara més petits i passeu-los per la picadora per aconseguir una mostra homogènia.

La mostra ben homogeneïtzada s'ha de guardar immediatament a les plaques de Petri de manera que quedin tan plenes com sigui possible per tal d'evitar pèrdues d'humitat. Cal que es conservin refrigerades per tal d'evitar-ne el deteriorament o qualsevol canvi en la seva composició. Recordeu que les mostres s'han d'agafar en el període de temps més curt possible a l'hora de fer les determinacions analítiques.

1.5. Bibliografia

CODONY, R.; BOATELLA, J.; RAFECAS, M.; GUARDIOLA, F. *Anàlisi d'aliments* (recurs electrònic). Barcelona: Universitat de Barcelona, 2003.

POMERANZ, Y.; MELOAN, C. E. «Sampling». A: POMERANZ, Y.; MELOAN, C. E. (ed.) *Food analysis. Theory and Practice*. 3a edició. Nova York: Chapman and Hall, 1994, p. 16-25.

POMERANZ, Y.; MELOAN, C. E. «Preparation of samples». A: POMERANZ, Y.; MELOAN, C. E. (ed.) *Food analysis. Theory and Practice*. 3a edició. Nova York: Chapman and Hall, 1994, p. 26-36.

CHRISTEN, G. L. «Sampling and sample preparation». A: NIELSEN, S. (ed.) *Introduction to the chemical analysis of foods*. 2a edició. Boston: Jones and Bartlett Publishers, 1994, p. 39-50.

1.6. Lectures recomanades

LICHON, M. J. «Sample preparation». A: Leo M. L. NOLLET (ed.) *Handbook of food analysis*. Volum 3. *Methods and instruments in applied food analysis*. 2a edició. Nova York: Marcel Dekker, 2004, p. 1.741-1.755.

2. DETERMINACIÓ DE LA HUMITAT EN UN EMBOTIT.

2.1. Objectius

L'objectiu d'aquesta pràctica és determinar el contingut d'aigua d'un aliment per tal d'establir la composició centesimal del producte i, per tant, poder conèixer l'extracte sec per posteriorment expressar els valors de la resta de components de l'aliment respecte a la matèria seca. Aquesta pràctica s'ha de fer mitjançant la formació d'una pasta amb l'aliment, sorra i etanol al 95%. A continuació aquesta pasta s'ha d'assecar a $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ fins a obtenir un pes constant.

L'alumne haurà de jutjar la idoneïtat del mètode utilitzat per a la determinació de la humitat d'un aliment, enfront d'altres alternatives, valorant els avantatges i els inconvenients dels diferents mètodes descrits.

2.2. Fonaments teòrics

La composició centesimal o anàlisi tipus és un conjunt de determinacions l'objectiu de les quals és conèixer de la manera més ràpida i senzilla possible els principals components de qualsevol aliment, és a dir: aigua, glúcids totals, lípids o greixos totals, proteïnes totals i cendres o matèria mineral total.

Des del punt de vista quantitatiu, l'aigua és el component majoritari dels aliments (excepte dels aliments grassos, els dessecats, les llavors i els fruits secs). Té una funció estructural i, per tant, és important en la textura dels aliments, i també té importància tecnològica. Alhora, l'aigua és necessària per a moltes reaccions químiques i bioquímiques bàsiques per al desenvolupament del producte, mentre que altres reaccions poden ser indesitjables. Per tot això, l'aigua és habitualment un paràmetre de qualitat i moltes normes de qualitat recullen l'interval de valors o bé el valor màxim d'humitat que ha de presentar el producte.

En general, es pot dir que el contingut d'aigua en els aliments pot ser de més del 65 % en el cas de les fruites i els vegetals, entre el 50 % i el 70 % en la carn i el peix, i inferior al 10 % en els cereals.

En la determinació de l'aigua en un aliment, és especialment crítica la part de la preparació de la mostra, o sigui, la trituració i l'homogeneïtzació. Cal controlar el grau de trituració per evitar, per una banda, l'evaporació de l'aigua, i, per l'altra, l'adsorció d'aigua en incrementar excessivament la superfície de l'aliment. En tots dos casos es cometria un error en la determinació de la humitat. És important fer l'anàlisi al més aviat possible després de la preparació de la mostra i, alhora, conservar-la de manera òptima. Les mostres molt dessecades, que seran molt higroscòpiques, s'han de guardar en un dessecador.

2.2.1. Mètodes de determinació

A l'hora de determinar el contingut d'aigua d'un aliment és important tenir en compte que mai no determinarem el valor total d'aigua, ja que sempre hi haurà una petita proporció variable d'aigua que es troba íntimament lligada a la matriu del producte i que no és determinable per

cap mètode.

Els mètodes de determinació de la humitat es poden classificar de la manera següent:

- mètodes físics:	dessecació (indirecte)
	destil·lació (directe)
	conductimetria
	hidrometria

- mètodes químics: Karl Fischer

2.2.1.1. Mètode de dessecació

El mètode més habitual de determinació de la humitat d'un aliment és la dessecació. És un mètode indirecte que mesura el residu o la matèria seca que s'obté després de l'eliminació de l'aigua per calefacció de la mostra fins a un pes constant. Cal tenir en compte que no és un mètode massa adequat per a mostres que tinguin una proporció elevada d'olis essencials, ja que aquests s'evaporen a les temperatures de dessecació, ni per als aliments que s'alteren a temperatures elevades o els aliments amb una proporció elevada de greix, ja que podria conduir a resultats erronis.

En general, s'utilitzen càpsules de fons pla amb tapa en les quals la mostra es pot escampar de manera uniforme per tal que resulti una elevada superfície de contacte. Per tal de millorar la conducció de calor de l'estufa al contingut de les càpsules, aquestes solen ser d'alumini, però també poden ser de níquel, plata o platí.

En els mètodes recomanats per l'Association of Official Analytical Chemists (AOAC), el pes de mostra aconsellat és habitualment de 2 a 5 g, excepte per als fruits secs (5-10 g), la fruita i els vegetals (20 g).

A l'hora de dessecar en estufa, és millor utilitzar una estufa d'aire forçat, que facilita l'eliminació de l'aigua que es va evaporant. La temperatura que s'utilitza habitualment és entre 100 i 105 °C i s'aplica durant un temps que varia en funció de la quantitat d'aigua que conté l'aliment. Cal ajustar de manera adient la temperatura de calefacció, ja que cal recordar que el punt d'ebullició de l'aigua augmenta a mesura que aquesta interacciona de manera més intensa amb la matriu de l'aliment.

En mostres en les quals és difícil evaporar l'aigua, s'afegeix un intermediari que pot ser un sòlid inert com ara la sorra de mar o un sòlid dessecant com ara el sulfat sòdic anhidre. Per tal de facilitar l'evaporació de la humitat en mostres com els derivats carnis, s'afegeix algun dissolvent com ara l'etanol per tal de facilitar la disgregació de la matriu i la dissolució del greix i afavorir d'aquesta manera l'evaporació de l'aigua. Aquest dissolvent s'ha d'evaporar abans de dessecar en estufa.

Un cop es treu de l'estufa la mostra dessecada, aquesta s'ha de guardar en un dessecador a temperatura ambient, ja que un cop dessecada serà molt higroscòpica. Els dessecadors han de contenir un dessecant enèrgic (pentòxid de fòsfor) i preferiblement s'ha de fer el buit.

La dessecació és completa quan el pes de la mostra després de treure-la de l'estufa és constant. Cal evitar dessecar excessivament la mostra, ja que en aquest cas es podrien alterar altres components de l'aliment, com per exemple amb l'oxidació de lípids, cosa que conduiria a la fixació d'oxigen i, per tant, a un augment de pes.

2.2.1.2. Altres mètodes de dessecació

Per a la determinació de l'extracte sec existeixen altres mètodes de calefacció, com ara el forn microones o fins i tot els raigs infraroigs. El sistema de microones és molt útil perquè estalvia temps i perquè és molt eficaç.

2.2.1.3. Mètode de destil·lació

El mètode de destil·lació més utilitzat és el de Dean-Stark, que és un mètode de determinació directa que es basa a afegir a la mostra un dissolvent, que ha de ser immiscible en l'aigua, i mitjançant la destil·lació i posterior condensació es pot separar l'aigua del dissolvent. L'aigua es mesura finalment per volumetria (figura 1). Aquest mètode presenta una exactitud i una precisió limitades. Aquesta tècnica afavoreix la separació de l'aigua més lligada a la matriu, ja que utilitza la destil·lació per arrossegament amb un dissolvent orgànic que ha de tenir un punt d'ebullició pròxim als 100 °C (la formació d'una mescla azeotròpica assegura una destil·lació més quantitativa de l'aigua). A més, el fet de barrejar la mostra amb un dissolvent afavoreix la disgregació de la mostra, cosa que pot ser útil per a mostres amb una quantitat elevada de greix.

El dissolvent que s'utilitza ha de caracteritzar-se per tenir un punt d'ebullició similar al de l'aigua, ha de tenir menor densitat que aquesta i ha de ser immiscible en aquesta. Els dissolvents més usats són el toluè, el xilè i l'heptà.

La destil·lació s'utilitza en casos en què la dessecació no està recomanada, ja sigui perquè es tracta de mostres molt greixoses o bé perquè són mostres que contenen una proporció elevada d'olis essencials.

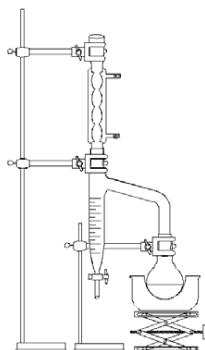


Figura 1. Sistema de Dean-Stark.

2.2.1.4. Mètode de Karl Fischer

El mètode de Karl Fischer és un mètode químic en què la mesura es fa mitjançant una valoració volumètrica en la qual l'aigua és un dels reactants i alhora és el factor limitador de la reacció.

Es basa en la reacció entre el iode i l'anhidrid sulfurós, que no pot tenir lloc en un medi metanòlic anhidre.



2.3. Mostres, reactius i material

2.3.1. Mostres

Producte carni: salami convenientment preparat d'acord amb el protocol de preparació de la mostra.

2.3.2. Reactius

- Etanol al 96 % (qualitat per a anàlisi [PA]).
- Sorra de mar rentada de gra fi (PA).

2.3.3. Material i aparells

- Balança analítica (sensibilitat: 0,1 mg).
- Càpsules d'acer inoxidable amb tapa.
- Varetes de vidre fines i curtes.
- Pipeta graduada de 5 mL.
- Bany d'aigua.
- Estufa de dessecació regulada entre 100 i 105 °C.
- Dessecador.

2.4. Procediment analític

2.4.1. Procediment

Assequeu la càpsula d'acer inoxidable amb la vareta de vidre i una quantitat de sorra de mar igual a 3-4 vegades el pes de la mostra, a l'estufa de dessecació (100-105 °C).

Un cop passats 30 minuts, traieu la càpsula de l'estufa i deixeu-la al dessecador fins que estigui a temperatura ambient. Peseu tot el conjunt (no peseu a temperatures molt altes per evitar la formació de corrents de convecció a la balança) (M_0).

Peseu a la càpsula, de manera exacta i precisa, 1,5 g de mostra (M_I), preparada d'acord amb el protocol.

Afegiu-hi també 5 mL d'etanol al 96 % i mescleu bé el salami, l'etanol i la sorra amb la vareta de vidre. Col·loqueu el conjunt al bany d'aigua (60-80 °C, per evitar projeccions) fins a l'evaporació total de l'etanol.

Tot seguit assequeu la mostra a l'estufa de dessecació, on la deixareu quatre o més hores. Un cop passat el temps establert, guardeu la càpsula al dessecador fins a temperatura ambient abans de pesar-la (M_2).

Repetiu les operacions d'assecatge fins que obtingueu un pes constant. No assequeu excessivament la mostra, ja que això podria provocar alteracions d'altres components de l'aliment, sobretot d'oxidació lipídica (cosa que provocaria la fixació d'oxigen i un augment del pes del residu sec).

2.4.2. Càlculs.

La diferència entre els resultats de dues determinacions simultànies o realitzades immediatament l'una després de l'altra per un mateix analista, no ha de ser superior a 0,1 g d'aigua per 100 g de mostra.

$$\text{Percentatge d'humitat} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \cdot 100$$

M_0 = massa en grams de la càpsula, la vareta de vidre i la sorra de mar.

M_1 = massa en grams de la càpsula, la vareta de vidre, la sorra i la mostra abans de la dessecació.

M_2 = massa en grams de la càpsula, la vareta de vidre, la sorra i la mostra després de la dessecació.

2.5. Qüestions

1. Calculeu el percentatge d'humitat del salami i compareu el resultat amb la legislació vigent i els valors de composició de l'etiqueta. Expliqueu breument les diferències observades.

La humitat que determineu en les pràctiques és la quantitat total d'aigua que conté l'aliment? Justifiqueu la resposta.

2. Expliqueu breument els avantatges i els inconvenients dels principals mètodes per determinar la humitat.
3. Com determinaríeu la humitat d'un producte lacteri deshidratat? Raoneu la resposta.
4. Com determinaríeu la humitat d'un producte deshidratat que conté aproximadament un 2% d'aigua? Poseu-ne un exemple i raoneu la resposta.

Descriviu per a totes les preguntes la bibliografia utilitzada.

2.6. Bibliografia

BRADLEY, R. L. «Water». A: NIELSEN, S. (ed.) *Introduction to the chemical analysis of foods*. 2a edició. Boston: Jones and Bartlett Publishers, 1994, p. 119-139.

HARDMAN, T. M. (ed.) *Water and Food Quality*. Nova York: Elsevier Appl. Sci., 1989.

JOSLYN, M. A. «Moisture content and total solids». A: JOSLYN, M. A. (ed.) *Methods in food analysis applied to plant products*. 1a edició. Nova York: Academic Press Publishers, 1950, p. 47-85.

KIRK, R. S.; SAWYER, R.; EGAN, H. «Métodos químicos generales». A: KIRK, R. S.; SAWYER, R.; EGAN, H. (ed.) *Composición y análisis de alimentos de Pearson*. 2a edició. Mèxic D. C.: CECOSA, 1996, p. 9-46.

Ordre de la Presidència del Govern de 7 de febrer de 1980, per la qual s'aprova la Norma de qualitat per als productes carnis embotits crus i «curats» en el mercat interior. BOE núm. 70, de 21 de març de 1980, p. 27.

PARK, Y. W.; BELL, L. N. «Moisture and ash content of foods». A: NOLLET, Leo M. L. (ed.) *Handbook of food analysis*. Volum 1. *Physical characterization and nutrient analysis*. 2a edició. Nova York: Marcel Dekker, 2004, p. 55-82.

POMERANZ, Y.; MELOAN, C. E. «Determination of moisture». A: POMERANZ, Y.; MELOAN, C. E. (ed.) *Food analysis-Theory and Practice*. 3a edició. Nova York: Chapman and Hall, 1994, p. 575-601.

2.7. Lectures recomanades

ISENGARD, H. D.; KLING, R.; REH, C. T. «Proposal of a new reference method to determine the water content of dried dairy products». A: *Food Chem.*, vol. 96 (2006), p. 418-422.

REH, C. T.; GERBER, A.; PRODOLLIET, J.; VUATAZ, G. «Water content determination in green coffee-Method comparison to study specificity and accuracy». A: *Food Chem.*, vol. 96 (2006), p. 423-430.

2.8. Glossari

Mescla azeotròpica. Mescla líquida de dos o més components que tenen un únic punt d'ebullició constant i fix i que en passar a l'estat de vapor manté la mateixa composició i es comporta com un líquid pur, és a dir, com si fos un sol component. La mescla azeotròpica no es pot separar per destil·lació.