Regional Distrito Capital Sistema de Gestión de la Calidad y Ambiental	Centro Nacional de Hotelería, Turismo y Alimentos
	GUIA DE LABORATORIO FISICOQUIMICA ***ANALISIS DE FRUTAS, HORTALIZAS Y DERIVADOS***
Código: Pág.:- 1 -	Versión: 3 / Fecha: Septiembre 30 del 2019

1. ***Determinación de sólidos solubles en agua por refractometria (º Brix)***

Colocar una muestra representativa sobre los prismas del refractómetro equipado con escala de porcentaje de azúcares y leer directamente.

2. ***Determinación de sólidos totales (Pérdida de agua)***

Pesar aproximadamente 3 g de muestra (Pm) (o una alícuota de 5 ml (Vm)) en una cápsula metálica, previamente tarada (Pc). Secar en estufa a 85-90º hasta peso constante (Pf).
% Sólidos totales = (peso muestra seca/peso o volumen muestra) x 100
% Sólidos totales = (Pf – Pc) x 100 / Pm ó Vm
% Humedad = 100 - % Sólidos totales

3. ***Determinación de pH***

Leer directamente con un pH-metro sobre 50 g (o 50 ml) de muestra a 20 ºC. Calibrar el potenciómetro con solución buffer de pH 4 y pH 7.

4. ***Acidez total***

Pesar entre 5 y 10 g de muestra (o tomar 10 ml), solubilizar en agua, adicionar 3 gotas de solución alcohólica de fenolftaleína al 1% y titular con solución de hidróxido de sodio 0,1 N
%acidez total = Vs x Ns x (100/ Vm o Pm) x (Peq ácido/1000)
Donde: Vs = volumen de solución de NaOH gastado en la titulación en ml
Ns= normalidad de la solución de NaOH
Vm= volumen tomado de muestra
Pm= peso muestra en g
Peq= peso equivalente del ácido predominante
Los pesos equivalentes de algunos de estos ácidos son:
Cítrico anhidro = 64
Málico = 67
Tartárico = 75
Acético = 60

5. ***Análisis de Acido Ascórbico (vitamina C)***

MÉTODO COLORIMÉTRICO DE LA 2-NITROANILINA
El ácido ascórbico por tratamiento con la 2-nitro anilina diazotada, da lugar al derivado 2-nitrofenilhidrazida del ácido oxálico, el cual en presencia de un exceso de NaOH forma una sal sodica de color violeta cuya absorbancia se mide a 540 nm.
La presencia de otras vitaminas, compuestos sulfhídricos, ácido sulfuroso, etc., no influyen en la determinación de ácido ascórbico por este método.
El método es adecuado para la determinación del ácido ascórbico en frutas, zumos, alimentos suplementados con la vitamina y en preparaciones farmacéuticas, en caso de que las soluciones o extractos sean transparentes, incoloros o a lo sumo tengan color amarillo débil.
Materiales y reactivos:
Tubos de ensayo, vasos de precipitado, embudo de vidrio, pipetas de 10 y 1 ml, gasa papel filtro y espectrofotómetro
Solución acuosa de ácido oxálico al 0,15%
Solución acética-clorhídrica de 2-nitroanilina al 0,16%- Disolver 80 mg de 2-nitroanilina en 4 ml de ácido acético glacial y diluir a 50 ml con HCl al 10%.
Solución acuosa de nitrito de sodio al 0,08%
Etanol absoluto o del 96%
Solución patrón de vitamina C en ácido oxálico del 0,15% en concentración 0,2 mg de vitamina/ml

Solución acuosa de NaOH al 10%

PROCEDIMIENTO

Las muestras sólidas se extraen con solución de ácido oxálico al 0,15%, y las líquidas (por ejemplo zumos de frutas) se tratan con solución de ácido oxálico en cantidad suficiente para proporcionar una concentración entre 0,2 y 2,0 mg de ácido ascórbico en 5 ml de extracto.

Preparación del extracto problema:

Filtrar sobre gaza el zumo obtenido de la fruta cítrica (limón, naranja, mandarina, toronja, etc.).

En un vaso de precipitado pequeño previamente pesado, medir con pipeta 5 ml del jugo libre de semillas y hollejos; pesarlo de nuevo. Por diferencia hallar el peso de los 5 ml de jugo y anotarlo. (Pm)

A 5 ml de jugo agregar 20 ml de solución de ácido oxálico al 0,15%. Agitar y dejar en reposo unos tres minutos.

Filtrar con papel de filtro seco. Este constituye el extracto problema.

Preparación de la curva de calibración:

Se rotulan 13 tubos de ensayo y se pipetean en su orden los siguientes reactivos:

Ver tabla.

Se mezcla bien el contenido de cada tubo.

Se lee a 540 nm ajustando el 100% de transmitancia con B.

Cálculos y expresión de resultados:

Con los valores de absorbancia en ordenadas y concentraciones en mg de vitamina C/10 ml en abscisas, construir la curva de calibración.

Interpolar el valor de la absorbancia y hallar la concentración del problema (Cp).

Hacer los cálculos necesarios para expresar resultados en:

mg de ácido ascórbico/100 ml de zumo y

mg de ácido ascórbico/100 g de zumo.

mg de vit. C / 100 de zumo = Cp x 25 x 100 / Va x Pm

TABLA

TUBO	B	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
2-nitro anilina (ml)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
nitrito de sodio* (ml)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
mezclar bien esperar 1’													
etanol (ml)	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8
Patrón ac. Ascórbico (ml)		0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0		
extracto problema (ml)												0,5	1,0
ácido oxálico (ml)	1,0	0,9	0,8	0,7	0,6	0,5	0,4	0,3	0,2	0,1		0,5	
mezclar bien reposo 5’													
NaOH al 10% (ml)	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
agua destilada (ml)	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8

6. ***Gravedad específica***

Determinar a 20ºC con un picnómetro, pesándolo vacío (Pp), con muestra (Ppm) y con agua (Ppa)
Gravedad específica = peso muestra / peso agua
Peso muestra = peso picnómetro con muestra – peso picnómetro = Ppm - Pp
Peso agua = peso picnómetro con agua – peso picnómetro = Ppa – Pp

7. ***Determinación de Cenizas***

Pesar en crisol tarado (Pc) entre 3 y 5 g de muestra (Pm), quemar al mechero hasta desaparición de humos, pasar a la mufla y llevar a cenizas a 550°C, hasta que estas estén blancas o grises. Dejar enfriar y pesar (Pf).
Si la muestra es líquida tomar 10 ml, evaporar a sequedad, quemar en mechero y luego a la mufla.

% de cenizas = (Pf – Pc) x 100 / Pm ó Vm
Donde: Pf = peso final, Pc = peso crisol, Pm = peso muestra, Vm = volumen muestra

FICHAS SEGURIDAD

Contenido – Identificación (nombre, formula y sinónimos)
Identificación de peligros (pictograma)
Medidas de primeros auxilios
Medidas de escape accidental

2-nitroanilina

Ácido acético glacial

Ácido ascórbico (vitamina C)

Ácido clorhídrico

Ácido oxálico

Buffer pH 4

Buffer pH 7

Etanol

Fenolftaleína

Sodio hidróxido

Sodio nitrito