



Analizado con el autoextractor de disolventes SER 158/6 (Ref. F303A0380)
y la unidad de hidrólisis HU6 (Ref. F30300110) **VELP Scientific**

DETERMINACIÓN DE GRASA TOTAL EN LECHE

Método RANDALL

RÁPIDO

AUTOMÁTICO

EFICIENTE

ECOLÓGICO

COSTE POR
ANÁLISIS
REDUCIDO

TRAZABLE

Nuestro departamento de aplicaciones está a su servicio. Consúltenos para demostraciones, cursos de formación y webinars

Referencia: VELP Procedimiento para determinación grasa total en leche entera

Aplicación: F&F-S-003-2018/A1

Palex
Constant Improvement

INTRODUCCIÓN

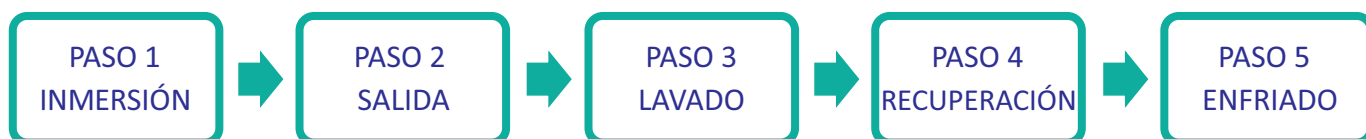
La leche de vaca es una de las bebidas más consumidas en el mundo, hay varios tipos de leche y estos pueden diferir en su contenido graso. La leche entera no presenta alteraciones en su contenido graso.

La leche descremada y al 1% se produce al eliminar la grasa de la leche entera.

La Administración de Alimentos y Medicamentos (FDA) en los Estados Unidos, ordena que el porcentaje de grasa láctea en peso en la leche entera no debe caer por debajo del 3.25 por ciento. En general, la leche entera de vaca contiene de 3.25 a 3.5 por ciento de grasa láctea, lo que equivale a aproximadamente 8 gramos de grasa por cada 8 onzas (237 mililitros) de leche.

DETERMINACIÓN DE GRASA EN LECHE ENTERA

El proceso de extracción con disolventes en caliente con la gama SER 158 puede resumirse en 5 pasos que no requieren presencia del operador:

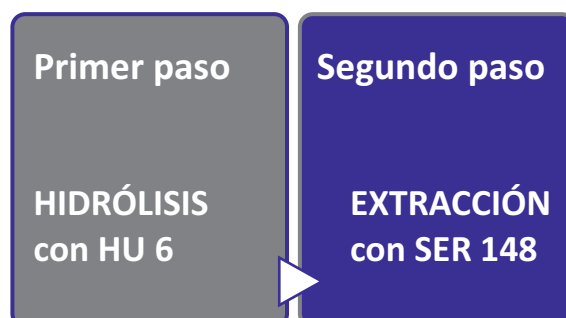


Durante la IMMERSION la muestra se sumerge en el disolvente en ebullición. En el paso de SALIDA “REMOVING”, se reduce automáticamente el nivel de disolvente por debajo del crisol de extracción. En el paso de LAVADO el disolvente condensado fluye a través de la muestra y a través del crisol para completar el proceso de extracción. El cuarto paso lleva consigo la recuperación del disolvente. Aproximadamente el 90% del disolvente se recoge en el tanque de recuperación interno. El paso final es el enfriado de los recipientes de extracción conteniendo la materia extraída. Las copas se elevan por encima del calefactor para evitar la combustión. Una vez enfriada se retiran y son colocadas en una estufa de aire forzado y enfriadas en desecador para posteriormente ser pesadas para el cálculo del porcentaje extraído.

MUESTRA

- Leche entera: Contenido graso etiquetado: 3.30 %

Para determinar la grasa total en la leche entera, la extracción directa con solventes no es eficiente porque una parte de los lípidos está químicamente unida a otros componentes. La determinación del contenido total de grasa de estas muestras requiere una hidrólisis previa con ácido clorhídrico 4 N, seguida de filtración y lavado, para liberar completamente las moléculas de grasa. Luego, la muestra hidrolizada está lista para la extracción y se puede transferir fácilmente al AutoExtractor de Solvente SER 158 evitando cualquier posible pérdida de muestra y asegurando una mayor precisión de los resultados (ver la siguiente imagen).



EQUIPO Y REACTIVOS

- Balanza analítica. 3 decimales
- Arena de vidrio, 0.4-0.8 mm (Ref. A00000089)
- Ácido Clorhídrico 4N
- Tubo 250 ml (Ref. A000000144)
- Botella vidrio para recolección de residuos (Ref. A00000088)
- Crisoles de vidrio P1 (Ref. A00000086)
- Celite 545 (Ref. A00000097)
- Crisoles extracción de vidrio (Ref. A00000290)
- Eter petróleo 40 – 60 °C como disolvente.
- Juntas Viton

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- Preparación de los crisoles de Hidrólisis.

Disponer 25 gr de arena de vidrio en crisoles de vidrio P1 y 3 gr de Celite 545: las dos capas resultantes no deben mezclarse de otro modo, la fase de Celite puede sobrepasar el crisol y afectar negativamente al resultado final.

- Preparación de muestra en el tubo de análisis.

Poner en agitación la leche entera, pesar 5 g de muestra en agitación (M_{sample}) y 2 g de Celite 545 en el tubo de ensayo. En cada tubo de ensayo añadir 50 ml de ácido clorhídrico 4N, agitar suave y cuidadosamente, y finalmente añadir otros 50 ml de ácido clorhídrico con el fin de enjuagar el residuo de la muestra que pueda quedar en las paredes del tubo.

- Preparación de los recipientes de extracción de vidrio.

Mantener los recipientes de extracción de vidrio en una estufa a 105°C durante una hora. Dejarlo enfriar en un desecador y registrar su peso con exactitud de la tara (M_{tare}).

PROCEDIMIENTO DE HIDRÓLISIS CON HU6

Colocar 6 crisoles P1 en la unidad HU6 y conectar los tubos de aspiración: por un lado ha de estar colocado en la junta de sellado del crisol y por el otro debe estar en contacto con el tubo de análisis.

Programar 170 °C durante 30 minutos.

Colocar 6 tubos de análisis en el calefactor, poner en contacto los recipientes de vidrio y active la bomba de vacío.

- ➔ En el caso de espumas, añadir ácido clorhídrico 4 N gota a gota en el interior de los tubos.

Al finalizar el procedimiento, apagar y permitir la aspiración del contenido de los tubos en el crisol.

Levantar el vidrio hasta el punto más elevado y asegurarlo.

Añadir agua caliente (40-50°C, 250 ml) lentamente, para aspirar todos los restos de la hidrólisis en el tubo e análisis. Extraer los tubos de aspiración y los crisoles conteniendo la muestra tras el lavado: mezclar la capa de muestra hidrolizada con la capa de Celite mediante una espátula para romper el film.

- ➔ Tener cuidado de no deteriorar la capa de arena de vidrio.

Esta operativa ayuda al secado de la muestra, que debe ejecutarse en estufa a 105 °C por un periodo de 1.5 a 6 horas.

Si las muestras secas no son extraídas de modo inmediato, disponerlas en un desecador y dejarlas enfriar a temperatura ambiente. Mezclar la capa de muestra hidrolizada y Celite con una espátula para obtener el polvo hidrolizado.

- ➔ Tener cuidado de no deteriorar la capa de arena de vidrio.

PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN CON SER158

Fijar los crisoles con los contenedores de los crisoles (Ref. A00000293). Los recipientes de extracción conteniendo los crisoles se disponen en el calefactor ultrarrápido del SER 158.

En el ControlPad selecciona "Analysis", y el método "Total fat in milk powder" que presenta los parámetros:

- Tiempo inmersión: 55 minutos
- Tiempo enfriado: 5 minutos
- Tiempo lavado: 55 minutos
- Tiempo salida: 10 minutos
- Eter de petróleo 40-60 °C, 100 ml
- Tiempo recuperación 30 minutos

Cerrar la puerta de seguridad y añadir disolvente con el sistema de dispensado SolventXpress™ para reducir la exposición del operario a los vapores químicos.

Pulsar START para iniciar el proceso de extracción. Al finalizar el proceso disponer los recipientes conteniendo el extracto en una estufa de secado (1 hora a 105 °C), dejarlos enfriar en un desecador a temperatura ambiente y registrar su peso con exactitud (M_{tot}).

RESULTADOS EN LECHE ENTERA

Los resultados del análisis se calculan automáticamente y se almacenan en el ControlPad al introducir los pesos en el software (manual o automáticamente a través de una balanza). El cálculo del porcentaje de extracción se realiza mediante las siguientes fórmulas

$$\text{Extracto (g)} = (\text{Total} - \text{Tara}) \text{ Extracto} \quad (\%) = \text{Extracto} \times 100 / (\text{muestra})$$

Donde:

Muestra = Peso de muestra (gr).

Tara = Peso del recipiente de extracción vacío (gr).

Total = Peso del recipiente de extracción + extracto (gr).

Tara (gr)	Muestra (gr)	Total (gr)	Extracto (gr)	Extracto (%)
133.4990	4.9942	133.6639	0.1649	3.30%
134.2064	4.9258	134.3701	0.1648	3.32%
133.3924	5.1152	133.5613	0.1689	3.30%
133.8903	4.8941	134.0520	0.1617	3.30%
133.3274	5.0053	133.4916	0.1642	3.28%
133.4593	4.9648	133.6220	0.1627	3.28%
			Media ± SD%	3.30 ± 0.02
			RSD% **	0,52

Valor de grasa etiquetado: 3.30%

** RSD% = (Desviación estándar x 100)/Media

CONCLUSIÓN

Los resultados obtenidos son fiables y reproducibles y con una buena correlación a lo esperado, con una baja Desviación Estándar (RSD < 1%). Por ello el auto extractor de disolventes modelo SER 158 es una buena solución para la determinación de grasas en pienso.



Puntos relevantes de la unidad de hidrólisis HU 6:

- Seguridad, reduce la exposición.
- Permite tanto la hidrólisis ácida como la básica.
- No requiere transferencia de muestra al pasar de HU 6 a SER 158.

Puntos relevantes de la extracción de disolventes (Randall) mediante el auto extractor 158:

- Hasta 5 veces más rápido que el método Soxhlet (disolvente caliente frente a disolvente frío).
- Bajo consumo de disolvente (elevada recuperación 90%).
- Método oficial aceptado global.
- Coste limitado por análisis.
- No hay exposición a disolventes.
- Trazabilidad total con cálculo de resultado y almacenado del mismo en el microprocesador.