

ANALÍTICA II – LABORATORIO

ÍNDICE

Introducción.....	2
Importancia de la toma y preparación de la muestra.....	2
Partes y composición de los granos	3
Equipamiento para el análisis comercial	4
Humedad.....	9
Métodos.....	9
Método patrón: Brown-Duvel.....	10
Método gravimétrico	11
Métodos eléctricos.....	12
Materia grasa	14
Método patrón: Butt.....	14
Otros métodos	17
Acidez de la materia grasa	18
Proteína.....	20
Método Patrón: Método Kjeldhal	20
Otros métodos	23
Relación del contenido en proteínas y la calidad comercial	24
Fibra	25
Subproductos oleaginosos	26
Micotoxinas	29
Capacidad germinativa.....	32
Determinación de viabilidad por tetrazolium (Vitascope).....	32
Análisis para determinar la aptitud panadera de las harinas	33
Cenizas	34
Panificación experimental.....	35
Gluten.....	37
Zeleny test o test de sedimentación	41
Molino Bulher	42
Falling number o número de caída.....	45
Alveógrafo de Chopin.....	47
Farinógrafo de Brabender	51
Extensógrafo de Brabender.....	55
Zimotaquígrafo de Chopin.....	56
Amilógrafo de Brabender.....	57

Introducción

El estudio de esta materia nos lleva a comprender los métodos de análisis físicos y químicos utilizados para evaluar la calidad del grano y por ende de sus productos y subproductos. Estos análisis nos darán como resultado números o parámetros que nos permitirán evaluar la mercadería que estamos tratando. Se describen los análisis fundamentales realizados rutinariamente a campo y en laboratorios para el aseguramiento de la calidad de las materias primas y productos de elaboración.

En nuestro país y en la mayoría de los países compradores muchos son los destinos de los cereales, granos y oleaginosas, estos se utilizan como materia prima para la elaboración de productos de primera calidad y subproductos ya sea para la alimentación de humanos y animales.

Cabe destacar que por el nivel de producción los más importantes son los cereales y las oleaginosas.

Algunos granos son consumidos como tales luego de una serie de procesos como el arroz, en cambio otros son industrializados como los trigos para la obtención de harinas al igual que el maíz, el que también se utiliza para la obtención de aceite. La cebada se utiliza para la obtención de malta previa a la elaboración de cerveza. Las oleaginosas se destinan básicamente la elaboración de aceites comestibles los de mayor importancia son el girasol y la soja luego la colza y el maní (también se consume como grano). Para la producción de aceites industriales se destinan el lino y el cártamo con los que se elaboran pinturas y barnices. Por otro lado las leguminosas generalmente se consumen como granos; y así, podríamos mencionar infinidad de destinos de los granos.

Importancia de la toma y preparación de la muestra

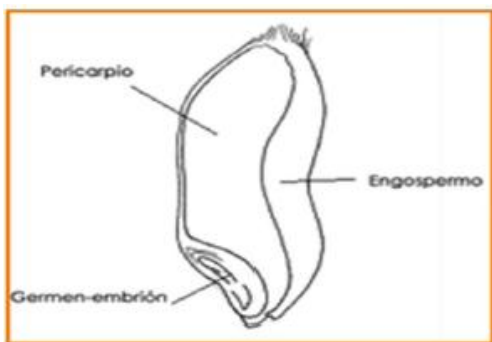
Todo proceso analítico comienza con la selección y preparación de la muestra y termina con la presentación de resultados.

Para realizar el análisis físico-químico se deben extraer muestras representativas del lote de la mercadería a analizar. De nada servirá hacer el análisis con sistemas altamente confiables si la muestra no es significativamente fiel del lote que representa.

Una muestra incorrecta conduce a resultados incorrectos. La muestra debe tomarse con técnicas e instrumentos adecuados, como también influyen el tamaño de la misma y el lugar donde se la obtuvo.

Una vez obtenida la muestra, se procede a prepararla para realizar el análisis que corresponda. Antes de hacer el análisis hay que cumplir una serie de pasos a seguir como lo son la división, homogenización, molienda, secado, filtración, dilución, etc. que dependerán del análisis a realizar.





Partes y composición de los granos

Todos granos tienen una estructura semejante, formada por el pericarpio, o capa externa, y por la semilla, que a su vez está compuesta por el endospermo y el germen.

El endospermo es la parte más desarrollada del grano y es donde se acumulan las sustancias de reserva que servirán para el desarrollo de la planta, es la fracción del grano que constituirá la harina.

El germen es la parte del grano que contiene el embrión, rico en aceite.

El pericarpio junto con las capas más externas de

la semilla constituirá el salvado.

Todos los granos están compuestos por agua, proteínas, azúcares, grasas, vitaminas y minerales; los componentes y su porcentaje varían en función de la especie, factores agronómicos y climáticos.

Equipamiento para el análisis comercial

Elementos fundamentales en el recibo de granos:

- ✓ Calador zonda (cada celdilla carga 40g de maíz aprox.)
- ✓ Catre o mesa
- ✓ Humedímetro (Tesma o Delver)
- ✓ Divisor de muestra o Boerner (homogeneizador)
- ✓ Zaranda (insectos vivos)



Calador Automático para Camiones y Vagones (Jorgensen)



Balanza para la Determinación de Peso Hectolitrito



Boerner (homogeneizador)



Higrómetro de Granos Enteros
(Tesma Modelo A 79)



Determinación de Proteínas
(Dickey-John Modelo Gac III)



Extensografo



Determinación de humedad
y Peso Hectolitrico (Chopin)



Farinografo



Determinación de la Actividad
Alfa-Amilasica (Falling Number 1500)



Estufa de Secado con Circulación forzada de Aire



Analizador de Proteina, Materia Grasa,
Almidón y Gluten (Dickey - John Mod. Instalab 600)



Extractor de Materia Grasa Tipo Butt



Juego de Zarandas de 7 Cuerpos
para el Análisis de Semillas



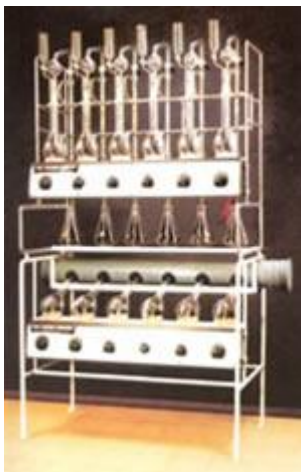
Estufa de Germinación



Lupa Binocular



Pinzas utilizadas en el Análisis de Granos y Semillas



Equipo Kjeldahl Combinado para
Digestión y Destilación



Balanza Analítica Electrónica



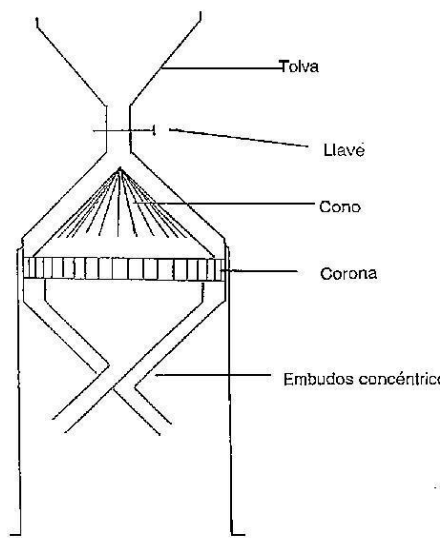
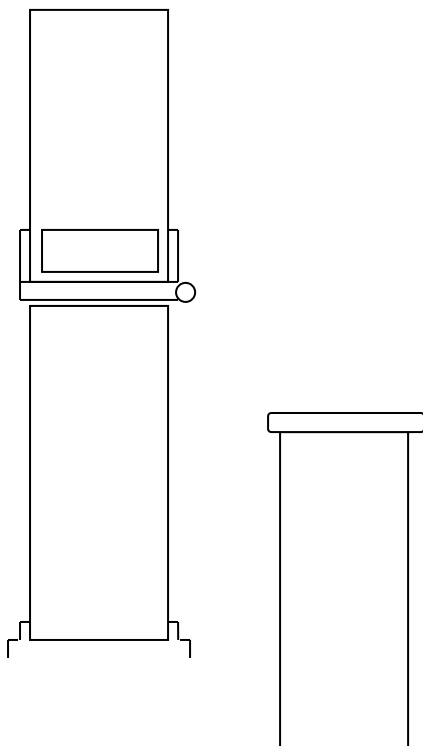
Balanzas Electrónicas de Precisión

Homogeneizador y divisor de muestras

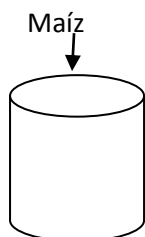
Aparato portable compuesto por una tolva receptora de grano con forma de cono invertido de una capacidad variable, comunicada por su base al cono por medio de una válvula que permite cortar o posibilitar el paso del grano.

El cono, recinto donde se produce la expansión del grano, continúa su base con la corona divisora, que consta de 72 celdas radiales que dividen la muestra en partes iguales, derivándolas a las bandejas cónicas ubicadas debajo de la corona. Estas se encuentran de a dos, cuatro, o seis, una debajo de la otra y reciben el grano separado por la corona divisora desviándolo a 2, 4, o 6 salidas o recipientes, donde se recibe finalmente el grano.

Se utiliza para producir la mezcla de los granos o porciones de granos que componen una muestra, a la vez que se efectúa una división de la misma en un número variable de partes semejantes.

**Balanza de peso hectolítrico. Balanza de Schopper: PH**

Peso hectolítrico (PH): es un rubro de calidad y una medida de capacidad (100 litros de granos expresados en kg por hectolitro).



100 litros

Procedimiento para utilizar la balanza de Schopper

Introducir la cuchilla D en la ranura, colocándose sobre la misma el émbolo E y el tubo receptor B. Todo el conjunto debe quedar inmóvil.

Llenar el tubo volcador C con la mercadería a pesar tratando de no tocar los granos con la mano. Se debe tomar el tubo volcador por la boca con los dedos índice y pulgar. Se coloca sobre el tubo receptor B a unos 3 o 4cm de altura por encima del borde superior, volcando el grano en el centro del mismo sin que el flujo toque las paredes del tubo. Operación a velocidad regular, completándose en 8 o 10 segundos.

Retirar con un movimiento rápido la cuchilla de la ranura, sin mover el conjunto con lo cual el extractor de aire y los granos caerán juntos en la medida de capacidad de 250ml.

Posteriormente se coloca de nuevo la cuchilla en la abertura de la medida de capacidad cortando el sobrante que aún pueda haber en el tubo receptor, debiendo cuidar que no quede ningún grano sobre la cuchilla.

Retirar el tubo receptor y la cuchilla para luego colgar la medida de capacidad en un extremo del fiel.

Sobre el plato que pende del extremo opuesto se colocarán las pesas hasta equilibrar la balanza, obteniéndose el peso de los 250ml. Finalmente se convertirá el peso a kg por hectolitro, utilizando tablas.



HUMEDAD

Los granos son porosos, con capacidad para ceder o tomar agua en forma de vapor del medio que los rodea; solo un leve exceso de agua y en combinación con la temperatura pone en peligro su conservación y por ende su calidad.

El agua en el grano puede ser:

- ✓ No esencial o absorbida: es de fácil separación, se extrae sin provocar deterioro y se la denomina agua de mojamiento, compuesta por:
 - Superficial: rodea al grano, se ubica en el pericarpio o tegumento del grano. Será mayor cuando mayor sea la superficie del grano y la humedad exterior.
 - Capilar: se ubica en pequeños capilares en el interior.
- ✓ Esencial o combinada: solo se podrá separar produciendo alteraciones en las características o constitución de los componentes del grano, es la llamada humedad de constitución y está ligada químicamente al grano formando parte de su composición molecular.

Si se expone un grano al ambiente, este podrá perder o ganar humedad dependiendo de las humedades del grano y de la atmósfera que lo rodea; este intercambio se detendrá cuando se alcance la humedad de equilibrio.

Es difícil determinar por separado estas humedades, razón por la cual existen varios métodos. La superficial y la capilar, constituyen la llamada “agua libre”, están en relación con el agua del medio y disponibles para los procesos de deterioro afectando la conservación.

Humedad tal cual y humedad de referencia

La humedad tal cual es aquella que se le toma al grano junto con sus materias extrañas es decir se basa en la humedad de la integridad de la muestra.

La humedad de referencia es aquella que va a ser utilizada en distintos métodos y/o análisis para convertir un valor húmedo a seco y se toma con método patrón; y la muestra debe estar libre de cuerpos extraños.

Determinación de humedad

La humedad es un factor importante de calidad por su efecto sobre la conservación. Además conocer su contenido es importante en cuanto a lo económico.

Si guardamos los granos con una humedad adecuada y limpios, los tiempos de conservación se alargan, las pérdidas y riesgos disminuyen.

Métodos

Existen muchos, basados en distintos principios, dependiendo del objetivo que persiga la persona que está realizando la determinación.

Las necesidades de rapidez y exactitud no son siempre las mismas, así:

- ✓ Al productor que le interesa conocer la humedad de su cultivo para confirmar su cosecha le interesa un método rápido, resistente al trabajo de campo y de simple uso para destinar el lote a la secadora o al silo directamente. La exactitud estará en segundo lugar para él.
- ✓ Para una transacción comercial a un técnico le interesara un aparato sencillo, un método práctico, pero exacto, aunque le lleve más tiempo ya que el valor obtenido incide directamente en la liquidación de la mercadería.
- ✓ Para un laboratorista, lo que más le interesa es la exactitud, sin importar la demora.

Dentro de los métodos podemos mencionar:

- ✓ Métodos por destilación directa
 - Arrastre por destilación con líquidos volátiles como tolueno, xileno, etc.
 - Destilación con aceites minerales no destilables como el Brown-Duvel.
- ✓ Métodos por destilación indirecta o gravimétricos (evaporación de la humedad por calentamiento)
 - A presión atmosférica: se utilizan estufas con cámaras de agua, estufas de aire a distintas temperaturas como la semiautomática de Brabender.
 - Estufas de vacío, con cámaras de aire, de aceites, etc.
- ✓ Métodos físicos rápidos
 - Basados en la resistencia del producto
 - Basados en la constante dieléctrica o capacitancia (Tecator, Tesma, Delver)

- Basados en la absorbancia de la luz infrarroja (Infratec)
- ✓ Métodos químicos o de valoración (Fosmot o Haman con reactivo de Fischer)

Método Brown-Duvel (para todos los granos, sobre muestra tal cual)

Este método se basa en la destilación del agua contenida en los granos.

La humedad del grano se elimina por calentamiento del aceite mineral no destilable; el agua contenida en los granos se desprende en forma de vapor de agua y se condensa en un refrigerante, siendo el agua extraída recogida en una probeta graduada, acusando directamente el porcentaje de humedad del grano puesto que se emplean 100 g de muestra. El calentamiento debe interrumpirse cuando el termómetro llegue a las siguientes temperaturas, según el grano que se esté estudiando:

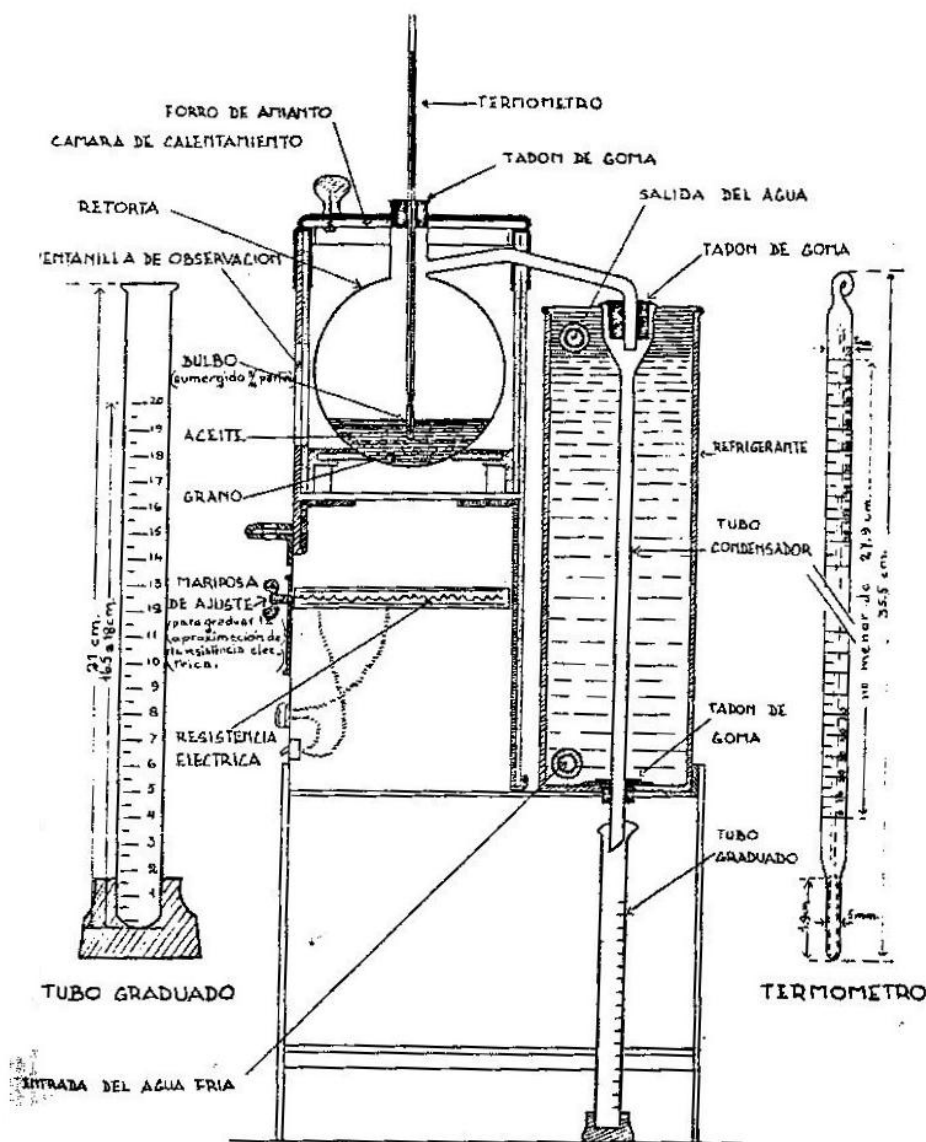
Centeno-----185 °C

Maíz y cebada-----190°C

Trigo, avena y sorgo granífero-----195°C

Arroz con cáscara-----210°C

La lectura del agua extraída se hará cuando el termómetro marque 160 °C y las determinaciones se harán por duplicado, no debiendo diferir los resultados en un 2%.



*Aparato Brown-Duvel para determinar la humedad.
Corte mostrando las distintas partes conectadas
para el uso.*

Método gravimétrico

Con este método se determina la humedad como merma en el peso de una muestra de granos cuando es calentada bajo condiciones especiales.

Equipamiento necesario:

- ✓ Molino de laboratorio
- ✓ Estufa con circulación de aire que mantenga una temperatura constante de 130°C, para el maíz se utilizará una estufa de iguales características pero la temperatura deberá mantenerse en 103°C.
- ✓ Capsulas de aluminio con cierre hermético.

Procedimiento:

1. Talar las capsulas con sus tapas e identificarlas con un número.
2. Luego se coloca una porción de muestra previamente molida en molino de laboratorio (generalmente 10 gr.).
3. Tapar las capsulas.
4. Pesar las capsulas conteniendo la muestra.
5. Colocar las capsulas destapadas en la estufa con sus tapas correspondientes debajo durante 60 minutos (tomando el tiempo desde que la estufa alcanza los 130°C para todos los granos y 103°C para el maíz).
6. Una vez transcurridos los 60 minutos, tapar las capsulas, sacarlas de la estufa y dejarlas enfriar a temperatura ambiente.
7. Pesar las capsulas frías tapadas en balanza de precisión.

Siendo:

$$\%H = ((A - B)/C) * 100$$

%H: porcentaje de humedad

A: peso de la capsula más la muestra antes de secar

B: peso de la capsula más la muestra después de secar

C: peso inicial de la muestra (A – Tara capsula)

El análisis se realiza por duplicado, al final se promedian los resultados los que no deberán diferenciarse en más del 2%. El resultado se expresa al décimo.



Estufa de aire forzado

Método para la determinación de humedad de oleaginosas en estufa

El procedimiento es igual al descripto anteriormente pero se hace sobre la muestra sin moler.

El tiempo de secado en estufa está estipulado para cada oleaginosa:

Girasol----- 75'
 Cártamo----- 120'
 Maní----- 180'
 Lino----- 180'

Importancia de la medición de humedad

La humedad limita el desarrollo de los factores bióticos. Se debe considerar la humedad intergranaria y la del grano, las que están en permanente interacción en busca de un equilibrio. Al madurar, el grano contiene hasta un 30% de agua del vegetal, que será necesario reducir a la mitad o aún más para asegurar su conservación. A esta humedad habrá que sumarle aquella

que se adhiera a su superficie por lluvia, rocío, humedad ambiental y la ingresada debido a su estructura capilar. La humedad es un parámetro muy importante para la conservación de los granos.

Relación entre humedad del grano y del ambiente

El grano en relación con el medio puede encontrarse en tres situaciones:

- ✓ El grano pierde más agua de la que gana (existe menor humedad fuera que dentro del grano, o sea la humedad del grano es mayor que la HR)
- ✓ El grano gana más agua de la que pierde (existe mayor humedad fuera del grano que dentro, o sea la HR es mayor que la del grano)
- ✓ El grano pierde y gana la misma cantidad de agua (esta en equilibrio con el medio)

Si guardamos los granos con la humedad adecuada y limpios, los tiempos de conservación se alargan, las pérdidas y riesgos disminuyen.

Métodos eléctricos

Se basan en la medición de la resistencia que ofrece la muestra al paso de corriente eléctrica, a mayor humedad mayor paso de corriente. Como habíamos dicho anteriormente los granos no son buenos transmisores, pero esta propiedad aumenta al aumentar la cantidad de agua, ya que ésta presenta una conductividad mayor que la sustancia seca del grano. Son rápidos pero susceptibles a fallas.

Para corregir este defecto los aparatos de conductancia se han reemplazado por aquellos que miden las propiedades dieléctricas de materiales aislantes, por ejemplo granos con reducida humedad; a estos aparatos se los denomina de capacitancia (Humedímetros) y son de ajuste más difícil que los anteriores; estos deben estar correctamente regulados.

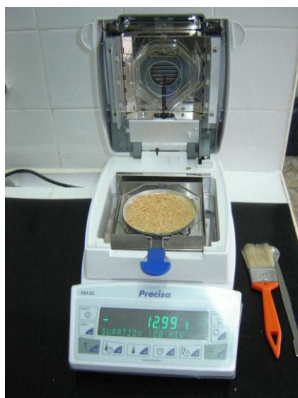
Afortunadamente existen hoy en el mercado nuevos medidores de humedad, más precisos y que hacen automáticamente la corrección por temperatura.



Humedímetro Tesma



Humedímetro Dickey John



Humedímetro para harina

MATERIA GRASA

La materia grasa es el valor que indica la cantidad de aceite extraído presente en 100 gr. de muestra seca y limpia expresado en % al décimo.

Método patrón: Butt

Fundamento: determinación de la materia grasa por extracción con solvente sobre muestra seca y limpia.

Equipamiento:

- ✓ Equipo extractor Butt con calentamiento eléctrico.
- ✓ Estufa con circulación forzada.
- ✓ Molinillos eléctricos a cuchilla horizontal.
- ✓ Zarandas de 20 cm de diámetro con orificios circulares de 2 mm de diámetro.
- ✓ Papel de filtro Whatman G P de 15 cm de diámetro o equivalente.
- ✓ Balanza que pese con una precisión de +/- 0,01 g.

Reactivos:

- ✓ Hexano normal

Procedimiento:

1. Homogeneizar y pesar aproximadamente 25 g de muestra libre de cuerpos extraños obtenida por cuarteo.
2. Moler en el molinillo de cuchilla horizontal, de manera tal que no menos del 99% pase a través de una zaranda que posea orificios circulares de 2 mm de diámetro (de quedar retenido más del 1% volver la muestra al molino).
3. Homogeneizar y pesar 5 g, +/- 0,01 g. del material molido.
4. Pasar cuantitativamente a una hoja de papel de filtro y hacer el cartucho.
5. Colocar el cartucho en la parte superior del extractor Butt, cuyo matraz ha sido previamente tarado.
6. Agregar aproximadamente 40 ml de hexano normal a 62-68°C al matraz.
7. Llevar el conjunto sobre el calentador eléctrico a 90-95°C. Extraer durante el tiempo indicado, según el grano.

El equipo posee un rulo de acero inoxidable en su parte superior por donde circula agua corriente, entonces al evaporarse el solvente choca contra éste y se condensa, goteando sobre el cartucho.

Cuando el goteo se hace continuo (150 gotas por minuto) se comienza a tomar el tiempo:

- ✓ Girasol: 2 horas
 - ✓ Maní: 4 horas
 - ✓ Colza: 5 horas
 - ✓ Cártamo: 5 horas
 - ✓ Soja: 6 horas
 - ✓ Lino: 8 horas
8. Finalizada la extracción, evaporar hasta que la mayor parte del solvente haya sido eliminada (no se recupera el solvente).
 9. Llevar a estufa con circulación forzada, a 130° C durante 1 hora (para evaporar restos de solvente).
 10. Enfriar a temperatura ambiente y pesar.

Cálculo:

$$\%MG_{ssh} = ((P - T)/M) \cdot 100$$

Siendo:

%MG_{ssh}: porcentaje de materia grasa sobre sustancia húmeda y limpia.

P: peso del matraz más materia grasa.

T: tara del matraz.

M: peso de la muestra molida (5 gr.)

Para obtener el porcentaje de materia grasa sobre sustancia seca y limpia se aplica la siguiente fórmula:

$$\%MG_{sss} = (\%MG_{ssh} \cdot 100) / (100 - \%HR)$$

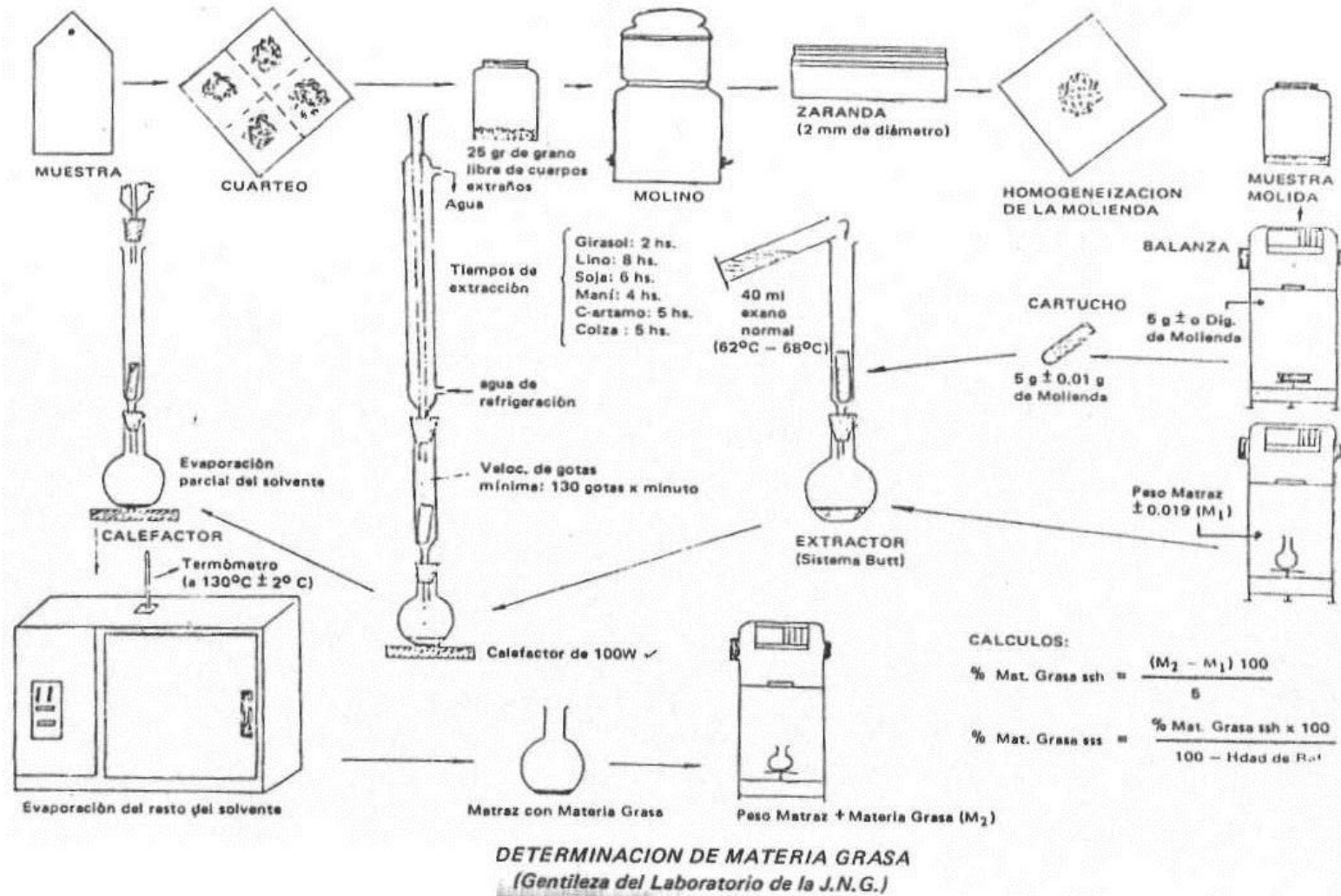
Siendo:

%MGsss: porcentaje de materia grasa sobre sustancia seca y limpia.

%MGssh: porcentaje de materia grasa sobre sustancia húmeda y limpia.

%HR: porcentaje de humedad de referencia sobre sustancia limpia y molida.

El porcentaje de materia grasa se expresará al décimo, las determinaciones deberán efectuarse por duplicado y el promedio no deberá diferir en más 1 % de los valores parciales obtenidos.

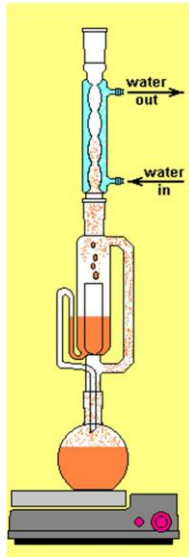


Otros métodos

Twisselmann o soxhlet que también es por extracción con solventes pero éste último puede recuperarse, métodos refractométricos y magnéticos o eléctricos.



Equipo Twisselmann



Equipo Soxhlet

ACIDEZ DE LA MATERIA GRASA

Fundamento: Determinación del porcentaje de ácidos grasos libres, expresados como ácido oleico, en la materia grasa obtenida según "Método Butt". Dicho parámetro se obtiene por medio de una reacción química que se produce entre los ácidos grasos libres presentes en el aceite y el Hidróxido de Sodio (NaOH).

La acidez proviene de la degradación de los triglicéridos del aceite. En la materia prima de mala calidad o almacenada de manera incorrecta, los ácidos grasos se desprenden y se miden al determinar la acidez. Por aumento de temperatura también pueden desnaturalizarse proteínas que liberan ácidos grasos y contribuyen a aumentar la acidez, pero dicho aporte se considera insignificante.

Esta determinación es importante como indicador de calidad del producto dado que los valores de acidez que arroja el método no se pueden mejorar (disminuir).

Reactivos:

- ✓ Solución acuosa de hidróxido de sodio 0,100 N
- ✓ Solución alcohólica de fenolftaleína al 1 %
- ✓ Solución alcohol - tolueno (1:1). Se colocan en un recipiente adecuado, un volumen de alcohol etílico, un volumen de tolueno. Antes de usar esta solución deberá ser neutralizada usando fenolftaleína como indicador

Procedimiento:

1. Disolver en el mismo matraz, la materia grasa obtenida según el "método Butt", con aproximadamente 50 mililitros de solución alcohol - tolueno.
2. Agregar 2 gotas de solución indicadora de fenolftaleína y titular*1 con solución de hidróxido de sodio 0,100 N hasta viraje del indicador (de incoloro a color rosado intenso).

*1 *Titulación*: esta es una práctica de laboratorio donde se neutraliza la acidez de la materia grasa utilizando una base (sustancia química opuesta al ácido). Durante la titulación se agrega gradualmente y de a gotas la base al recipiente conteniendo la materia grasa disuelta, el goteo se intermite cuando se produce el cambio de coloración gracias al indicador presente.

Cálculos:

$$\%Ac. MG = (V_{NaOH} \cdot C_{NaOH} \cdot 28,2) / gr. muestra$$

Siendo:

%Ac. MG: porcentaje de acidez de la materia grasa (gr. de ácido oleico en 100 gr. de materia grasa).

V_{NaOH}: volumen de hidróxido de sodio gastados en la titulación (en mm).

C_{NaOH}: concentración de hidróxido de sodio utilizado (0,1 N).

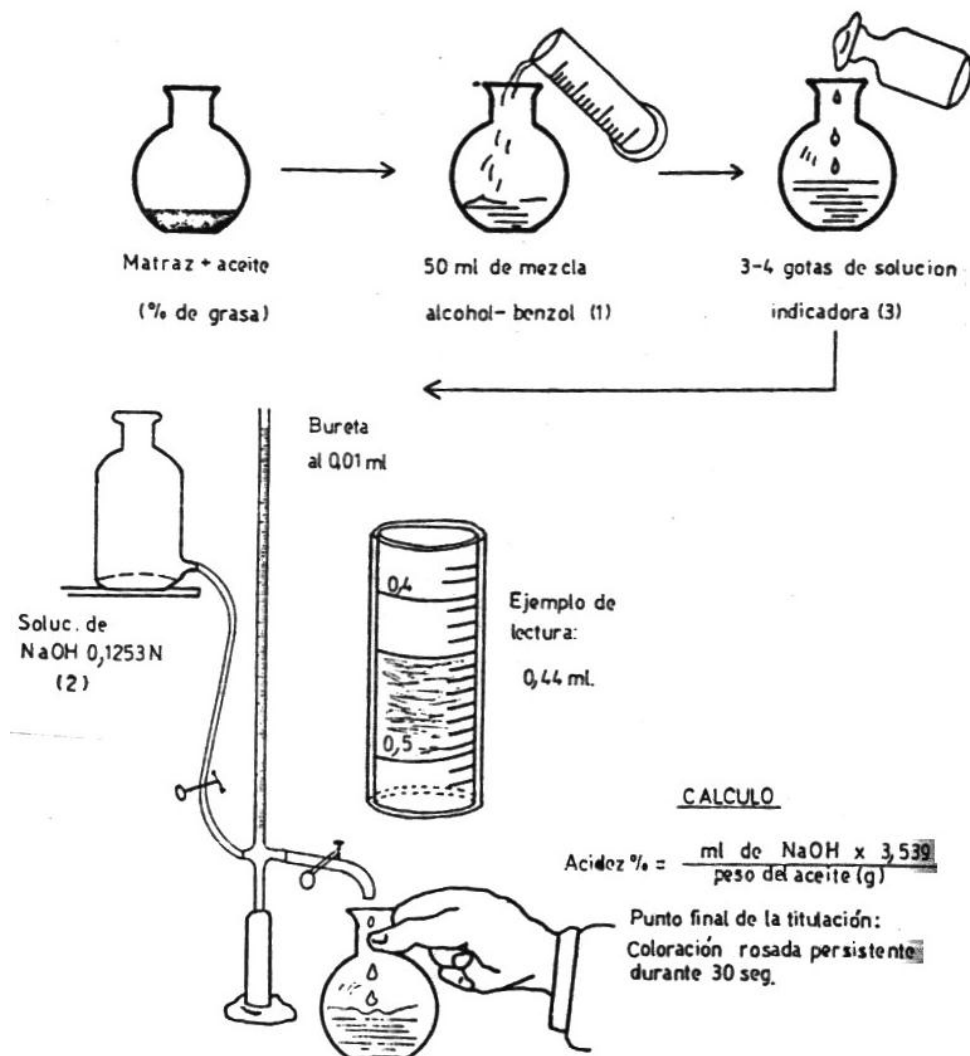
28,2: constante

Gr. muestra: peso de la muestra usada en la titulación (10 gr. aceite crudo, 5 gr. aceite refinado).

Las determinaciones deberán efectuarse por duplicado, los parciales se expresarán al décimo y el promedio al décimo.

Ideal: valores de acidez menores al 1% (valores mayores se castigan).





Determinación de la acidez de la materia grasa.

Drogas necesarias: 1) Mezcla de 1:1 de alcohol desnaturalizado de 96° y benzol, uso técnico. Previamente esta mezcla deberá neutralizarse con la solución de hidróxido de sodio utilizando unas gotas del indicador. 2) Solución de hidróxido de sodio (N: 0,1253). 3) Solución alcohólica de fenolftaleína al 1%, como indicador

(Gentileza del Laboratorio de la J.N.G.)

PROTEÍNA

Las proteínas son moléculas de enorme tamaño, macromoléculas, constituidas por un gran número de unidades estructurales fundamentales pequeñísimas, los aminoácidos. Los aminoácidos son los bloques unitarios, como "ladrillos", que mediante su unión, conforman las distintas proteínas. Existen unos 20 aminoácidos distintos, 8 de los cuales no pueden ser sintetizados por el organismo humano. Y deben ser incorporados a través de la dieta (aminoácidos esenciales).

Las proteínas se hallan en las células de todos los organismos vivos. Son componentes esenciales de la dieta y se hallan principalmente en la carne, huevos, leche, pescado y algunos vegetales.

De particular relevancia es el papel de los granos como fuente de proteínas de alta calidad nutricional.

Los cereales tienen un elevado contenido proteico (alrededor del 11 %) pero la distribución de las proteínas no es uniforme dentro del grano.

Método Patrón: Método Kjeldhal

El método patrón para determinación de proteínas en cereales, oleaginosas, productos y subproductos de estos, como en muchos otros alimentos es el Método Kjeldhal, un método indirecto que mide la cantidad de nitrógeno total presente.

En 1883 el investigador danés Johann Kjeldahl desarrolló el método más usado en la actualidad para el análisis de proteínas (método Kjeldahl) mediante la determinación del nitrógeno orgánico.

En esta técnica se digieren las proteínas y otros componentes orgánicos de los alimentos en una mezcla con ácido sulfúrico en presencia de catalizadores.

El nitrógeno orgánico total se convierte mediante esta digestión en sulfato de amonio.

La mezcla digerida se diluye y se neutraliza con una base; posteriormente se destila.

El destilado se recoge en una solución de ácido sulfúrico (cantidad exactamente medida) y luego se titula el exceso de éste con hidróxido de sodio, por diferencia se calcula el contenido de nitrógeno.

El resultado del análisis es una buena aproximación del contenido de proteína cruda del alimento ya que el nitrógeno también proviene de componentes no proteicos.

El análisis se divide en etapas:

- 1) Preparación de la muestra y pesaje.
- 2) Digestión
- 3) Dilución y Neutralización
- 4) Destilación
- 5) Titulación o Volumetría ácido-base

Preparación de la muestra y pesaje: se limpia la muestra, luego se la muele y se pesa 1 o 2 gramos, dependiendo el contenido proteico.



Digestión: Se calienta la muestra con 25 – 30 ml de ácido sulfúrico concentrado, la materia orgánica se oxida; el nitrógeno se separa en forma de amoníaco y se combina con el exceso de ácido para formar sulfato de amonio (se fija).

Esta reacción es acelerada por un catalizador (sustancia capaz de aumentar la velocidad de reacción sin formar parte del producto final). Cuando el contenido del balón se torna de color verde-azulado, se digiere por 1 o 2 horas, dependiendo la técnica.



Dilución- Neutralización: una vez finalizada la digestión, se deja enfriar y se diluye con 200-350ml de agua destilada. Posteriormente se neutraliza con hidróxido de sodio al 40%, previo a la destilación, y se agregan perlas de vidrio o trozos de porcelana para evitar proyecciones durante la ebullición. El agregado de hidróxido de sodio se debe realizar en forma lenta, para evitar pérdidas de nitrógeno.



Destilación: se utiliza una destilación por arrastre de vapor. El amonio formado se libera en forma de amoniaco y como es volátil será recolectado en ácido sulfúrico de concentración conocida formando sulfato de amonio (restando un exceso de sulfúrico sin combinarse con el amoniaco).



Titulación: el exceso de sulfúrico de concentración conocida que no se combinó con el amoniaco es titulado (practica química) con una solución de hidróxido de potasio (de concentración conocida). El final de la titulación se observa empleando un indicador o colorante que pasa del color violeta al verde. Por diferencia entre el volumen de sulfúrico usado para la recolección del amoniaco y el gasto de hidróxido de sodio usado en la titulación, se calcula el volumen de ácido sulfúrico combinado (este volumen se habrá combinado con el amoniaco, o sea será equivalente al contenido de nitrógeno de la muestra). Con este dato calculamos el % de nitrógeno de la muestra sabiendo que:

1ml. de ácido sulfúrico equivalen a 0.0014 g. de nitrógeno, entonces:

$$\text{ml. de sulfúrico combinado} * 0.0014 * 100 = \% \text{ de nitrógeno}$$

Y mediante un factor se calcula el contenido de proteína de la muestra del siguiente modo:

$$\% \text{ Proteína} = \%N * \text{Factor}$$

El factor utilizado para trigo es de 5,7 y para forrajes 6.25. Este factor se obtiene de la estimación de que las proteínas presentes en la mayoría de los granos contienen un 16% de nitrógeno, entonces:

16% de nitrógeno están en \rightarrow 100 g de proteína

1 g de nitrógeno estarán en $\rightarrow X = 100/16 = 6.25$



El valor de proteínas así obtenido, referidos a las normas de comercialización que rigen en el comercio de granos, no sirve para hacer las liquidaciones (bonificación y rebajas por contenido en proteínas de la mercadería). Para ello se utilizan las siguientes formulas:

$$\%P_{ss}: (\%P * 100)/(100 - H)$$

Dónde:

%P_{ss}: porcentaje de proteína sobre sustancia secas

H: humedad de referencias

%P: porcentaje de proteínas totales

Y para referirlo a una humedad base de 13,5%:

$$\%P_{b\ 13.5} = (\%P * (100 - 13.5))/(100 - H)$$

Dónde:

%P_{b 13.5}: porcentaje de proteína sobre base húmeda de 13.5%.

H: humedad de referencia.

%P: porcentaje de proteínas totales.

Otros métodos

Más allá de que con este método y un buen equipo es posible realizar muchos análisis al mismo tiempo, se ha buscado simplificar y evitar el manipuleo de drogas concentradas. Han surgido métodos rápidos como el sistema Kjeldahl automático, que permite realizar 20 análisis por hora. Y el método calorimétrico UDY. Este último oficializado por la Junta Oficial de Granos para la determinación de proteínas de soja y usado también en trigo, se basa en la propiedad que tiene el colorante orgánico empleado para reaccionar con las proteínas, se forma un compuesto insoluble que es retenido al filtrar, quitando color a la solución reactiva. Mediante un colorímetro se mide esta decoloración que está en relación directa con el contenido en proteína.

La muestra deberá ser molida y colocada en un aparato agitador con la solución reactiva para aumentar el contacto. Al final de la determinación se deberá hacer una corrección del valor obtenido según la temperatura a la cual se haya realizado la determinación.

Relación del contenido en proteínas y la calidad comercial

Por ejemplo en el trigo, un alto contenido en proteína es apreciado, pero a este aspecto de cantidad, debe agregarse un segundo aspecto "la calidad" de esa proteína.

El tenor proteico constituye motivo de bonificación en las normas de comercialización, pero su cantidad sin la información de su calidad no es suficiente. Puede haber 2 harinas con la misma cantidad de proteína y no comportarse de igual manera durante la panificación.

La calidad de una harina depende del destino de la misma y a su vez si se destina a panificación por ejemplo, dependerá del método utilizado para la obtención del pan. Así la harina que para un panadero que emplea un método antiguo es óptima puede resultar mediocre para aquel que utiliza métodos sofisticados y rápidos.

Entonces, mientras la cantidad de proteína de una harina se determina a partir del contenido en N, la calidad se establece conociendo su fuerza (relacionada a la cantidad y tipo de gluten) y poder fermentativo. Estos parámetros también deben determinarse, más adelante cuando tratemos el gluten y el proceso de panificación se describirán estos análisis y su importancia con la calidad comercial.

FIBRA

La celulosa y la lignina se encuentran en alimentos vegetales (preponderantemente en el pericarpio) y no pueden ser digeridos en el tracto intestinal humano. Forman el componente de la dieta genéricamente denominado fibra. La fibra dietaria da volumen al contenido intestinal y estimula la actividad peristáltica, aumenta la velocidad del tránsito intestinal, favorece la defecación, aumenta la sensación de saciedad y disminuye la absorción de algunas sustancias como el colesterol, calcio, zinc, etc.

La ingesta de una dieta rica en fibra puede favorecer que haya una menor incidencia de enfermedades cardiovasculares, cáncer de colon, divertículos de colon y diabetes.

Determinación de fibra bruta

Se entiende por fibra bruta al residuo orgánico lavado, seco y pesado que queda luego de la digestión de la muestra desengrasada, con ácido sulfúrico e hidróxido de sodio sucesivamente. Para una correcta valoración, se deben respetar los tiempos y las temperaturas de la técnica. Se debe partir de la muestra desengrasada (la obtenida en el cartucho luego de la determinación de materia grasa por Butt).

Materiales

- ✓ Balanza analítica
- ✓ Equipo fibertec, que se compone por un sistema de columnas y utiliza un crisol de vidrio como parte integrante del sistema de extracción. Posee como ventaja que la muestra se coloca en el crisol y permanece allí hasta el final de la determinación, evitando el error del manipulador. El método consta de 4 etapas que se realizan automáticamente en el equipo que puede procesar hasta 6 muestras simultáneamente. Posee un sistema de vacío para la filtración y una corriente de aire reverso para destapar filtros ocluidos.



Reactivos

- ✓ Solución de Ácido Sulfúrico 1,25 % v/v.
- ✓ Solución de Hidróxido de Sodio 1,25 % p/v.

Etapas

1. Digestión: doble, ácida (con el ácido sulfúrico) y alcalina (con el hidróxido de sodio); en ella se elimina toda la materia orgánica en caliente.
2. Lavado: con alcohol en frío.
3. Secado: en estufa, elimina restos de alcohol.
4. Pesada 1: determinación de peso W1. Fibra + minerales.
5. Calcinación: en mufla, se elimina la fibra.
6. Pesada 2: determinación del peso W2. Minerales.

Cálculos

$$\% \text{Fibra SSH} = (W1 - W2)/M * 100$$

Donde

%Fibra SSH: porcentaje de fibra sobre sustancia húmeda.

W1: peso obtenido en pesada 1.

W2: peso obtenido en pesada 2.

M: Peso de Muestra.

$$\% \text{ Fibrasss} = (\% \text{ Fibrassh} * 100) / (100 - \text{HR})$$

Donde

%Fibrasss: porcentaje de fibra sobre sustancia seca

HR: humedad de referencia

Aplicación

Este método es aplicable a oleaginosas, subproductos de oleaginosas, subproductos de la molienda del trigo y a otros alimentos.

SUBPRODUCTOS OLEAGINOSOS

Se entiende por subproductos oleaginosos, a los residuos sólidos resultantes de la extracción industrial del aceite de granos oleaginosos, obtenidos por presión y/o disolvente, provenientes de la elaboración de mercadería normal, sin el agregado de cuerpos extraños ni aglutinante y que de acuerdo al proceso de industrialización se definen de la siguiente forma:

Pellet o pelet: son los comprimidos provenientes de los residuos de la extracción del aceite de los granos oleaginosos (expeller o harina de extracción). El largo y el diámetro de los comprimidos podrán ser de cualquier medida, salvo estipulaciones expresas en el boleto de compra-venta.



Pellet de trigo



Pellet de soja



Pellet de girasol



Pellet de cáscara de soja



Pellet de cáscara de girasol

Expeller: son los residuos de elaboración por prensa continua.



Expeller de soja



Expeller de girasol



Expeller de maní



Expeller de algodón

Harina de extracción: son los residuos de la elaboración por disolvente y salvo estipulación especial no se diferencian por su granulación, pudiendo ser fina, en grumos, aglomerados o pedazos, según los distintos sistemas de extracción y secado.



Harina de soja



Harina de lino o linaza



Harina de girasol

La comercialización de subproductos oleaginosos se realizará de acuerdo a las normas de calidad establecidas en la presente resolución.

Bases de comercialización

La compra-venta de subproductos oleaginosos queda sujeta a las siguientes bases de comercialización: **VER NORMA XIX SUBPRODUCTOS DE OLEAGINOSOS.**

MICOTOXINAS

Las micotoxinas son sustancias tóxicas producidas por hongos que afectan a animales y personas en bajas concentraciones. Pueden llegar a producir enfermedades o incluso la muerte.

Se considera que alrededor del 25% de las cosechas anuales están contaminadas con algún tipo de micotoxinas y que esos valores pueden ser aún mayores, del orden del 80% e incluso del 100%, y corresponden a aquellas regiones cuyos cultivos estuvieron sometidos a condiciones de estrés hídrico, ataque de insectos o fueron cosechados y/o almacenados en condiciones inapropiadas.

Los principales hongos productores de micotoxinas, conocidos como micotoxigenicos, corresponden a los géneros *Aspergillus*, *Penicillium* y *Fusarium*. Cada uno de estos pueden generar diferentes tipos de micotoxinas, de la misma forma que un determinado tipo de micotoxina puede ser producida por diferentes especies de hongos.

En general se considera que existe un elevado número de agentes micotóxicos producidos por una variada gama de hongos. Los hongos productores de micotoxinas pueden clasificarse como:

- ✓ De "almacenamiento" (*Aspergillus* y *Penicillium*).
- ✓ De "campo" (básicamente género *Fusarium*)

Los hongos que crecen durante el almacenamiento se controlan más fácilmente con buenas prácticas de manufactura que los que crecen en el campo, ya que su desarrollo depende casi exclusivamente de las condiciones climáticas. Las aflatoxinas (producidas por *Aspergillus*) son las micotoxinas más peligrosas porque son metabolitos altamente tóxicos y carcinogénicos y se pueden acumular en productos animales (leche, carne, huevos, etc.).

Las micotoxinas producidas por hongos que crecen durante el desarrollo del cultivo, provocan daños para la producción pero generalmente tienen una baja tasa de metabolización y de aparición en el producto animal. Entre las más frecuentes y más tóxicas se encuentran la zearalenona y los tricotecenos.

Micotoxinas de mayor importancia mundial y los correspondientes hongos toxicogénicos productores

- ✓ OCRATOXINA A: producidas por hongos del género *Penicillium* y *Aspergillus*. Las ocratoxinas tiene tres formas A, B y C. En especial la A se ha identificado como un agente cancerígeno y se asocia a tumores del tracto urinario.
- ✓ TRICOTECENOS: producidas por hongos del género *Fusarium*.
- ✓ ZEARALENONAS: producidas por hongos del género *Fusarium*.
- ✓ FUMONISINA B1: producidas por hongos del género *Fusarium*.

Las toxinas producidas por hongos del género *Fusarium* contaminan el grano de cereales en desarrollo, como el trigo y el maíz. Entre estas toxinas se encuentran las fumonisinas, que afectan al sistema nervioso de caballos y causan cáncer en roedores; los tricotecenos, que tienen diversos efectos tóxicos a veces fatales, en animales y personas; y la zearalenona, que es hiperestrogénica.

✓ AFLATOXINAS: producidas por hongos Género *Aspergillus*. El término genérico aflatoxina puede referirse a 4 tipos diferentes de micotoxinas, conocidas como B1, B2, G1 y G2, siendo la B1 la de mayor toxicidad, es un carcinógeno potente y se lo asocia en particular con cáncer de hígado en varias especies de vertebrados. Dentro de los cultivos más asociados a aflatoxinas está el algodón, maní, pistachos, especias y maíz. Bajo determinadas circunstancias las micotoxinas pueden causar en el hombre o en los animales las llamadas MICOTOXICOSIS, es decir, intoxicaciones agudas a corto plazo o crónicas, con efectos teratogénicos (defecto congénito, en el feto), carcinogénicos y mutagénicos. Consideradas enfermedades no transmisibles y caracterizadas por presentar efectos análogos a los causados por la exposición a pesticidas o residuos de metales pesados. Esta problemática puede tener su origen en el consumo directo de alimentos contaminados con micotoxinas (micotoxicosis primaria) o bien corresponder a la ingesta de leche, carne u otros productos, derivados de animales que consumieron alimentos contaminados (micotoxicosis secundaria).

Dada la diversidad de condiciones ambientales bajo las cuales pueden proliferar hongos, la infección fúngica y la contaminación con micotoxinas puede ocurrir en forma directa en cualquier momento dentro de la cadena de producción, transporte y manejo de los alimentos o

forrajes en el cultivo (previo a la cosecha), en el caso de micotoxinas como las zearalenonas o, durante el almacenamiento como puede ocurrir en el caso de aflatoxinas.

Es fundamental, para descartar riesgos, la detección e identificación de las micotoxinas porque la presencia de hongos no necesariamente implica la producción de las mismas, por ejemplo, existen cepas de *Aspergillus flavus* que no producen aflatoxinas. Por otro lado, aunque el hongo haya desaparecido, no existe evidencia suficiente para asegurar que la micotoxina no esté presente en el producto. En este último caso, cuando el hongo toxicogénico que contaminó el sustrato ha desaparecido pero su micotoxina persiste se habla de contaminación indirecta.

Es inevitable la presencia de estos microorganismos en el campo ya que sus propágulos perduran año tras año en el rastrojo, en el suelo o suspendidos en el aire, siendo transportados por el agua, el viento, los insectos, etc. No obstante, para que la infección tenga lugar y con ello aumenten las probabilidades del crecimiento fúngico en el campo y la posterior generación de micotoxinas, los cultivos deberán estar expuestos a condiciones ambientales extremas, tales como: estrés hídrico, daños físicos producidos por granizo, insectos u otros factores bióticos; prácticas de manejo inapropiadas (fechas de siembra y de cosecha incorrectas, excesivas densidades de siembra, ineficientes controles de malezas y de los insectos, etc.) o presentar características genéticas (susceptibilidad o resistencia) y /o morfológicas (por ejemplo: maíces con chalas que no recubren la espiga) que le otorguen una mayor o menor protección frente a la invasión fúngica.

Esta problemática puede iniciarse en el cultivo pero también puede originarse o profundizarse a lo largo de la cadena agroalimentaria cuando, los sustratos susceptibles a ser contaminados, son expuestos a condiciones inadecuadas durante la cosecha, el transporte, el almacenamiento y/o el procesado o bien cuando, el modo de conservación y alimentación en el lugar de consumo son defectuosas.

Una de las principales características de las micotoxinas es que son tóxicas a bajas concentraciones y su acción es acumulativa, con efectos retardados en el tiempo, propio de las toxinas mutagénicas. Sus efectos son drásticos para la producción animal ya que producen una serie de trastornos tales como:

- ✓ Alteración y reducción de la calidad física y nutritiva del cereal empleado en los alimentos: se reduce el contenido energético, de aminoácidos, de vitaminas, de lípidos y minerales del grano.
- ✓ Mala absorción y/o la no utilización de los nutrientes.
- ✓ Rechazo del alimento por parte de los animales, lo que se traduce en una disminución de la ingesta y consecuente reducción de la productividad ya que se desmejora la conversión alimenticia y disminuye la velocidad de crecimiento de los animales.
- ✓ Problemas reproductivos: disminuye la eficiencia reproductiva.
- ✓ Efecto tóxico sobre el riñón (especialmente en ovinos) y el hígado.
- ✓ Efectos sobre el sistema nervioso central (fundamentalmente en equinos).
- ✓ Reducción de la producción láctea en el ganado lechero.
- ✓ Incremento de la susceptibilidad a las enfermedades infecciosas: afectan drásticamente al sistema inmunológico, ya que se produce una interferencia en los mecanismos de resistencia natural aumentando la predisposición a infecciones.
- ✓ Efecto sinérgico (potenciado) con otras toxinas.

Los efectos de la contaminación por micotoxinas se tornan más drásticos debido, entre otros factores:

- ✓ Al hongo toxicogénico que se encuentra presente
- ✓ La micotoxina generada
- ✓ El sinergismo que se produce entre ellas
- ✓ La cantidad (dosis) y duración de la exposición a la micotoxina
- ✓ La edad, el sexo, el estado nutricional y el sanitario del animal expuesto
- ✓ Las condiciones de producción y almacenamiento del sustrato susceptible a ser contaminado.

Las especies animales más susceptibles a la acción de micotoxinas son los cerdos y las aves de corral, atribuible esta susceptibilidad a la rapidez con que dichas toxinas son absorbidas en el tracto gastrointestinal y depositadas en el hígado de estos animales.

Los rumiantes manifiestan una mayor tolerancia a los efectos negativos de las micotoxinas, debido probablemente a la capacidad de la microflora del rumen para desnaturalizar estos metabolitos tóxicos. El grado de degradación ruminal es variable.

Una vez que el problema está instalado es muy difícil corregirlo e impacta negativamente en la rentabilidad del sistema, al reducir la productividad y aumentar los costos de producción ya que, a los ya existentes, se suman los recursos económicos y técnicos orientados a subsanar sus efectos. Normalmente las medidas se toman después de que los animales manifiestan síntomas de intoxicación por el consumo de alimento contaminado cuando gran parte del daño ya se produjo. Es por ello que es necesario actuar en forma preventiva, aplicando programas de control estrictos y respetando las normas de seguridad a lo largo de toda la cadena de producción, transporte, almacenamiento, procesamiento e incorporar un adecuado manejo de los sustratos y raciones en el criadero, para poder evitar o reducir con ello la aparición de hongos.

Es necesario solicitar los análisis pertinentes

Se debe considerar especialmente que con los datos de composición química y valor nutritivo reportados normalmente por el laboratorio no se puede conocer si un recurso alimenticio está o no contaminado y menos aún qué nivel de contaminación con micotoxinas posee. Por esta razón, ante sospechas de contaminación con hongos, se recomienda solicitar los análisis pertinentes a los fines de tomar los recaudos y las medidas de manejo adecuadas, tanto preventivas como paliativas.

En general, en los protocolos de análisis de contaminación se enfatiza en determinar la presencia de Zearolenona y de DON, pues son de alta frecuencia de aparición y su presencia es fuerte indicio de existencia de otros agentes micotóxicos. Además, su ausencia es un indicador relativamente confiable de material libre de micotoxinas.

Por otra parte, si en un alimento están presentes dos o más micotoxinas se produce un efecto sinérgico, potenciándose la peligrosidad. Además, cuando posee más de 105 unidades formadoras de colonia/gramo (UFC/g), se constatan pérdidas de calidad química, independientemente de si estos hongos son o no productores de micotoxinas.

Utilización de alimentos contaminados

Existen medidas de manejo para prevenir la proliferación de hongos y disminuir los riesgos, como la utilización de productos antifúngicos en cultivos y granos, la aplicación de buenas prácticas de procesamiento de los forrajes y el acondicionamiento y almacenamiento adecuados de los alimentos. Sin embargo, a nivel práctico, estas medidas pueden ser insuficientes y en muchas circunstancias, la contaminación y producción de micotoxinas es inevitable.

Si los valores de micotoxinas son bajos (ver valores de referencia) los alimentos se pueden incorporar a las dietas, siempre que el resto de los ingredientes no esté contaminado. De esta manera, el nivel de contaminación se “diluye” en la dieta con los otros alimentos que están libres de toxinas.

Los recursos con niveles de contaminación riesgosa se podrían utilizar para alimentar al ganado siempre y cuando se incorporen a la dieta algunas sustancias denominadas “secuestrantes o adsorbentes de micotoxinas”, que sean efectivos para la gama de toxinas presentes.

Los secuestrantes de toxinas son de uso corriente en los balanceados y raciones de aves y cerdos (las especies monogástricas son muy poco tolerantes) Sin embargo, el ganado lechero, en particular las categorías jóvenes y las vacas en inicio de lactancia, también son muy sensibles a determinados tipos y niveles de contaminación con micotoxinas y por lo tanto no se debiera descartar el uso rutinario de estos productos en la alimentación.

Entre los secuestrantes más populares están, por ejemplo, los aluminosilicatos que tienen alta efectividad para Aflatoxinas pero baja para Zearolenona y DON, y las “tierras de diatomea” que tienen alta selectividad para Aflatoxinas y mediana para Zearolenona, por lo tanto son bastante específicos.

Sin embargo, existen actualmente nuevos productos desarrollados mediante biotecnología, como los mananoligosacáridos modificados (MOS), derivados de la pared celular de levaduras, que tienen un espectro mayor de efectividad, cubriendo una gama más amplia de toxinas. Estos productos están ampliamente disponibles en el mercado, pero se recomienda recurrir al asesoramiento técnico correspondiente para obtener los mejores resultados.

CAPACIDAD GERMINATIVA

DETERMINACION DE LA VIABILIDAD POR TETRAZOLIUM (VITASCOPE)

Capacidad Germinativa

Es una prueba que permite determinar en forma rápida la viabilidad de las semillas y da una referencia de su poder germinativo. Es una prueba que proporciona en breve tiempo, elementos de juicio para tomar decisiones referidas a compras de lotes, acondicionamiento, despacho de mercadería de gran demanda, mezcla de 2 o más lotes.

Poder Germinativo

Es el porcentaje de plántulas normales que germinan en condiciones de ensayo de laboratorio, este dato es fundamental para el productor para poder determinar el cálculo de densidad de siembra entre otros factores

VITASCOPE

En este ensayo, el tetrazolium es usado como un indicador de las reacciones de óxido-reducción que tiene lugar en las células que respiran, poniendo de manifiesto la actividad metabólica propia de las células vivas.

Esta sal (tetrazolium) soluble en agua e incolora, es absorbida por las semillas al penetrar en las células reaccionan con las enzimas de la respiración y se transforma en un compuesto ROJO, insoluble en agua, estable que permanece en las células donde se forma.

Procedimiento:

Se toman 100 semillas, se las coloca en remojo en agua (para hidratar los tejidos) y luego se las corta sobre la zona del embrión (germen). Estas mitades (embriones) se las coloca en la solución de tetrazolium y transcurrido un tiempo determinado, se cuenta la cantidad de embriones teñidos.

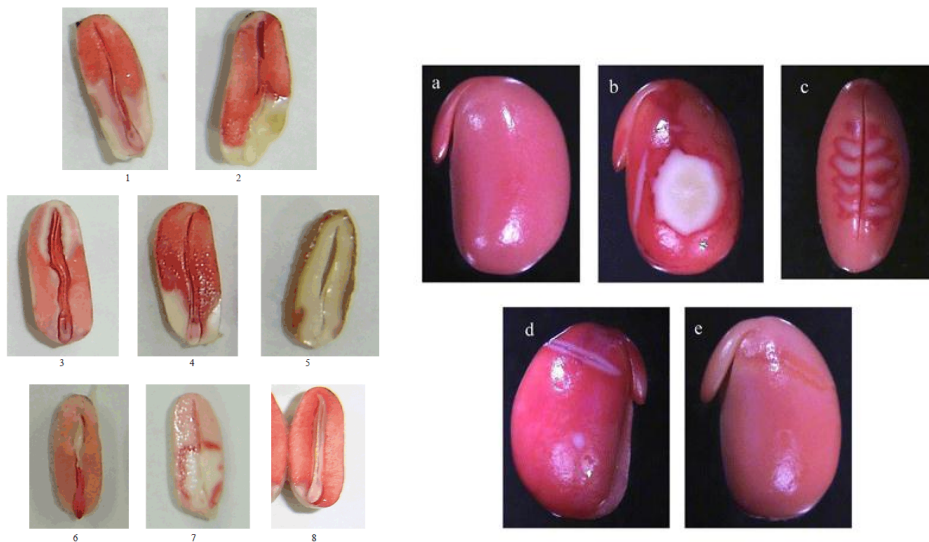
Resultados e interpretación:

SEMILLAS VIVAS ----- COLOR ROJO

SEMILLAS MUERTAS ----- INCOLORAS

SEMILLAS ENFERMAS --- ROSADO PALIDO O ROJO TIRANDO A NEGRUZCO

El recuento se realiza contando el número de semillas coloreadas Ej: si de 100 semillas se colorearon 90 implica que el porcentaje de viabilidad es del 90%. Los resultados se expresan en porcentajes.



ANALISIS PARA DETERMINAR LA APTITUD PANADERA DE LAS HARINAS

- ✓ Contenido en cenizas (determinación de los ceros de una harina).
- ✓ Panificación experimental: características físicas y organolépticas del producto.
- ✓ Gluten (Glutomatic): gluten seco, gluten húmedo, gluten index.
- ✓ Análisis químicos: Zeleny test.
- ✓ Molienda con Molino Buhler.
- ✓ Análisis reológicos: evalúan la calidad y propiedades de una harina para elaborar una masa.
 - Falling number: grado de brotación del trigo.
 - Alveógrafo de Chopin: cualidades plásticas.
 - Farinógrafo de Brabender: resistencia al amasado, cantidad de agua que se necesita para formar la masa.
 - Extensógrafo de Brabender: capacidad de estiramiento de una masa (elasticidad).
 - Zimotaquígrafo de Chopin: capacidad para producir y retener gases durante el proceso de fermentación.
 - Amilógrafo de Brabender: variación de la viscosidad del gluten por aumento de temperatura (actividad enzimática).

Por medio de ensayos reológicos podemos conocer las propiedades funcionales de las proteínas del gluten de la harina de trigo y así clasificarlas para su uso en:

- ✓ Harinas panaderas
- ✓ Harinas para pastas
- ✓ Harinas para galletas

La que mejor se cotiza es la harina para panificación, ya que permite tener productos únicos que no se pueden obtener con ningún otro cereal.

En la actualidad son pocos los trigos que presentan este equilibrio, por lo que se hacen mezclas de trigos desbalanceados para alcanzar el equilibrio entre gliadinas y gluteninas. De ahí la importancia de realizar ensayos reológicos a todos los trigos para así conocer sus propiedades funcionales y en base a esta información hacer las mezclas adecuadas para obtener el equilibrio deseado.

CENIZAS

La determinación de las cenizas constituye uno de los mejores métodos para comprobar la eficacia del proceso de la molienda. Las cenizas de una determinada harina o producto molinero pueden dar una idea del porcentaje de salvado que contiene, en el supuesto de que no contengan materias minerales extrañas. El resultado del análisis no dará una orientación acerca del tamaño de partícula de salvado, ni si pueden separarse del endospermo, pero sí constituye una indicación exacta del grado de contaminación. Evidentemente cuanto más bajas sean las cenizas, tanto más eficaz es la molienda. Hay que hacer resaltar que las cenizas bajas no tienen relación directa con la calidad panadera, a pesar de que en igualdad de circunstancias, una harina más contaminada con salvado que otra no se panificará tan satisfactoriamente como ésta.

La determinación de cenizas sirve para clasificar las harinas en ceros.

Procedimiento:

Para la determinación se pesan 3 gr. de harina, luego se coloca en una cápsula, se pesa y se registra el peso como T1, se lleva a mufla durante 90 minutos a 920°C, luego se retira de la mufla con pinza de seguridad y se coloca en desecador, se deja enfriar y se pesa nuevamente, registrando el peso como T2. El porcentaje de cenizas se calcula:

$$\%Cssh = ((T1 - T2) * 100) / P_i$$

$$\%Csss = (\%Cssh * 100) / (100 - H)$$

Dónde:

%Cssh= Cenizas sobre sustancia húmeda.

T2= peso de la capsula más la harina antes de colocarla en la mufla.

T1= peso de la capsula más la harina al sacarla de la mufla.

Pi= peso de la harina (3 gr.)

%Csss= Cenizas sobre sustancia seca.

H= humedad de referencia.

Clasificación de las harinas en ceros según el porcentaje de cenizas sobre sustancia seca

Numero de "ceros"	% Csss
0000	0.49
000	0.65
00	0.67
0	0.87
½ 0	1.35
Harina de 1ª	2
Harina de 2ª	3



PANIFICACIÓN EXPERIMENTAL

Este elemental método directo de evaluación de la calidad de una harina parecería el más sencillo y el mejor, no es así, ya que está condicionado por la apreciación de las cualidades de la masa por parte de operador.

Es distinto obtener concordancias entre resultados obtenidos de distintos laboratorios ni aun entre operadores de un mismo laboratorio. Son muy utilizados y con buenos resultados en aquellos países en los que se trabaja de forma totalmente mecanizada, donde los productos son semejantes; en cambio en nuestro país los métodos para la obtención del pan son muy dispares y sería difícil establecer un método de panificación experimental que permitiera obtener datos útiles.

Método

En la panificación experimental, se toman 300 gr. de harina del trigo a ensayar, para hacer la determinación por triplicado, se agrega la suspensión de levadura (9 gr), la solución salina (4.5 gr) y el agua destilada (150ml). Los componentes se colocan en la amasadora y se va agregando el agua, una vez que el amasado está a punto se retira y se divide en tres partes, depositándolos en los platos engrasados, formando con cada un bollo y se introducen en la fermentadora a 30°C y humedad de saturación. El tiempo de fermentación varía de acuerdo a la harina, el operador lo determina de acuerdo a su experiencia y hará los denominados "punchs". Para ello se retira el plato y se arrolla la masa varias veces, esta operación se repetirse tres veces durante el tiempo que dura el fermentado (aproximadamente 2 horas). Se deja descasar durante 5 minutos y se lo introduce en el molde apropiado. Se lo coloca nuevamente en la fermentadora hasta que tome el punto, esto se determina solo con experiencia pero podemos decir que es cuando se lo aprieta con el dedo y la masa repunta suavemente. Luego se lo introduce en el horno a 235°C durante 25 minutos, obtenidos los panecillos se los deja descansar en una bandeja durante 24 horas para proceder al examen de sus características físicas y organolépticas.

Las características físicas evaluadas son:

- ✓ Peso
- ✓ Volumen: se coloca el pan en una probeta, se agrega mijo hasta un cierto volumen medible o conocido y luego se retira el pan midiendo nuevamente el volumen. Por diferencia de volúmenes, se calcula el volumen del pan.
- ✓ Volumen específico: relación volumen/peso. Ideal 4,2-4,3. Menor a 3,8 se trata de una harina de mala calidad y mayor a 4,6 se debe a presencia de mejoradores.
- ✓ Color de la corteza: se mide con estándares de color en la superficie del pan.
- ✓ Características de la miga: los orificios formados deben ser de igual tamaño y pequeños.
- ✓ Sabor y aroma.

Un buen pan será aquel q tenga mayor volumen específico (v/p) es decir poco peso y mucho volumen, buena simetría, superficie dorada, color de la miga blanco y con muchos alvéolos pero pequeños. Y dentro de las características organolépticas buscaremos: sabor y aroma agradable.

Desventaja: diferencias de criterios de los distintos operadores, prueba muy subjetiva.

Ventaja: sencillez.

Fundamento

En la fermentadora la levadura a partir de ciertas enzimas contenidas en la misma fermenta los azúcares preexistentes en la harina. A partir de los azúcares preexistentes en la harina se forma CO₂ y alcohol. El gas es retenido en la masa a través de las proteínas. El CO₂ va hacia las celdas que son burbujas de aire aumentando el tamaño de la masa. Cuanto mayor es la capacidad de retención del CO₂ mayor es el tamaño de las celdas.

En el horno se producen dos procesos: el horneado y el terminado. En el primero se produce una brusca expansión de las celdas por acción del calor aumentando de tamaño y a raíz de que coagulan las proteínas las celdas no se achican. En el segundo se produce el punto de cocción dándole al pan color y crocantes de la corteza.

A los 15 minutos de colocar una masa en el horno ya alcanza su tamaño final. Una cierta proporción de almidón se dispersa en mayor grado porque se gelatiniza, mientras las proteínas

hidratadas e hinchadas se coagulan y hacen que la masa dilatada se agunte. En la corteza se produce dextrina en cantidad considerable, debido a la acción del calor y del vapor sobre el almidón. Dicha dextrina es la principal responsable del brillo y de la frescura de la corteza.



GLUTEN

Se identifican 5 proteínas distintas en la harina de trigo: albúminas, globulinas, proteosas, glutelinas y gliadinas. Las tres primeras son solubles en agua, no muy importantes y se encuentran en poca proporción. Las glutelinas y gliadinas, ambas insolubles en agua, junto con agua y sales forman el Gluten, también se encuentran en granos de otros cereales; pero aproximadamente la mitad del total de proteínas en la harina de trigo está representada por la gliadina, en el maíz encontramos otra proteína de este tipo: la zeína. Todas las mencionadas son proteínas pobres desde el punto de vista nutritivo pues no poseen todos los aminoácidos esenciales en proporciones adecuadas y cabe destacar que existen cuadros patológicos debido a la intolerancia a estas proteínas: Celiacía.

La glutenina da solidez al gluten y la gliadina da el poder ligante. El gluten es el responsable de la elasticidad y tenacidad (firmeza) de la masa. Los trigos que poseen mucha elasticidad y escasa tenacidad dan panes chatos y son trigos blandos, pero los más altos rendimientos agrícolas se obtienen con estos trigos, lo que motiva que los de tipo duro sean apreciados por los compradores, ya que los trigos duros son tenaces y aptos para ser mezclados con flojos para mejorar la calidad de las harinas.

Es posible separar el gluten del almidón por simple lavado de una masa de harina, constituyendo ésta una determinación común en los molinos harineros por su simplicidad y observación directa, existiendo lavadores mecánicos de gluten, evitando el error del operador. El gluten así obtenido contiene alrededor un 85% de proteínas, y partículas de salvado y harina, pero por otra parte, ciertas proteínas solubles en el agua se perderán en el lavado.

Características del gluten y su relación con la calidad de la harina

El gluten tiene la capacidad de retener el agua, así un buen gluten (hidratado) debe ser alrededor de 2.7 a 3 veces mayor al contenido de proteína del trigo; por ejemplo si un trigo contiene un 12 % de proteínas, el gluten húmedo de su harina será del 30%.

Para el molino, los trigos se clasifican en duros o blandos, representando estas características la calidad del cereal.

- ✓ Trigo duro: la dureza está relacionada con el grado de adhesión entre el almidón y las proteínas. Producen una harina gruesa, fluida y fácil de cernir. Tiene mayor facilidad en la molturación, fraccionándose de una forma más o menos regular. Dan lugar a harinas o sémolas gruesas destinadas a la fabricación de pastas alimenticias.
- ✓ Trigo blando: producen una harina muy fina, se cierne con dificultad. sus granos se fraccionan de forma aleatoria, irregular, dando lugar a harinas muy finas utilizadas para la panificación.



Trigo blando



Trigo duro

En cambio, desde el punto de vista de la calidad panadera, se destaca la característica de la harina a la que llamamos “fuerza”, que se define como la capacidad que posee una harina para producir un pan de buen aspecto, voluminoso y de textura sedosa; así tendremos trigos fuertes o flojos.

- ✓ Trigos fuertes: producen una harina para panificación de piezas de gran volumen, buena textura de la miga, buenas propiedades de conservación y poseen un alto contenido en proteínas. Admiten una proporción de harina floja, absorbe y retiene gran cantidad de agua.
- ✓ Trigos flojos: darán pequeños panes, con miga gruesa y abierta, se caracterizan por tener escaso contenido en proteínas, se utilizan para galletas y pastelería, para panificación se mezcla con harinas fuertes.

Para que la harina sea apta para la panificación deberá cumplir con los siguientes requisitos:

- ✓ Contener azúcares en cantidad suficiente y con actividad enzimática adecuada para producir durante la fermentación una reserva de azúcares que aseguren la producción continua de gas a fin de que la masa se distienda completamente.

- ✓ Las proteínas de la masa sean de calidad y se encuentren en la cantidad suficiente para retener el gas producido.
- ✓ La masa este en su punto de maduración al hornearse y la cocción se practique con pericia y en las condiciones óptimas.

Equipo moderno para la Determinación Gluten

Fundamento

Mediante su determinación se separa el almidón y las proteínas solubles de las insolubles en agua (gliadina y glutenina). Posteriormente la bola de glúten se centrifuga para eliminar el exceso de agua obteniendo así el glúten húmedo. Finalmente por secado se obtiene el glúten seco que es generalmente la tercera parte del glúten húmedo.

Para la determinación se puede utilizar el equipo GLUTOMATIC.

La determinación se puede hacer sobre harina o en la molienda integral del trigo; se deberá hacer por duplicado, además se requiere de una centrifuga y una balanza de precisión, un cronometro y planchas de teflón para secar la masa. La determinación consta de tres etapas:

1. Amasado- lavado: se pesan 10 gr. de muestra por duplicado y se colocan en los vasitos que posee el equipo, se agregan 5 ml. de agua; las paletas del equipo mezclan la masa durante 30 min. Luego el equipo comienza con el lavado, el agua de lavado cae en un vaso receptor, con ella se eliminan las proteínas solubles y el almidón, el lavado se realiza en 8 min. Quedando en los vasitos 2 bolitas de gluten.
2. Centrifugado: las dos bolitas de gluten se colocan en la centrifuga durante 1 min. A 600 rpm. Luego se pesa para obtener el gluten Húmedo. Se elimina el agua superficial y se determina el gluten index que indica la calidad del gluten en función de la fuerza de los enlaces que lo unen. Un buen gluten arroja un valor alrededor del 95% de gluten index y un gluten malo alrededor del 70% de gluten index.
3. Secado: se le extrae el agua colocando las bolitas sobre una plancha de teflón 4 o 5 min., luego se pesan obteniendo el gluten seco.

$$\%Gh\ 13.5\%H = (Gh * (100-13.5))/(100 - H)$$

$$\%Gs\ 13.5\%H = (Gs * (100-13.5))/(100 - H)$$

$$\%gluten\ index = \text{gluten que no atraviesa} * 100 / \text{Gluten total}$$

Dónde:

% Gh 13.5%H: porcentaje de gluten húmedo sobre base de 13.5 % de humedad.

% Gs 13.5%H: porcentaje de gluten seco sobre base de 13.5 % de humedad.

Gh: peso de gluten húmedo.

H: humedad de referencia.

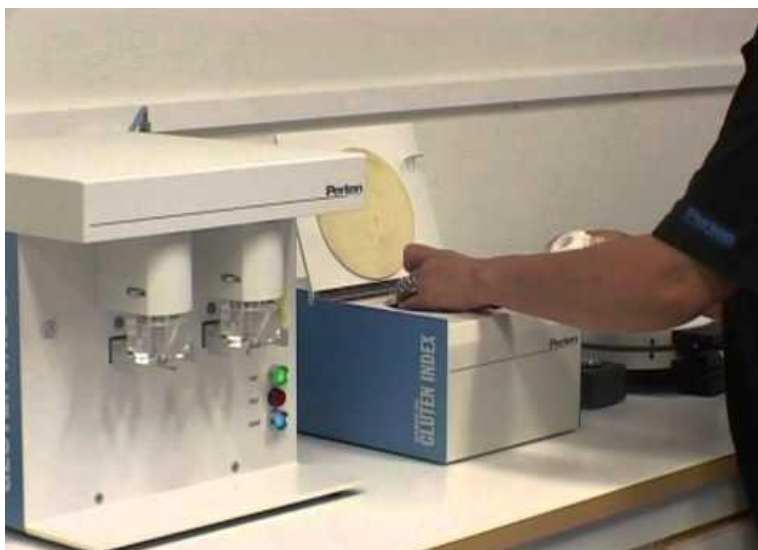
Gs: peso de gluten seco.



Equipo Glutomatic



Determinación de gluten húmedo



Centrifugación y determinación de gluten index



Determinación de gluten seco



Factores que lo afectan

Los cambios de temperatura durante el periodo lechoso en el trigo producen los granos panza blanca en los que se ve disminuido directamente el contenido de gluten de un 30-38 % a 22-26%.

Las abundantes lluvias lavan el grano, alterando las propiedades y el equilibrio de las harinas y aumentando el % de gluten.

Durante el acondicionamiento del grano, un secado violento baja el % de gluten y afectan su calidad ya que las proteínas se coagulan resultando una harina muy tenaz y poco extensible. Las proteínas del trigo dependen del contenido en nitrógeno, por lo que es lógico pensar que los nutrientes del suelo donde se desarrolla la planta también influyen sobre el contenido y calidad del gluten.

El ataque de los trigos por las plagas, como la isoca, que producen hidrólisis de las proteínas causada por la acción de enzimas procedentes de la saliva del insecto, disminuye la fuerza panadera de las harinas.

Gluten y panificación

Las proteínas del gluten gobiernan la calidad panadera de una harina de trigo.

La masa de pan está compuesta por una red proteica de gluten insoluble, aunque altamente hidratado, almidón y burbujas de aire. También el efecto de las levaduras al fermentar los azúcares es producir CO_2 entre otras cosas. Parte del CO_2 se disolverá en el agua y parte quedará atrapado en esa red compleja, al continuar produciéndose CO_2 este deberá encontrar ubicación dentro de la red, al completarse totalmente, el gas producido ejercerá presión y la masa deberá aumentar su tamaño, el volumen total de la masa aumenta o en otras palabras la masa se esponja. Por ello es muy importante la elasticidad que nos ofrezca la masa, característica otorgada por un buen gluten.

ZELENY TEST O TEST DE SEDIMENTACIÓN

Este test es orientativo de la calidad de una proteína, estimando la fuerza del gluten, está asociado con la cantidad y calidad de las proteínas. Se basa en la propiedad que tiene el gluten en aumentar su volumen en medio ácido. Cuanto mayor sea este, mayor volumen de precipitado se obtendrá y por lo tanto mejor será el volumen del pan.

Resumen: consiste en suspender en una solución de ácido láctico, una muestra de trigo (molido y tamizado) que luego de agitación y tiempos de reposos fijados, se determina el volumen del sedimento de las partículas de harina.

Procedimiento: se debe tener en cuenta dos variables:

- ✓ La humedad debe ser entre 14.5% y 15%
- ✓ El porcentaje de cenizas no debe ser mayor a 0.6%

La muestra previamente molida y tamizada se pesa (0.05 gr. a 3 gr.). Se la coloca en una probeta graduada con agua y se le agrega un indicador o colorante, azul de bromofenol, se la agita en agitador (5 minutos) y se la deja reposar. Luego se agrega el ácido láctico y se la vuelve a agitar en el agitador 10 minutos. El indicador nos permite visualizar mejor el sedimento formado, como se observa en la foto.

Transcurrido este tiempo se deja reposar y se lee el sedimento. La altura del sedimento es una consecuencia directa de la cantidad y calidad de proteínas, es decir de la absorción de agua. Informa mejor la cantidad que la calidad del gluten (El resultado se expresa en número entero).



MOLINO BULHER

Hay molinos de diversos tipos, aquí citamos el molino automático Buhler, utilizado normalmente en los laboratorios de análisis. Es un molino industrial en miniatura. Contiene todos los elementos de uno grande reducidos en tamaño. Es neumático de circulación cerrada eliminando en gran medida el factor personal. La alimentación se hace por medio de una tolva y es regulable, tiene dos pares de cilindros, uno acanalado y el otro liso, siendo montados ambos sobre el mismo eje.

Dentro de la misma unidad se encuentran los cernidores. Su capacidad de molienda oscila de $\frac{1}{2}$ a 25 kg por hora, pero lo normal es de 10 a 15 kg/hs. Con rendimiento del 65% de extracción de harina y calidad comercial de "000" (para trigos de elevado PH), para trigos de menor PH el rendimiento será menor para obtener harinas de similares características.

Luego de la tolva se suceden 3 secciones de cilindros rayados con diferentes cantidades de acanaladuras (16, 20 y 24 por centímetro) y con un diferencial de velocidades entre los cilindros.

En el lado contrario están los cilindros lisos también divididos en tres secciones, y por debajo se hallan los cernidores con 6 compartimentos que corresponden a las 6 secciones de cilindros, cada sección posee un tamiz de malla de alambre para clasificar la sémola y otro de malla de seda para cernir las harinas. Las harinas así obtenidas se utilizarán para realizar ensayos de panificación y demás determinaciones.

Cilindros de rotura

Los cilindros de rotura tienen como objetivo separar el salvado del endospermo lo más eficazmente posible, para ello cuentan con estrías y velocidades diferentes.

El molino Bühler MLU –202 consta de tres pares de cilindros de rotura.

- ✓ El primer par (más luz y menos estrías), fractura el grano de trigo produciendo partículas grandes de salvado con endospermo fuertemente adherido y partículas pequeñas de salvado y endospermo del centro del grano. La fracción B1 es la harina que logra pasar por los tamices de 450 μ y 140 μ . Está formada principalmente por endospermo del centro del grano y partículas pequeñas de salvado. Corresponde a una harina 000. Los fragmentos del grano que no pasan por el tamiz de 450 μ son guiados por un flujo de aire al segundo banco de cilindros de rotura, que posee una densidad de estrías mayor y la luz entre los cilindros es menor.
- ✓ El segundo par de cilindros raspa los fragmentos de grano de trigo con el fin de separar el endospermo del salvado. En dicho proceso también fractura el salvado. La fracción B2 es la harina que logra pasar por los tamices de 450 μ y 125 μ del segundo banco de rotura. Debido a que el segundo tamiz posee una abertura menor al segundo tamiz del primer par (125 μ y 140 μ respectivamente), la fracción de harina B2 sigue correspondiendo a una harina 000. Los fragmentos del grano que no pasan por el tamiz de 450 μ del segundo banco de rotura son guiados por el flujo de aire al
- ✓ Tercer banco de rotura que posee una densidad de estrías mayor que el segundo y una luz entre los cilindros menor. En esta etapa se extrae el resto del endospermo que se encuentra adherido a las partículas de salvado, al mismo tiempo que se fractura más salvado. Por tal motivo, la fracción de harina que logra pasar los tamices de 355 μ y 125 μ (fracción de harina B3) tiene un alto contenido en salvado y corresponde a una harina $\frac{1}{2}$ 0. El salvado que se obtiene en el proceso de molienda del molino Bühler MLU-202 corresponde a las partículas de grano que no logran atravesar el tamiz de 355 μ del tercer banco de rotura.

Cilindros de reducción

El objetivo de los cilindros de reducción, tal como lo indica la palabra, es reducir las partículas de tamaño mediano a finura de harina, como así también eliminar las últimas partículas de salvado y germen que puedan quedar.

Los fragmentos que no logran atravesar los segundos tamices de los tres cilindros de rotura son guiados por el sistema neumático a los cilindros de reducción. En su recorrido se mezclan las tres fracciones de cada uno de los bancos de rotura; conformando una única muestra, la cual es sometida al proceso de reducción.

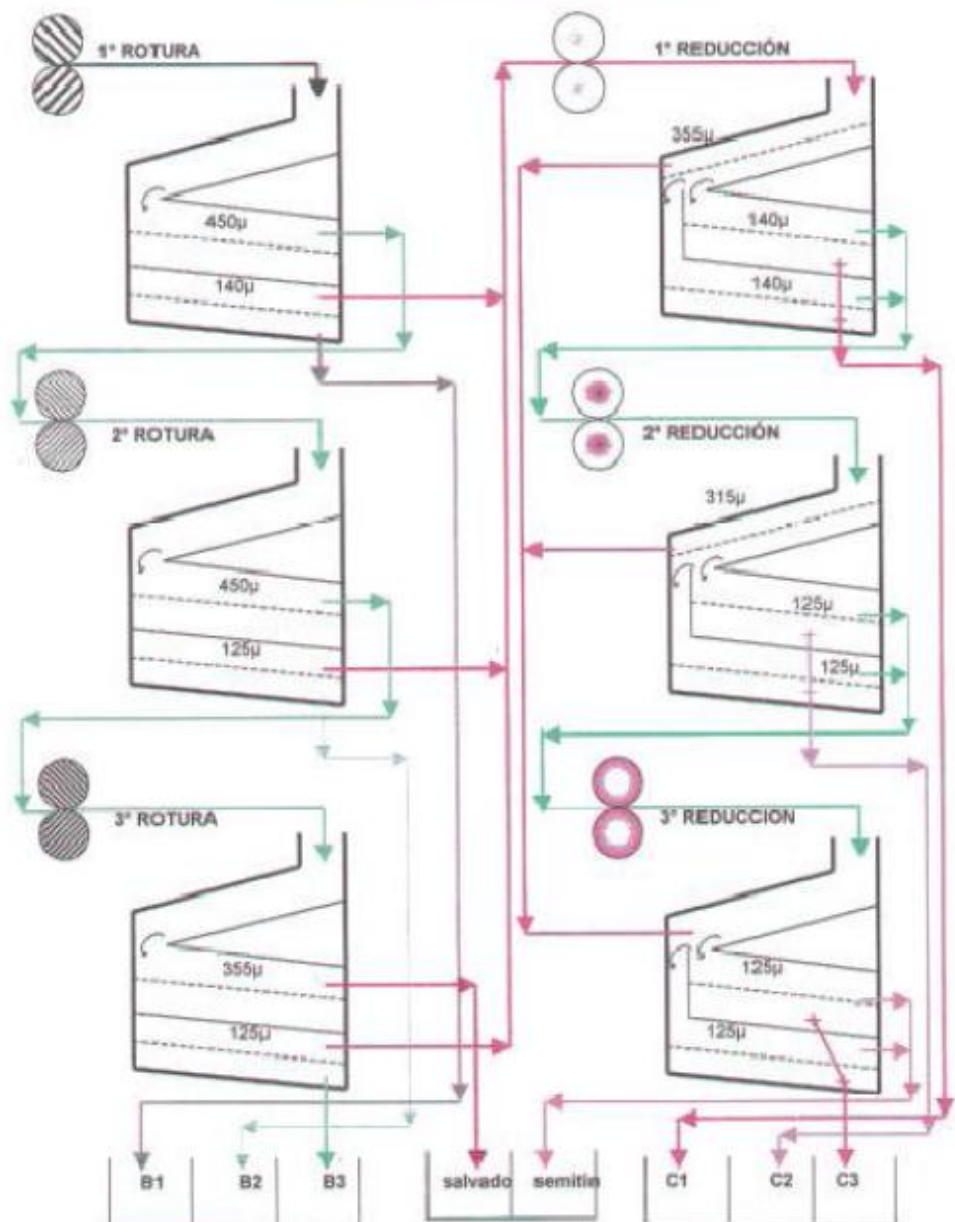
El molino Bühler MLU –202 consta de tres pares de cilindros de reducción:

- ✓ La fracción C1 de harina es la que proviene del primer par de cilindros de reducción y logra pasar por los tamices de 355 μ y 140 μ . Corresponde a una harina 0000. Es la

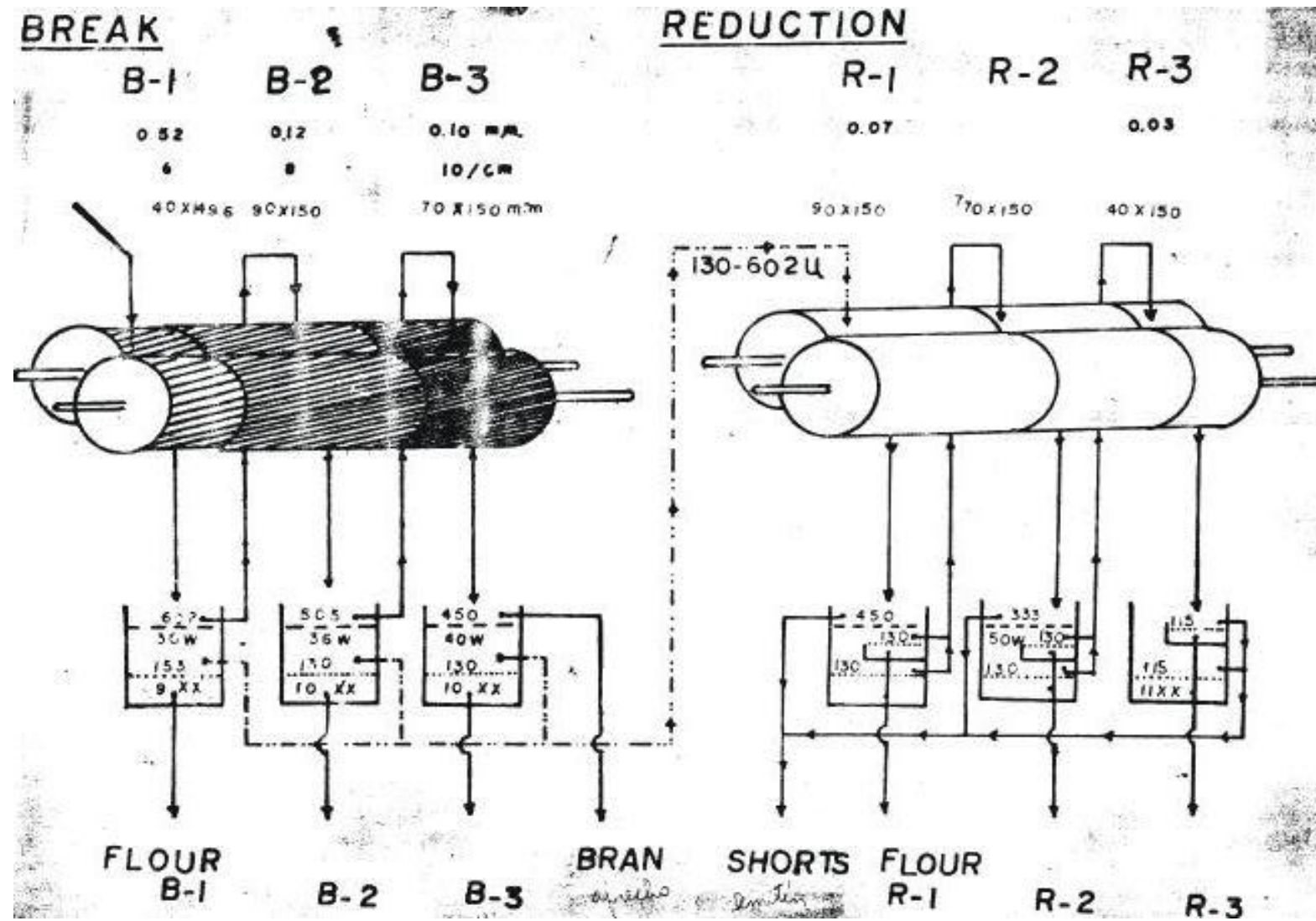
harina más blanca de todas las fracciones obtenidas (con el menor contenido de salvado). La fracción de harina que no logra atravesar el tamiz de $140\ \mu$ es guiada a través de un flujo de aire al,

- ✓ Segundo banco de reducción, el cual reduce más la harina, pero al mismo tiempo tritura más el salvado. El segundo par de cilindros de reducción consta de dos tamices, uno de $315\ \mu$ y el otro de $125\ \mu$. La fracción C2 corresponde a la harina que logra atravesar ambos tamices. Esta fracción corresponde a una harina 0. La fracción de harina que no logra atravesar el tamiz de $125\ \mu$ es guiada al tercer y último banco de reducción.
- ✓ El tercer par de cilindros consta de un tamiz de $125\ \mu$. La fracción de harina que no logra pasar el tamiz de $355\ \mu$ del primer ciclo de reducción junto con la fracción de harina que no logra atravesar el tamiz de $315\ \mu$ del segundo ciclo de reducción es guiada a los tamices del tercer ciclo de reducción (tamiz de $125\ \mu$). La fracción C3 de harina es la harina que logra atravesar el tamiz de $125\ \mu$ del tercer ciclo de reducción. Corresponde a una harina $\frac{1}{2}$ 0. El semitín es la fracción que no logra atravesar el tamiz de $125\ \mu$ del tercer ciclo de reducción.

DIAGRAMA de MOLIENDA del MOLINO BÜHLER MLU- 202



Obteniéndose 6 fracciones de harina denominadas B1; B2; B3; C1, C2 y C3



FALLING NUMBER O NÚMERO DE CAÍDA

Este método determina la actividad enzimática (o concentración de enzimas alfa-amilasas) que se desarrolla en el interior del grano de trigo. No mide propiedades inherentes a la calidad genética del trigo, sino que determina alteraciones producidas por brotación del trigo debido a la humedad y calor, inconveniente que ocasiona un exceso de concentración de alfa-amilasa que en la panificación provoca una textura interna pegajosa.

El método consiste en preparar una suspensión de 7g de harina y 25ml de agua destilada en un tubo viscosimétrico que se coloca en el baño de agua hirviente que tiene el aparato. Se agita 60 segundos liberándose un émbolo agitador en forma automática en su posición superior. El mismo se va hundiendo libremente en la suspensión de agua y harina calentada. Cuando el viscosímetro ha recorrido en su caída la distancia establecida, el valor de Falling Number aparece en el marcador electrónico.

Fundamento

Cuando se produce la gelificación de la harina por el agua, comienza a trabajar la alfa amilasa transformando el almidón en azúcar. Cuando más pronto lo hidroliza hay más alfa amilasa y el tiempo de caída del embolo será menor. Por lo tanto cuando la enzima alfa — amilasa está presente en una concentración demasiado elevada, el almidón será atacado por ella, resultando un pan de miga pegajosa; por el contrario cuando haya déficit enzimático, el pan resultará demasiado seco.

Existe un valor de falling number óptimo para cada uso de la harina.

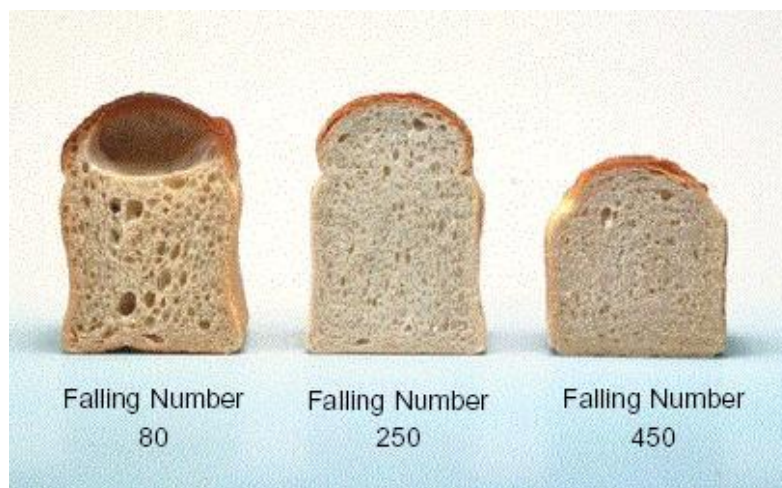
Interpretación de resultados

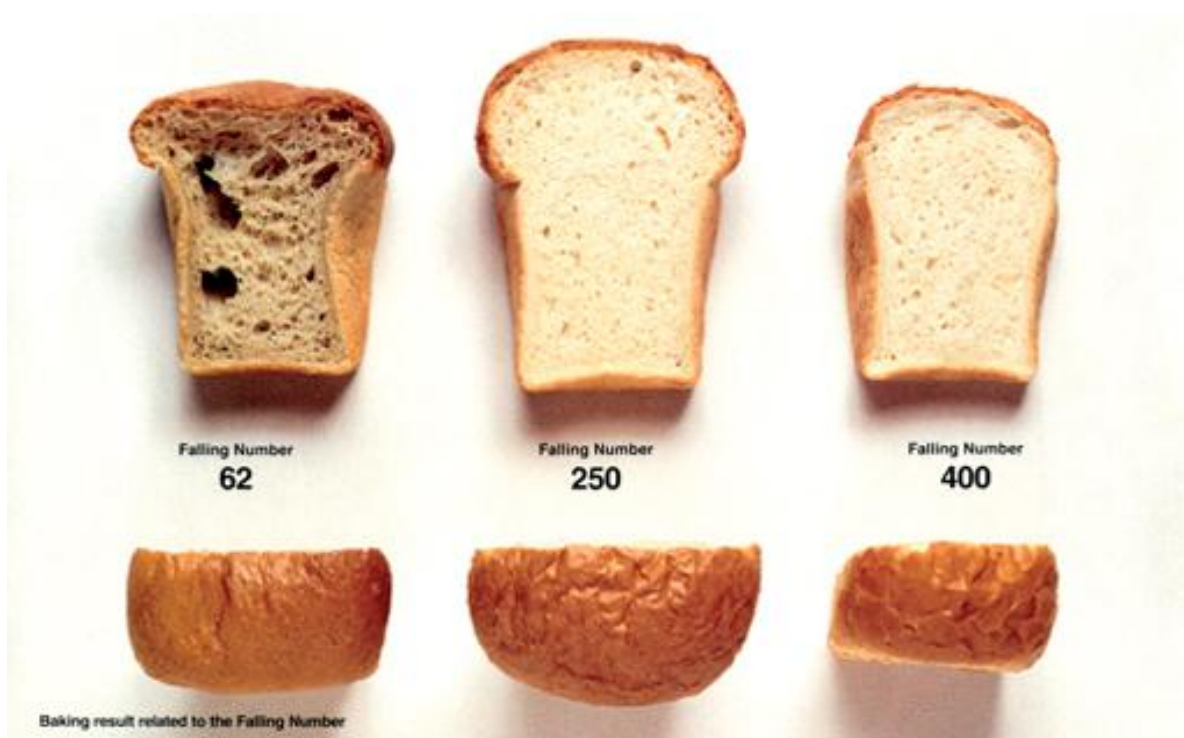
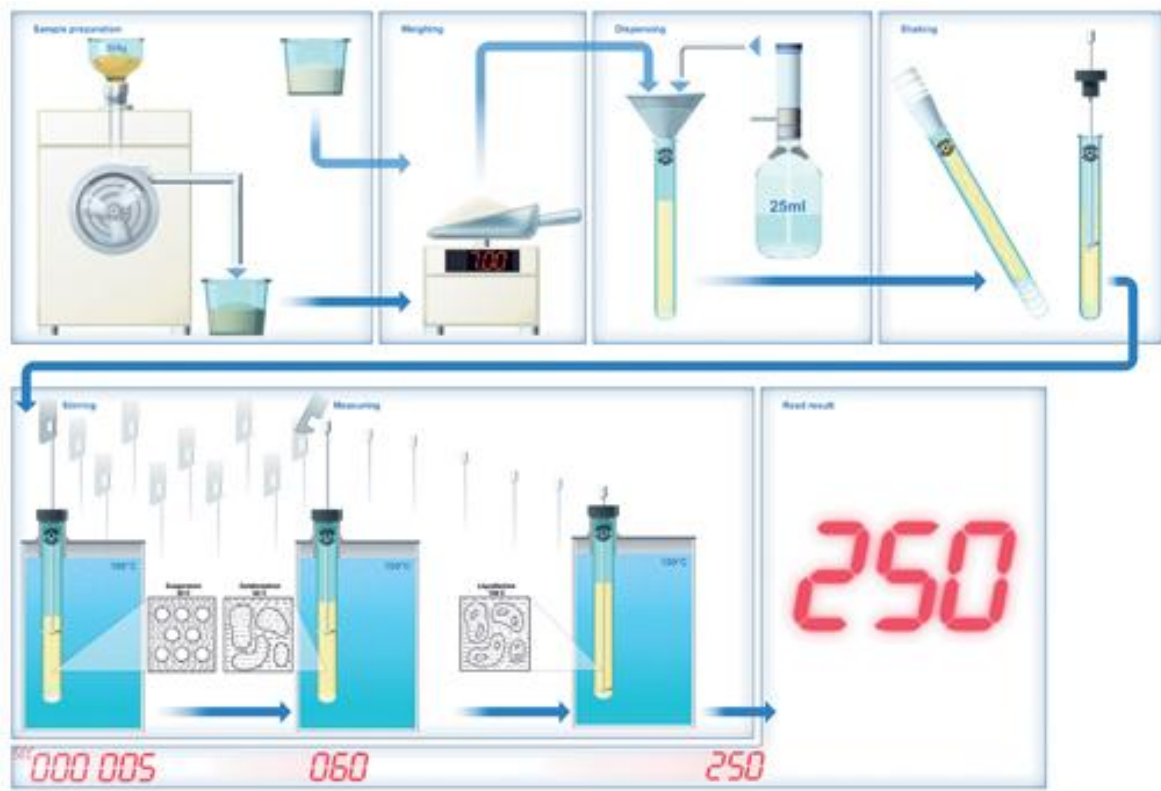
Tiempo de caída:

- ✓ **Inferior a 150** Presencia de granos germinados o brotados
Actividad amilásica elevada
Peligro de miga de pan pegajosa
- ✓ **Entre 200-300** Óptimo para panadería.
- ✓ **Superior a 350** Actividad amilásica débil
Riesgo de obtener pan poco desarrollado,
Poco voluminoso y con miga muy seca.

En definitiva se trata de un método muy simplificado y rápido con resultados fiables, transferibles a situaciones prácticas de trabajo: con harina de un índice de caída demasiado alto las masas encuentran dificultad para la fermentación y el pan se caracteriza por una miga dura y compacta y una corteza pálida. Con harina de índice de caída excesivamente bajo la masa es blanda, pegajosa, difícil de trabajar con máquina y el pan se presenta aplastado con miga gomosa y con una corteza de color gris oscuro.

Se pueden corregir, en el caso de un índice de caída demasiado alto con el agregado de enzimas, y en el caso de un índice de caída bajo mezclando con otras harinas que posean un índice alto. Si es demasiado bajo el índice es difícil de corregir.



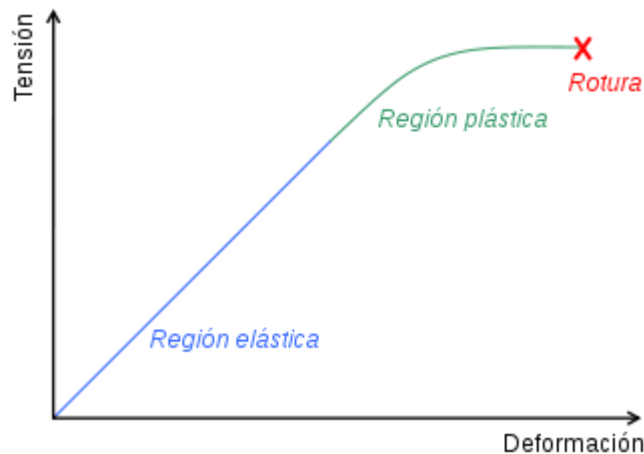


ALVEOGRAFO DE CHOPIN

La reología es la ciencia que estudia la deformación de los cuerpos. Los análisis reológicos son análisis físicos que se ocupan de la viscosidad, plasticidad, elasticidad, etc. Nosotros los trataremos en relación a la panificación, para evaluar la calidad y las propiedades que tiene una harina.

Para evaluar estas propiedades existen diversos aparatos y métodos. Entre ellos encontramos: el Alveógrafo (mide las cualidades plásticas de la harina), el Farinógrafo (determina la cantidad de agua que necesita la masa), Falling Number (mide el grado de brotación del trigo), Zimotaquígrafo (permite apreciar las características fermentativas de la harina), y el Extensógrafo (mide las cualidades elásticas de la harina).

La plasticidad es la capacidad de un material de deformarse permanente e irreversiblemente cuando se encuentra sometido a tensiones por encima de su límite elástico.



Alveógrafo de Chopen o Chopin

Definición

Este método se aplica para medir cualidades plásticas de las harinas. El principio en que está fundada esta determinación consiste en la deformación de una película de masa por medio de volúmenes de aire conocidos, hasta el momento en que el alveolo producido por la película de masa no puede resistir más la deformación y se rompe por acción de la presión del aire; simulando la deformación que esta sufre como consecuencia de los gases que se generan durante el proceso de fermentación.

El aparato registra y grafica en un papel (Alveograma) la presión de aire y el tiempo que transcurre antes de que se rompa la masa.



Principio

Se prepara una masa con harina, sal y agua de acuerdo a condiciones estándar. La cantidad de agua y sal depende de la humedad inicial de la harina. Una vez terminado el amasado se corta la masa en discos. Después de un determinado período este disco de masa es insuflado y la presión interna de ésta es relacionada con la resistencia de la masa a la deformación por medio de una curva. La medida y forma de la curva obtenida y el volumen del aire insuflado hasta el momento de la ruptura, son una guía de las características panaderas de la harina. El equipo está formado por tres partes: Amasadora, Alveógrafo y Tambor registrador

Procedimiento

Se coloca la muestra en el mezclador de la amasadora, se pone en marcha. En la amasadora se forma la masa, se cortan 5 pedazos iguales, se moldea en forma de disco sobre una planchuela que se encuentra dentro del Alveógrafo y luego se mantiene en reposo durante 25 minutos en la cámara u hornillo del alveógrafo a 25°C.

Luego cada disco se coloca en un plato, colocándole un collar para que lo apriete sobre el mismo, de este modo el aire al que se somete no se escapa. El aire se insufla y a medida que la masa se empieza a inflar se forma la gráfica (el tambor comienza a girar), cuando la masa se rompe el tambor se detiene. Los alveógrafos modernos trabajan con una bomba de aire y la gráfica se va registrando en un software. El análisis se hace por quintuplicado, se superponen las 5 gráficas y se hace un promedio.

Interpretación de resultados

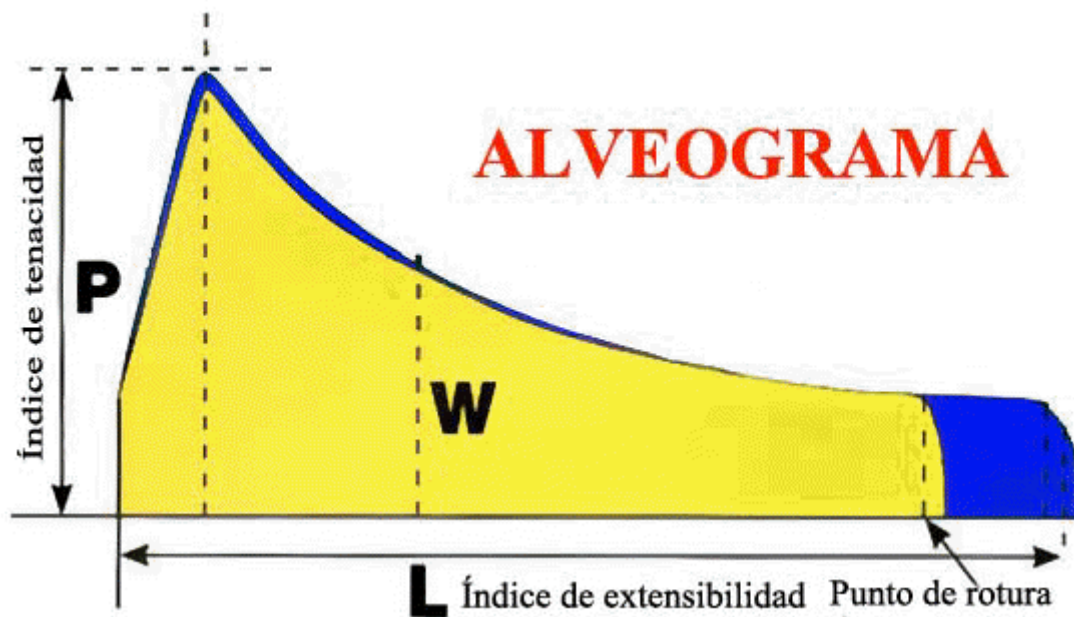
La información que se obtiene es el trabajo de deformación (W) de la masa hasta la ruptura del alveolo, en el alveograma representa el área bajo la curva.

También se obtienen otros parámetros como:

Tenacidad (P) o resistencia al estiramiento: mide la resistencia a la deformación de la masa, representada en la altura máxima de la curva graficada en el alveograma, se mide en mm. A esta propiedad la confieren principalmente las gluteninas.

Extensibilidad (L) o volumen de aire que provoca la ruptura de la masa: mide la viscosidad de la masa debida principalmente a las gliadinas, representada en la longitud de la curva graficada en el alveograma, se mide en mm.

Índice de hinchamiento (G) nos da un valor proporcional a la extensibilidad. Este parámetro se utiliza para determinar el Índice de equilibrio P/G el cual, da la proporción de gliadinas y gluteninas.



Con la información que se obtiene de los alveogramas se pueden clasificar a las harinas en tres grupos.

CLASIFICACIÓN DE LA HARINA DE TRIGO DE ACUERDO A SU FUERZA (W, X 10 –4 JOULES)

Harina con gluten		
Fuerte	Medio	Débil
$W > 300$	$300 > W > 200$	$W < 200$

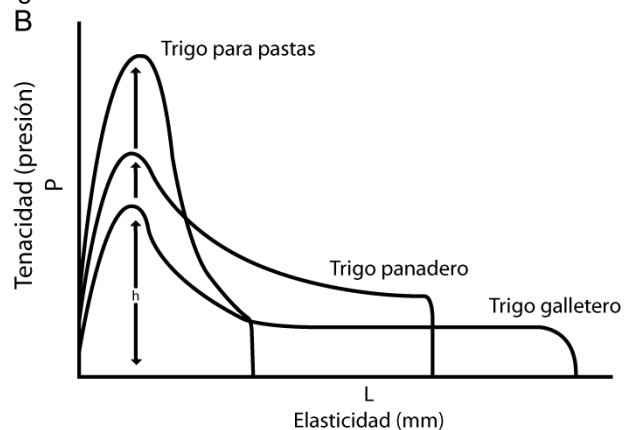
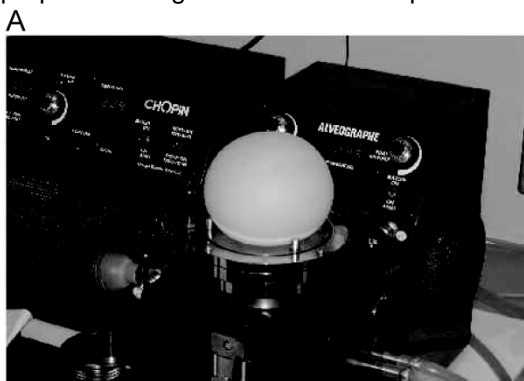
CLASIFICACIÓN DE LA HARINA DE TRIGO DE ACUERDO A SU ÍNDICE DE EQUILIBRIO

Harina con gluten		
Tenaz	Balanceado	Extensible
$P/G > 6$	$6 > P/G > 4$	$P/G < 4$

CLASIFICACIÓN DE LA HARINA DE TRIGO DE ACUERDO A SU FUERZA E ÍNDICE DE EQUILIBRIO

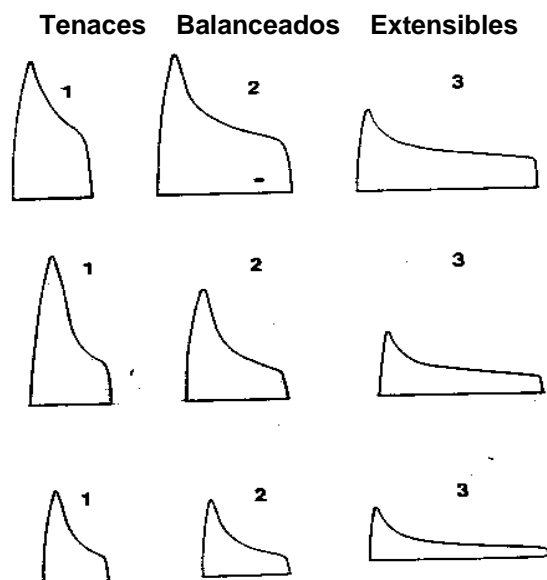
Fuerza	Indice equilibrio	Uso
$300 > W > 200$	$6 > P/G > 4$	Panadería
$W < 200$	$P/G < 4$	Galletas
$W > 300$	> 6	Pastas

Las harinas que presentan una mayor proporción de gluteninas son más fuertes y tenaces, mientras que las harinas que presentan una mayor proporción de gliadinas son más viscosas y extensibles, las harinas con una relación balanceada de gliadinas y gluteninas presentan una fuerza media y son utilizadas para panadería, las harinas que presentan una mayor proporción de gluteninas se utilizan para elaborar pastas y las harinas que presentan una mayor proporción de gliadinas se utilizan para elaborar galletas.

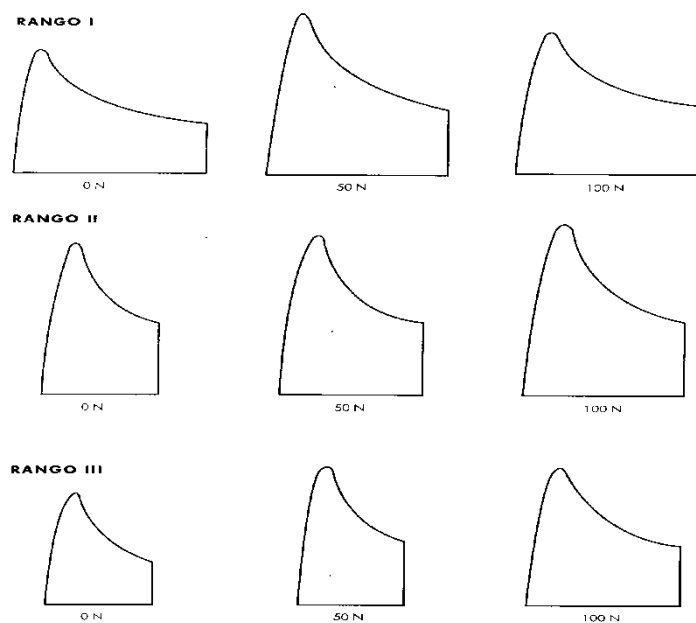


Se pueden emplear como trigo correctores a los trigos cuya fuerza supera los 300. Estos son mezclados con trigos más débiles (aquellos con fuerza menor a 250) de modo de fortalecerlos. En cambio, los trigos que presentan una fuerza entre 250 y 300 se emplean directamente para fabricar harina panadera y los W menores a 250 corresponden a trigos inferiores para pan, o débiles.

En la siguiente figura podemos ver los alveogramas obtenidos con trigos balanceados en el centro, los tenaces a la izquierda y los extensibles a la derecha, y figuras para trigos de W mayores a 300, entre 200 y 300, y menores a 200.



El agregado de fertilización nitrogenada, sobre todo cuando se aplica en etapas tardías del cultivo de trigo, mejora la cantidad de proteína en porcentaje, y mejora la calidad panadera, manteniéndose la diferencia a favor de las variedades de mejor calidad. Esto se detecta en el alveograma, donde el Rango I corresponde a los trigos de mayor calidad y el Rango III a los peores, y 0 (cero) N, 50 N y 100 N corresponden a : trigos sin fertilizar, fertilizados con 50kg/ha de nitrógeno y con 100 kg/ha de nitrógeno respectivamente. Esto es la experiencia de un año en un molino determinado pero se puede tomar como tendencia.



Factores q influyen

No se deben comparar W entre datos obtenidos con harinas extraídas con diferentes diagramas de molienda, o distinto acondicionamiento del trigo para moler, ni con diferentes hidrataciones de la masa o distinto tiempo transcurrido hasta realizar el análisis. No se puede juzgar un trigo analizando solo un parámetro, sino sus relaciones.

FARINOGRAFO DE BRABENDER

El proceso de elaboración de pan se divide en tres etapas principalmente: mezclado, fermentado y horneado. Durante todas las etapas de elaboración de pan, ocurren cambios químicos, bioquímicos y transformaciones físicas, las cuales son afectadas por los diversos constituyentes de la harina.

Uno de los componentes que tecnológicamente son importantes y que determinan la calidad del producto terminado son las proteínas, principalmente las proteínas que integran el gluten (gliadinas y gluteninas).

Es importante conocer este tipo de proteínas así como sus propiedades funcionales, para determinar el uso que se les puede dar ya sea para la elaboración de pan o para la elaboración de otros productos a base de trigo (pastas, galletas, etc.).

Las proteínas del gluten representan entre un 80–85 % del total de las proteínas del trigo, representan la mayor parte de las proteínas de almacenamiento. Las proteínas del gluten se encuentran en el endospermo del grano de trigo maduro donde forman una matriz continua alrededor de los gránulos de almidón. Las proteínas de gluten son en gran parte insolubles en agua.

Propiedades funcionales de las proteínas de la harina de trigo

Las proteínas de la harina de trigo, específicamente las proteínas del gluten le confieren a la masa una funcionalidad única que la diferencia del resto de las harinas de otros cereales, la masa de harina de trigo se comporta desde el punto de vista reológico como un fluido viscoelástico, esta propiedad hace que la masa sea elástica y extensible.

En la etapa de mezclado se desarrolla la malla de gluten, los cambios reológicos que ocurren en esta etapa son monitoreados por medio de un reómetro llamado farinógrafo.

Un reómetro es un aparato de laboratorio que se usa para medir la forma en que fluye un líquido, mezcla o suspensión bajo la acción de fuerzas externas. Mide la reología de un fluido, y se emplean para fluidos que no pueden definirse con un único valor de viscosidad.



Farinógrafo

Este método mide y registra la resistencia de una pasta al amasado.

Se puede determinar el rendimiento probable de pan que puede dar una harina, midiendo la absorción de agua, así como el acondicionamiento de la masa y la resistencia que presentará a su fermentación. También se puede utilizar para estudiar la influencia sobre la consistencia y característica de la masa, de los mejoradores de todo tipo.

El farinógrafo consiste en un motor que mueve las espas (afiladas) de un bol mezclador en el que se va a realizar el

análisis de una masa. El aparato mide la resistencia (cambio de la consistencia) de la masa contra las espas giratorias del mezclador desde el inicio de la formación de la masa y lo registra gráficamente (el farinograma) en Unidades Brabender (Brabender Units, BU) versus el tiempo. La resistencia aumenta a medida que se desarrolla la masa y llega un momento en que comienza a caer a medida que la masa se va rompiendo.

El método puede ser empleado para determinar la absorción de una harina en particular y para predecir las características durante el procesado de las harinas de trigo y centeno.

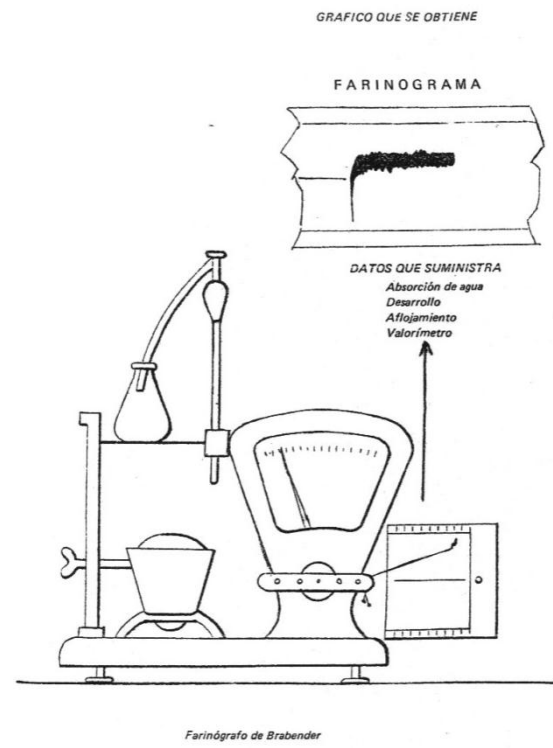
Con este equipo se pueden visualizar las tres etapas del proceso de mezclado:

1. Hidratación de los componentes de la harina,
2. Desarrollo del gluten y
3. Colapsamiento de la masa, con respecto al tiempo.

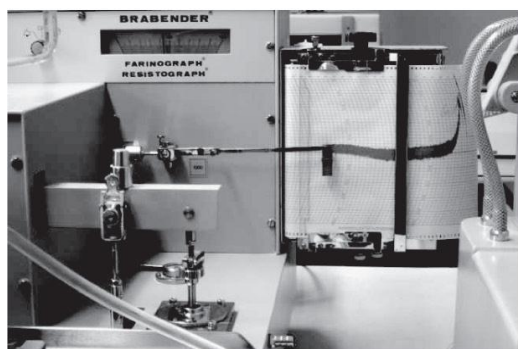
De esta manera podemos saber el tiempo de trabajo mecánico que se le puede aplicar a la masa hasta antes de colapsar su malla de gluten. También nos permite saber el porcentaje de agua que se requiere para alcanzar una consistencia de 500 UB (Unidades Brabender).

Equipamiento

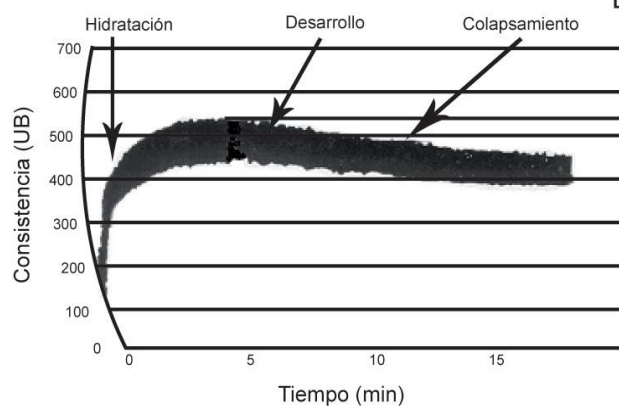
Farinógrafo Brabender con amasadora grande (300g de harina) y amasadora chica (50g de harina), con sistema de circulación de agua termostatizada a 30°C. Balanza y espátula plástica.



A



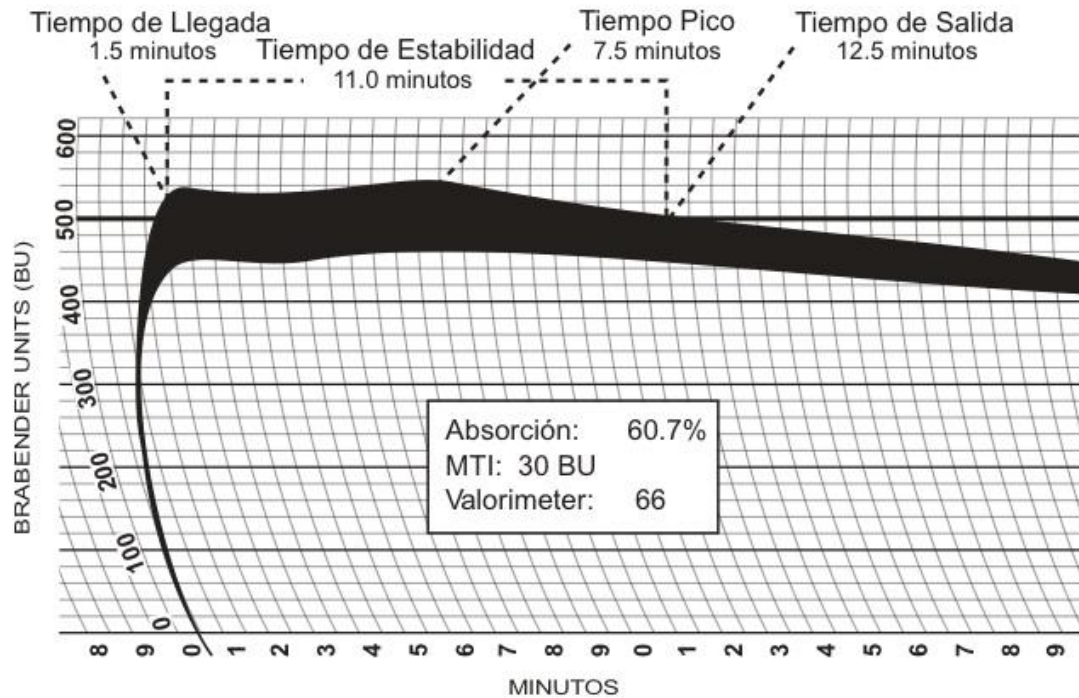
B



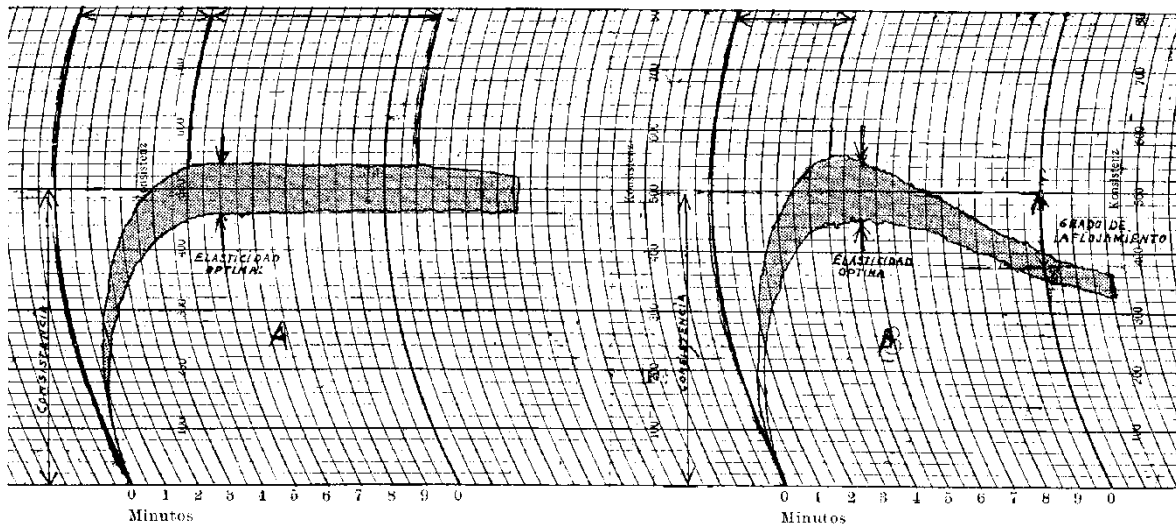
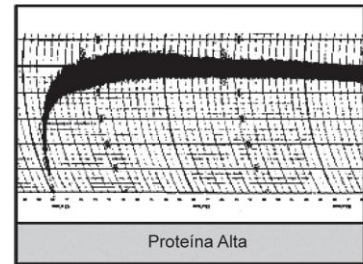
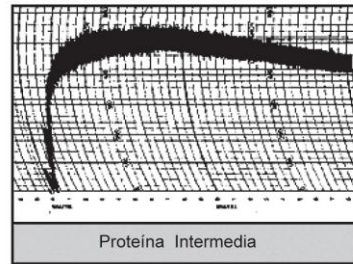
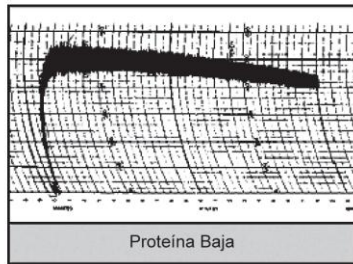
Determinación

La harina absorberá la cantidad justa de agua cuando se sitúe en la banda de las 500 UB (unidades Brabender o farinográficas – siendo esta una medida de la consistencia de la masa); si la banda da por arriba de los 500 UB habrá que agregarle agua y si da por debajo quitarle. En primer lugar se efectúa un ensayo preliminar para determinar la absorción de agua de la harina. La harina se amasa determinándose la absorción correspondiente a una consistencia de 500 UB.

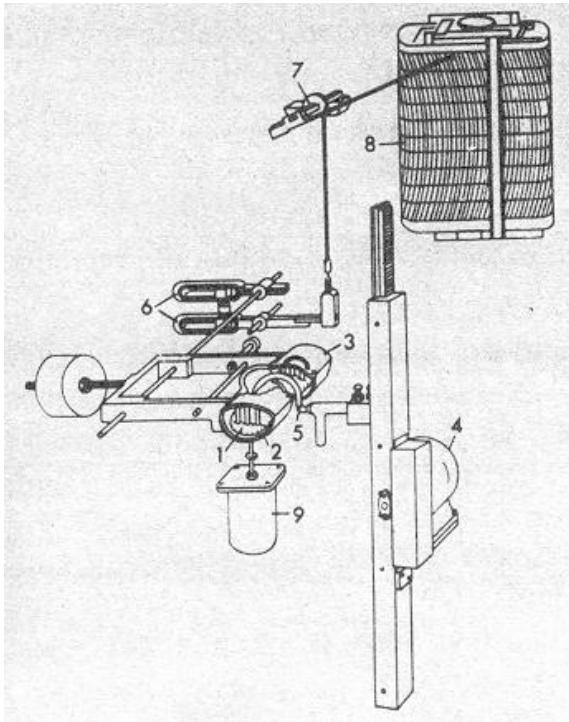
Obtención de datos. Interpretación



- ✓ **Absorción:** está definida como la cantidad de agua necesaria para centrar la curva del farinograma en la línea de 500 U.B.
- ✓ **Tiempo de llegada:** tiempo en minutos requerido para que la parte alta de la curva alcance la línea de 500 U.B, medida desde el momento en que se adiciona el agua. Este valor es una medición de la velocidad con que el agua es absorbida por la harina. Generalmente el tiempo de llegada es mayor en harinas que poseen un alto contenido de proteínas.
- ✓ **Tiempo de desarrollo de la masa (TD):** tiempo medido desde el momento en que el agua ha sido adicionada hasta el punto en donde se alcanza el espesor máximo sobre la curva registrada. Se mide en minutos, una harina buena demora entre 10 y 15 minutos.
- ✓ **Tiempo de salida:** tiempo en minutos medido desde la adición del agua hasta el punto en el cual la parte superior de la curva abandona la línea de 500 U.B. Si el tiempo de salida es muy grande, significa que la harina es muy fuerte.
- ✓ **Índice de tolerancia mecánica:** diferencia en U.B. medida desde la parte superior de la curva en el punto máximo de desarrollo, hasta la parte superior de la curva lograda 5 minutos después. Mientras más grande sea este valor, la harina es más débil.
- ✓ **Tiempo de Estabilidad:** Diferencia entre el tiempo de llegada y el tiempo de salida, entre mayor sea esta diferencia, mayor será la estabilidad. Es una medida de la cantidad de fermentación que resistirá una harina y en cierto modo, es una indicación de la tolerancia de la misma al tiempo de fermentación. También es una medida del exceso de amasado que resiste una harina, antes de que esta empiece a debilitarse.
- ✓ **Elasticidad y extensibilidad:** la anchura de la banda es una medida de la dureza de la harina y de su elasticidad. No obstante, el extensógrafo es el aparato para hacer esta medida.



EXTENSOGRAFO DE BRABENDER



Semejante el Alveógrafo, determina la capacidad de estiramiento de la masa y por lo tanto su resistencia a la extensibilidad y el límite de ruptura. En este caso no es una lámina de masa que se insufla hasta su ruptura sino una tira de masa que se alarga mediante una presión en su parte media. También se registra la curva en un gráfico, en los que se observa: la absorción de agua, la energía (área de la figura), resistencia de la masa (altura máxima de la curva), extensibilidad (ancho de la base) y la relación entre la resistencia y la extensibilidad. Cuanto mayor son estos índices más duros y fuertes serán los trigos y la relación entre resistencia y extensibilidad deberá oscilar entre 3.5 y 5.

Este dispositivo nos permite evaluar masas en proceso de fermentación y masas con agregado de aditivos. La deformación mecánica se produce por el descenso, a velocidad constante, de un dispositivo colocado sobre la mitad del cilindro de masa, la que es sujeta en sus extremos mediante

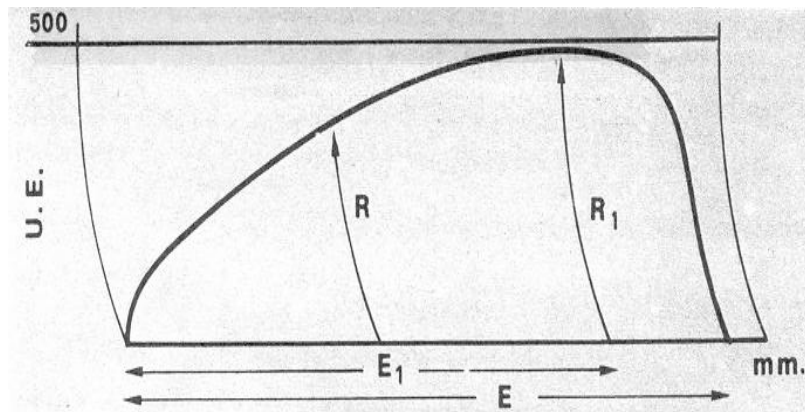
ganchos.

El mecanismo que desciende está unido por medio de un sistema de palanca a un registrador. Las palancas reflejan el esfuerzo que debe realizar el dispositivo para descender a velocidad constante, la gráfica obtenida se denomina extensograma.

La masa se realiza con 300 gr. de harina y la cantidad de agua necesaria para producir una masa 500UB., de acuerdo a los datos obtenidos del Farinógrafo de Brabender. Una vez que hemos obtenidos la masa se la divide en dos partes iguales, se le da forma de cilindro y se la deja en reposo durante 45 minutos a una temperatura de 29°C, una vez realizado el ensayo se vuelve a formar el cilindro y se repite a los 45 minutos es decir que sobre una misma masa se realizarán 3 ensayos, a los 45, 90, 135 minutos.

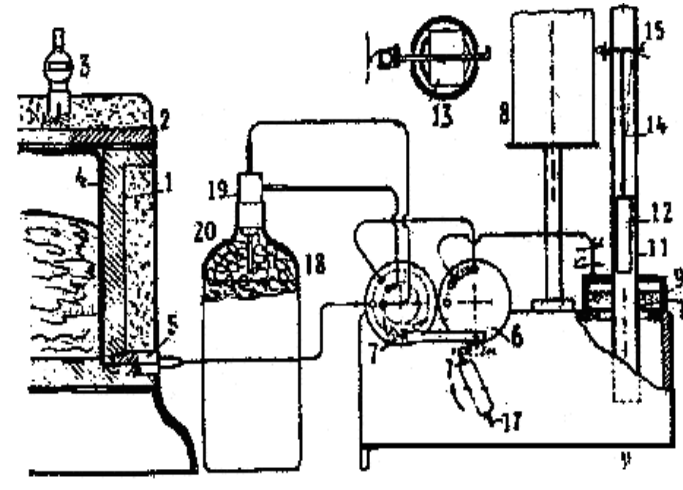
Los datos que se obtienen del extensograma son los siguientes:

- ✓ **La resistencia R:** altura del extensograma (U.E.) correspondiente al punto de base situado a 5 cm de distancia del comienzo de la curva.
- ✓ **La resistencia R1:** altura máxima de la curva.
- ✓ **Extensibilidad E:** corresponde a la longitud de la base desde el comienzo hasta el final del extensograma (mm).
- ✓ **Extensibilidad E1:** longitud de la base desde el comienzo de la curva hasta el final del punto correspondiente a la máxima resistencia R1.
- ✓ **La relación R/E**
- ✓ **El área del extensograma:** fuerza de la masa



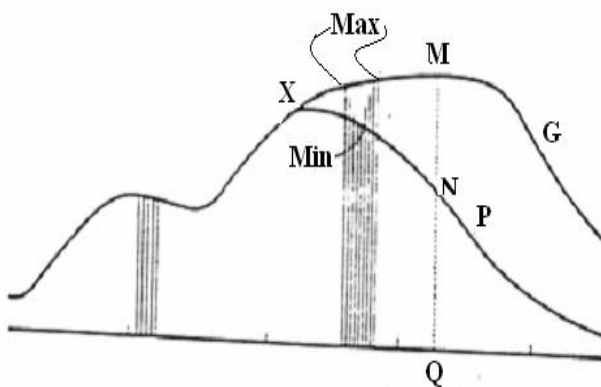
ZIMOTAQUIGRAFO DE CHOPIN

Este equipo nos permite determinar la capacidad de una harina para generar gases durante el proceso de fermentación y de la calidad de la harina para retener los gases producidos en este proceso. Además nos indica el momento óptimo en que se debe hornear la masa.



El equipo consiste en una cuba de fermentación que opera a 30°C dentro de la cual se coloca un vaso con paredes perforadas existiendo muy poca luz entre el vaso y la cuba, dentro del vaso se coloca la masa en fermentación.

La cuba tiene una salida en su parte inferior que permite la salida del aire desplazado durante el leudado de la masa, la que se comunica a una válvula de 8 vías, esta tiene dos salidas: una directa al registrador pasando por una válvula intermedia y la otra salida hace pasar los gases a través de un frasco que contiene hidróxido de potasio, que tiene la capacidad de retener el dióxido de carbono. Luego el aire remanente pasa a la válvula intermedia y de allí al registrador. La particularidad de la válvula intermedia es que alternativamente al paso del aire se abre a la atmósfera, es decir que en la gráfica obtendremos una serie de picos. - Uniendo estos picos se obtendrá una gráfica que en algún punto producirá una bifurcación, es en este momento donde la masa ya no retiene el dióxido de carbono producido en la fermentación y en este punto sería el momento ideal para hornear la masa.



Los datos que se obtienen del diagrama son:

- ✓ El volumen total de gas producido por la masa indicado por el área bajo la curva superior.
- ✓ La posición del punto y el volumen que le corresponde en el momento que la masa no retiene los gases.
- ✓ El volumen de aire sin la presencia del dióxido de carbono representado por la curva inferior.
- ✓ En todo momento se puede obtener una relación entre el volumen de aire desplazado y el volumen total de

gases producido que está dado en NQ/MQ .

- ✓ En harina de buena calidad esta relación debe ser próxima a 1.

AMILOGRAFO DE BRABENDER

Este método permite registrar continuamente en forma gráfica la variación de viscosidad de una suspensión de harina en H₂O a medida que se aumenta la temperatura en forma uniforme. El aumento de la viscosidad se debe a la gelatinización de los almidones y esta se ve modificada por la presencia de las enzimas alfa y Beta Amilasa.

El amilógrafo es un viscosímetro de torsión que aumenta la temperatura de la suspensión en 1,5 ° C por minuto. El movimiento de la suspensión lo produce un disco que se mueve a velocidad constante y que posee espigas hacia arriba. En la tapa del amilógrafo posee espigas hacia abajo y estas son arrastradas por el movimiento de la suspensión, originado por las otras espigas. La parte superior se comunica por medio de un sistema de palanca o un registrador. Se prepara una suspensión uniforme utilizando 80 gr de harina y 450 ml de agua.

Se la coloca en el recipiente con 8 espigas verticales y que gira a 75 rpm constante.

Se coloca la parte superior que tiene 7 espigas, la que va conectada al registrador.

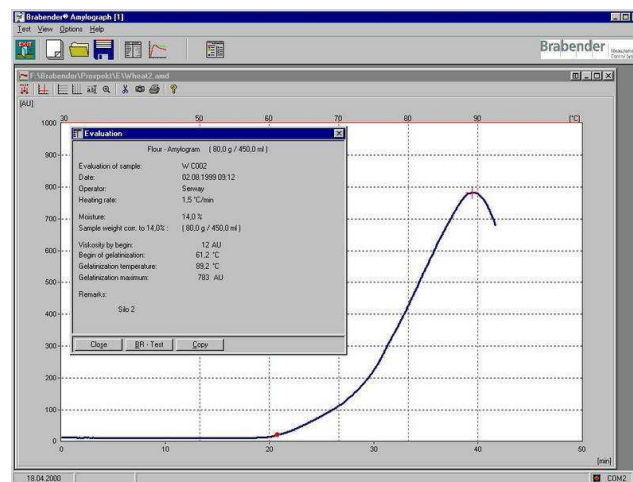
Al mismo tiempo que gira la base del recipiente, se comienza el calentamiento, desde 20°C, hasta alcanzar 95°C, y a partir de ese momento se mantiene constante hasta cumplir 60 min del ensayo.

El esfuerzo para girar a velocidad constante se registra y se obtiene el amilograma.

Al principio la gráfica corre paralela a la línea base, luego aprox. 70°C comienza a elevarse debido a la gelatinización de los almidones.

A una Temperatura de 85 – 90 °C comienza la caída de la curva.

Los valores que se miden son la viscosidad máxima medida en unidades UB y el tiempo que se alcanza la viscosidad máx.



- ✓ **Curva alta:** baja actividad enzimática. Harina apta para elaborar pan con miga seca y corteza de color clara.
- ✓ **Curva baja:** alta actividad enzimática. Harina apta para elaborar pan con miga húmeda y corteza oscura.