

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
931:1997**

**LECHE Y SUS DERIVADOS.
DETERMINACIÓN DE
GRASA POR EL MÉTODO
DE ROESSE GOTTLIEB**

(2^{da} Revisión)



PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN 368-82 fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT10 Productos alimenticios** por el Subcomité Técnico **SC4 Productos lácteos y derivados**, y aprobada por la COVENIN en su reunión No. 148 de fecha 1997/09/10.

En la elaboración de esta Norma participaron las siguientes entidades: Ministerio de Sanidad y Asistencia Social, Instituto Nacional de Higiene, Universidad Simón Bolívar, Instituto Nacional de Nutrición, Cadipros Milk Products, Nestlé de Venezuela, S.A, PARMALAT.

NORMA VENEZOLANA
LECHE Y SUS DERIVADOS. DETERMINACIÓN DE
GRASA POR EL MÉTODO DE ROESSE GOTTLIEB.

COVENIN
931:1997
(2^{da} Revisión)

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana contempla un método de ensayo, para la determinación del contenido de grasa en leche y sus derivados.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión se recomienda, a aquéllos que realicen acuerdos en base a ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente.

COVENIN 938-83 Leche y sus derivados. Métodos para la toma de muestras de leche y productos lácteos.

3 PRINCIPIO

Se basa en la liberación de la grasa mediante el uso de amoníaco que actúa disolviendo las proteínas, rompiendo ligaduras, modificando la capa superficial de los glóbulos de grasa y ayudando en la disolución de compuestos fosfatados; alcohol, que tiene efecto deshidratante, facilita la disolución de fosfatidos y lípidos, el éter es el que actúa como solvente de la grasa; éter de petróleo, disminuye la solubilidad de la fase acuosa evitando que esta se disuelva en el solvente.

4 APARATOS Y MATERIALES

4.1 Tubos especiales graduados, para extracción, modelo Richter o Roehrig, o tubos especiales de Mojonnier, con tapones herméticos de vidrio esmerilado, de neopreno o de cualquier otro material que no sea afectado por los solventes usados.

4.2 Pipetas volumétricas de 1, 2, 10 y 25 ml, o buretas graduadas automáticas

4.3 Cápsula de fondo plano de 100 a 150 ml de capacidad.

4.4 Balanza analítica con apreciación de 0.1 mg.

4.5 Centrifuga con cabezal adecuado para colocar los tubos de extracción (3.1) y que pueda ser ajustada a 600 r.p.m.

4.6 Estufa con ventilación y regulador de temperatura ajustada a $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, o estufa de secado al vacío ajustada a una temperatura de $70\text{ }^{\circ}\text{C} - 75\text{ }^{\circ}\text{C}$ y una presión menor de 50 mm. de Mercurio.

4.7 Baño de María con regulador de temperatura.

4.8 Desecador con cloruro de calcio u otro material desecante apropiado.

4.9 Perlas de vidrio o carburo de silicio en trocitos.

5 REACTIVOS

5.1 Hidróxido de amonio (NH_4OH) de aproximadamente 25 % de amoníaco ($d=0.91\text{ g/ml}$) o una solución de mayor concentración.

5.2 Alcohol etílico de 94 a 97 % (V/V).

5.3 Éter etílico exento de peróxido con un punto de ebullición de $35\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.4 Éter de petróleo con un rango de ebullición entre $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.5 Solución de fenoltaleína al 1 % en alcohol neutralizado o solución acuosa de rojo congo, al 0.2 %.

5.6 Ácido clorhídrico al 32 %

6 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

6.1 El material a ensayar es leche fluida, leche en polvo, leche evaporada o condensada, bebidas lácteas saborizadas, mantequilla, quesos, crema, yogurt, etc.

6.2 Leches fluidas o productos lácteos líquidos no homogeneizados.

6.2.1 Llevar la muestra a una temperatura de aproximadamente $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, mezclar hasta que esté homogénea vertiéndola repetidas veces de un recipiente a otro.

6.2.2 Si se forman grumos de crema y éstos no se dispersan, calentar la muestra en baño de María a $38\text{ }^{\circ}\text{C}$ aproximadamente y mezclar hasta que esté homogénea; si es necesario, usar un policia para reincorporar cualquier partícula de crema adherida al recipiente o al tapón.

6.2.3 Enfriar la muestra y dejar en reposo durante 30 min. en un ambiente a 20 °C, a fin de permitir el desprendimiento de las burbujas de aire y la estabilización de la temperatura; agitar suavemente para evitar reincorporación de aire en la leche.

6.3 Leche en polvo

Antes de abrir la muestra para el análisis, homogeneizar bien por agitación o por inversión y giro del recipiente. Evite la humedad y la temperatura excesiva cuando abra el recipiente.

6.4 Leche condensada o evaporada

Llevar el recipiente sin abrir a un baño de agua a 60 °C, sacar y agitar vigorosamente cada 15 minutos. Después de dos horas sacar la lata y dejar enfriar a temperatura ambiente, abrir la lata e incorporar el producto adherido a la tapa y mezclar con una espátula o con una cucharilla. Si la grasa se separa la muestra no está convenientemente preparada.

6.5 Leche condensada azucarada

6.5.1 Llevar el recipiente sin abrir a un baño de agua de 30 °C - 35 °C, sacar y agitar vigorosamente cada 15 minutos. Después de dos horas sacar la lata y dejar enfriar a temperatura ambiente, abrir la lata e incorporar el producto adherido a la tapa y mezclar con una espátula o con una cucharilla. Si la grasa se separa la muestra no está convenientemente preparada.

6.5.2 Pesar 40 g de la muestra preparada, transferir a un matraz aforado de 200 ml y llevar a volumen con agua destilada y homogeneizar.

6.6 Mantequilla

Ablandar la muestra completa en el recipiente o envase original, colocándolo en un baño de agua a una temperatura menor de 39 °C, evitar el sobrecalentamiento que ocasiona separación visible de la cuajada, agitar vigorosamente con una espátula para incorporar la grasa separada, continuar agitando hasta que la muestra tenga una consistencia cremosa.

6.7 Queso

6.7.1 Quesos duros o semiduros: Cortar la muestra en trozos y moler en un procesador de alimentos o rallar finamente y mezclar. Conservar en envases herméticos.

6.7.2 Quesos blandos: colocar de 300 a 600 g en un envase de licuadora de 1 litro previamente enfriado a una temperatura < 15 °C y licuar por 2-5 minutos, hasta obtener una pasta homogénea. Conservar en envases herméticos.

6.8 Yogurt.

Mezclar la muestra con una espátula hasta homogeneidad.

6.9 Crema

Antes de tomar la porción de ensayo, homogeneizar la muestra por agitación utilizando un agitador manual hasta obtener una emulsión uniforme. Si la muestra es muy espesa calentar a 30-35 °C y mezclar. Si se observan separaciones de grasa calentar a 38 °C en un baño de maría y agitar vigorosamente. Evitar el sobrecalentamiento. Pesar la muestra inmediatamente. El material a ensayar consiste en una muestra de leche fluida, leche en polvo o leche condensada, tomadas según la Norma Venezolana COVENIN 938.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Determinación

7.1.1 Leches fluidas: Medir 10 ml de la muestra preparada según 5.2 y colocar en un tubo de extracción.

7.1.1.1 Leche en polvo: pesar 1 g de muestra, añadir 9 ml de agua destilada a 40 °C y colocar en un tubo de extracción.

7.1.1.2 Leche condensada o evaporada: Pesar 3 g. de muestra, agregar 6 ml de agua a 40 °C y colocar en un tubo de extracción.

7.1.1.3 Mantequilla: Pesar 0.5 g. de muestra agregar 8 ml. de agua a 60 °C y colocar en un tubo de extracción.

7.1.1.4 Crema y yogurt: Pesar 1 g. de muestra, agregar 8 ml. de agua a 60 °C y colocar en un tubo de extracción.

7.1.1.5 Queso: En un tubo de extracción, pesar 1 g de muestra, agregar un mililitro de amoníaco, mezclar hasta que la muestra este suave y neutralizar con ácido clorhídrico. Agregar 10 ml. de ácido clorhídrico al 32 %, colocar en un baño de agua hirviendo por 20 min. Continuar como lo indicado en el punto 7.3.

7.2 Añadir de 1 a 2 ml de hidróxido de amonio y agitar.

7.3 Añadir 10 ml de alcohol etílico, mezclar bien y agitar por 30 segundos.

7.4 Añadir 25 ml de éter etílico, tapan el tubo y agitar vigorosamente durante 20 segundos. Enfriar si es necesario y añadir tres gotas de solución de fenoltaleína o 2 gotas de solución de rojo congo.

7.5 Añadir 25 ml de éter de petróleo, tapan el frasco y agitar vigorosamente durante 1 minuto.

7.6 Según el material de extracción utilizado centrifugar a 600 r.p.m. durante 5 minutos o dejar reposar durante 30 minutos, hasta que se separen completamente las dos capas: una capa coloreada inferior y otra transparente superior que lleva disuelta la grasa.

7.7 Transferir la mayor cantidad posible de la capa de solventes (capa transparente) a una cápsula previamente tarada, teniendo cuidado de no arrastrar ninguna porción de la capa acuosa. A continuación enjuagar el tapón del aparato de extracción con un volumen de mezclas de partes iguales de los dos solventes (éter etílico y de petróleo), los cuales se incorporan al contenido de la cápsula.

7.8 Repetir la extracción otras dos veces, utilizando en la 2^{da} extracción 5 ml de alcohol etílico, 15 ml de éter etílico y 15 ml de éter de petróleo y en la 3^{era} extracción 15 ml de éter etílico y 15 ml de éter de petróleo, siguiendo el procedimiento descrito anteriormente, pero omitiendo el enjuague después de la última extracción.

7.9 Evaporar el contenido de la cápsula hasta completa sequedad, en corriente de aire o baño de María o placa calefactora y llevar a la estufa a $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante una hora.

7.10 Dejar enfriar la cápsula en el desecador y se pesa con aproximación de 0.1 mg. Repetir el proceso de secamiento por período de 30 a 60 minutos efectuando pesadas sucesivas hasta obtener peso constante. El residuo obtenido representa la cantidad de grasa presente en la muestra.

7.11 Deben hacerse pruebas en blanco para los reactivos, utilizando agua destilada en lugar de la muestra y siguiendo el mismo procedimiento, si la materia extraída excede de 0.0005 g deberán purificarse los reactivos o rechazarse.

7.12 Llevar a cabo 2 determinaciones simultáneas sobre la misma muestra.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1 El contenido de grasa se expresa en p/v o en p/p y se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\% \text{ Grasa} = \frac{(P_1 - P)}{V \text{ ó } m} \times 100$$

Donde:

P = Masa de la cápsula vacía, en gramos.

P₁ = Masa de la cápsula más el residuo graso, en gramos

m = Masa de la muestra, en gramos.

V = Volumen de la muestra, en mililitros.

8.2 Tomar como resultado la media aritmética de 2 determinaciones, siempre que la diferencia entre las mismas realizadas simultáneamente por el mismo analista, no sea mayor de 0.08 g/100 ml de muestra.

9 REPETIBILIDAD

La diferencia entre dos resultados de dos determinaciones efectuadas por el mismo analista en las mismas condiciones, no debe ser mayor de 0,1 %.

10 INFORME

El informe debe contener lo siguiente:

10.1 Fecha de realización del ensayo

10.2 Identificación completa de la muestra

10.3 Resultado del análisis realizado

10.4 Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada

10.5 Nombre del analista

10.6 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

ICAITI 34046 h 2 Leche y productos lácteos. Métodos de ensayo y análisis. Determinación de la materia grasa por el método de Roesse de Gottlieb (Instituto Centroamericano de Investigación y Tecnología Industrial) Centroamérica.

AOAC 1995 Official Methods of Analysis of The Association of Official Analytical Chemists XVI Ed. Vol. II. Cap. 33 pag 7. sección 33.2.25

AOAC 1980 Official Methods of Analysis of The Association of Official Analytical Chemists 13 th Edition Washington. D.C. Sec 16.059, pág. 245.

Catálogo Thomas Scientific Apparatus 1972 pág. 881.

Participaron en la elaboración de la primera revisión de esta norma: Antonio Romero, Carlos Bocaranda, Javier Ferradas, José Felix Chavez, José Luis Vidaurreta. Joaquín Méneses, Gladys Méndez, Lina Poleo. Malín Alcalá, Marisol Castillo, María Cristina de Martínez. Rosmarie de Bor.

Participaron en esta revisión: Cira García, Deynny Noguera, Gladys Méndez, Luis Blanco, María Cristina Polanco, Zenia Monsalve.

COVENIN
931:1997

CATEGORÍA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



I.C.S: 67.100.10

ISBN: 980-06-1915-1

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptor: Leche, productos lácteos, determinación de grasa, método de Roesse Gottlieb.