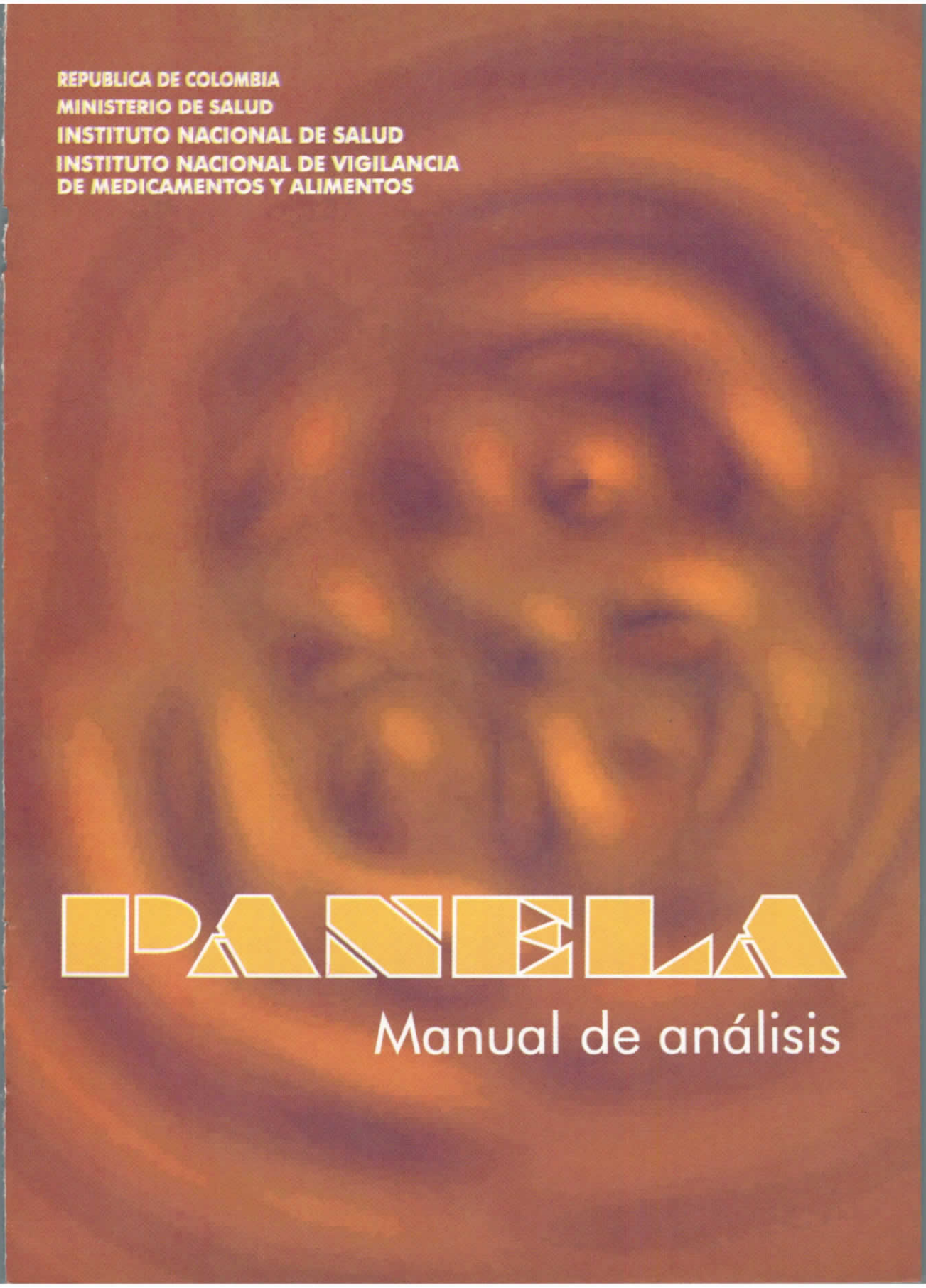
REPUBLICA DE COLOMBIA
MINISTERIO DE SALUD
INSTITUTO NACIONAL DE SALUD
INSTITUTO NACIONAL DE VIGILANCIA
DE MEDICAMENTOS Y ALIMENTOS



PANELA

Manual de análisis

República de Colombia
Ministerio de Salud
Instituto Nacional de Salud
Instituto Nacional de Vigilancia
de Medicamentos y Alimentos

Sección de Análisis
Grupo Fisicoquímico de Alimentos

Manual para el análisis de la panela

Ligia Niño de Polanía[1]
Dorys López Quintero[2]

Santafé de Bogotá, D.C., 1995

---

[1] Química farmacéutica, Jefe Grupo Análisis Fisicoquímico de Alimentos.

[2] Química farmacéutica, Grupo Análisis Fisicoquímico de Alimentos.

REPUBLICA DE COLOMBIA
MINISTERIO DE SALUD
INSTITUTO NACIONAL DE SALUD

Moisés Wasserman
DIRECTOR

Gladys Mora
SECRETARIA GENERAL

DIVISION DE BIBLIOTECA Y PUBLICACIONES

EDITOR JEFE
Carlos A. Hernández

SUPERVISION DE ARTE Y PRODUCCION
Francisco Rodríguez

DIAGRAMACION
Claudia Sossa

DIBUJO
Claudia Sossa

FOTOMECANICA
Blanca C. Pinto

CORRECCION DE PRUEBAS
Irma Mora
Julio Roa

IMPRESION
Ricardo Cubillos
Carlos Eduardo Fraile
José A. Pinto

ENCUADERNACION
Esperanza Alvarez
Ana Julia Fonseca
Edelmira Melo
Martha Muñoz

Prohibida toda reproducción parcial o total,
sin previa autorización escrita de la institución.

Primera edición, 1995
500 ejemplares

ISBN 958-13-0098-8

Contenido

Introducción 5

1. Principales aspectos de la resolución 2284 del 27 de junio de 1995 del Ministerio de Salud 7

2. Características organolépticas 8

3. Metodología empleada 9

- 3.1 Preparación de la muestra 9
- 3.2 Determinación de la humedad 9
- 3.3 Determinación de cenizas 10
- 3.4 Determinación de azúcares reductores - glucosa 11
- 3.5 Determinación del contenido de azúcares totales - sacarosa 13
- 3.6 Determinación de nitrógeno total 15
- 3.7 Identificación de blanqueadores derivados del azufre tales como hiposulfito de sodio e hidrosulfito de sodio 17
- 3.8 Dióxido de azufre total 17
- 3.9 Método cuantitativo mediante la modificación de Shipton del método de referencia de Monier-Williams 20
- 3.10 Presencia de colorantes artificiales 21
- 3.11 Determinación de materiales extraños 22

Cuadro 1. Requisitos fisicoquímicos. Resolución 2284 del Ministerio de Salud 23

Cuadro 2. Requisitos de la clasificación de la panela. 24

Bibliografía 25

Introducción

La panela es un alimento básico en la dieta alimentaria del pueblo colombiano, principalmente usado como energético en los adultos, en la alimentación de madres lactantes y uno de los componentes importantes de la alimentación infantil.

El presente manual pretende convertirse en una herramienta de control de calidad de la panela.

Las técnicas analíticas usadas en el desarrollo de este manual corresponden a métodos estandarizados en el laboratorio de análisis fisicoquímico de alimentos y utilizados para determinar la calidad de la panela, en cuanto se refiere a las valoraciones de humedad, cenizas, proteínas, azúcares reductores, no reductores y otros; el análisis de aditivos como colorantes y blanqueadores nos indica las adulteraciones a que ha sido sometido el producto.

Con los resultados anteriores se pueden determinar los criterios de calidad establecidos en la resolución 2284 del Ministerio de Salud.

1. Principales aspectos de la resolución 2284 del 27 de junio de 1995 del Ministerio de Salud, por la cual se dictan medidas de carácter sanitario sobre la producción, elaboración y comercialización de la panela.

Artículo primero. Definiciones

Para los efectos de la presente resolución adóptanse las siguientes definiciones.

Panela: producto obtenido de la extracción y evaporación de los jugos de la caña de azúcar, elaborado en los establecimientos denominados trapiches paneleros.

Textura: característica de la panela debido a la relación de azúcares reductores y sacarosa, la cual determina su consistencia o dureza.

Materias extrañas: los restos de vegetales, arena, tierra, insectos u otro tipo de impurezas sedimentables o no, en la panela.

Panela adulterada: aquélla a la cual se le han adicionado productos o sustancias no permitidas o se le han sustituido parte de sus elementos constitutivos naturales.

Panela alterada: aquélla que ha sufrido cambios en su color, textura y apariencia debido a ataques de insectos, roedores, ablandamientos o fermentaciones, generalmente ocasionados por deficiencias en la fabricación o en el almacenamiento.

Panela cuadrada y rectangular: aquélla que tiene forma geométrica de un paralelepípedo.

Panela desportillada o partida: aquélla panela que por golpes o manipuleo inadecuado ha sufrido roturas, quedando fragmentos o trozos de una panela.

Panela en polvo o granulada: aquélla que por el proceso de deshidratación y/o molienda se obtiene en forma de polvo o granulada.

Panela redonda: aquélla cuya forma se puede comparar con una semiesfera irregular, bien sea achatada o aplanada.

Panela en otras formas: aquélla que por el proceso de elaboración se obtiene en diferentes formas.

Trapiche panelero: establecimiento donde se extrae y evapora el jugo de la caña de azúcar y se elabora la panela.

Número de defectos: cantidad de unidades de materia extraña del tipo de restos de vegetales, insectos, huevos de insectos y larvas.

Procesador de panela: quien sin ser cultivador de caña la adquiere, le extrae el jugo, lo evapora y elabora panela o miel sin exceder su capacidad de molienda de 10 toneladas por hora.

Nota: se toman los aspectos más importantes de la resolución 2284 que interesan a este trabajo.

Envase: embalaje destinado a contener y proteger los productos individuales hasta su consumo final.

Embalaje: objeto destinado a contener temporalmente un producto o conjunto de productos durante su manipulación, su transporte, su almacenamiento o su presentación a la venta, a fin de protegerlos, identificarlos y facilitar dichas operaciones.

Sólidos sedimentables: cantidad de materia extraña, arena, tierra y otras que se determinan por sedimentación.

Artículo segundo. De la clasificación de la panela

Para efectos de la presente resolución, la panela se clasifica en dos categorías:

A. Extra

B. Corriente

Artículo cuarto. De las condiciones generales de la panela

Además de los requisitos de calidad exigidos (en el artículo anterior), la panela debe cumplir con las siguientes condiciones generales:

a. La panela debe presentar coloración en los diferentes tonos de amarillo, pardo o pardo oscuro.

b. En la elaboración de la panela no se permite el uso de hidrosulfito de sodio, hiposulfito de sodio u otras sustancias químicas con propiedades blanqueadoras.

c. En la elaboración de la panela no se permite el uso de ningún tipo de colorantes, ni de sustancias tóxicas.

d. En la elaboración de la panela no se permite el uso de azúcar.

e. En la elaboración de la panela no se permite el uso de mieles procedentes de sitios diferentes a trapiches paneleros.

f. La panela debe estar libre de materias, olores, sabores extraños, verdeamientos y no puede estar fermentada ni presentar ataques de hongos ni de insectos.

g. La panela debe elaborarse en condiciones higiénicas (1).

2. Características organolépticas

Aspecto: sólido, debe ser de consistencia densa, sin presentar burbujas en la masa ni hundimiento en sus caras; de superficies lisas, sin rugosidades, ni protuberancias y libre de materias extrañas. No debe presentar ataques de hongos ni de insectos.

Color: amarillo, pardo o pardo oscuro. De color uniforme, sin manchas, verdeamiento, ni blanqueamientos.

Textura: características de la panela debido fundamentalmente a la relación de azúcares reductores y no reductores.

Sabor: dulce, no debe presentar sabor fermentado, ni sabores extraños (2).

3. Metodología empleada

3.1 Preparación de la muestra

♦ Material:

- Tres panelas
- Un cuchillo
- Frascos con tapa rosca

♦ Procedimiento:

Corte la panela para obtener aproximadamente cuatro porciones de igual tamaño, raspe las nuevas caras de las cuatro porciones hasta obtener unos 100 g.

Realice la misma operación con las otras dos unidades de panela. Mezcle completamente el material raspado y guárdelo en un frasco limpio, seco y con cierre hermético (3).

3.2 Determinación de humedad

Principio del método.

Pérdida de peso por desecación en estufa a 105 +- 2°C.

Método de la estufa de circulación.

♦ Material:

- Balanza analítica.
- Estufa de circulación forzada de 0 - 250°C.
- Cápsulas de porcelana, níquel o aluminio con tapa.
- Desecador con agente desecante.

♦ Procedimiento:

Pese entre 2 - 5 g de la muestra preparada, en cápsula previamente tarada, coloque en la estufa durante tres horas a 105 +- 2°C. Retire la cápsula de la estufa, cúbrala con una tapa, déjela enfriar en un desecador y pese. Vuelva a secar en la estufa durante una hora más, enfríe en desecador y pese. Repita hasta peso constante.

♦ Cálculos:

$$\% \text{ humedad} = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

♦ Donde:

G_1 = peso cápsula más la muestra

G_2 = peso cápsula más la muestra seca

G = peso de la muestra (4)

Método de secado al vacío. (método alterno)

♦ Principio:

Pérdida de peso por desecación en estufa a 60°C - 70°C y una presión de 50 mm de Hg.

♦ Material:

- Balanza analítica
- Estufa de vacío
- Desecador con agente desecante
- Cápsula de porcelana, níquel o aluminio con tapa

♦ Procedimiento:

Pese entre 2 - 5 g de la muestra preparada en cápsula previamente tarada, coloque en la estufa durante dos horas a una temperatura entre 60°C - 70°C y una presión no mayor de 50 mm de Hg.

Retire la cápsula de la estufa, tape, enfríe en el desecador y pese.

Vuelva a secar durante una hora más, en condiciones similares; enfríe en el desecador y pese. Repita el proceso hasta obtener peso constante.

♦ Cálculos:

$$\% \text{ humedad} = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

♦ Donde:

G_1 = peso de la cápsula más la muestra

G_2 = peso de la cápsula más la muestra seca

G = peso de la muestra (5)

3.3 Determinación de cenizas

♦ Principio:

Destrucción de la materia orgánica en mufla a 550°C.

♦ Material:

- Balanza analítica
- Desecador con agente desecante
- Crisol de porcelana
- Mufla con control de temperatura
- Plancha de calentamiento

♦ Procedimiento:

Peso entre 1 - 2g de la muestra en crisol de porcelana perfectamente seco y tarado. Agregue una gota de aceite comestible y carbonice en la plancha de calentamiento, luego incinere entre 550°C - 570°C; esta temperatura aproximadamente se alcanza al aparecer en el interior de la mufla un color rojo oscuro.

Mantenga el crisol por dos horas, retírelo y colóquelo en un desecador para que se enfríe. Agregue unas gotas de agua hasta humedecer completamente. Incinere nuevamente durante una hora, enfríe y pese.

♦ Cálculos:

$$\% \text{ cenizas} = \frac{A - B}{P} \times 100$$

♦ Donde:

A = peso de la cápsula con ceniza

B = peso de la cápsula vacía

P = peso en gramos de la muestra (4)

3.4 Determinación de azúcares reductores - glucosa

Método LANE - EYNON.

♦ Material:

- Balanza analítica
- Buretas de 25 mL
- Crisoles Gooch
- Matraces aforados de 1.000 y 200 mL
- Estufa eléctrica o plancha de calentamiento
- Embudo Buchner
- Erlenmeyer con tubuladura lateral
- Pipetas aforadas de 5, 10, 25 y 50 mL
- Vasos de precipitado de 250 mL

♦ Reactivos:

Acetato neutro de plomo: prepare una solución saturada de acetato neutro de plomo, 1 g de la sal se disuelve en 1,6 mL de agua.

Solución de sulfato de cobre: disuelva 34,639 g de sulfato de cobre pentahidratado (5 H_2O) en agua, diluya a 500 mL y filtre guarde la solución en un frasco de color ámbar.

Solución de tartrato alcalino: disuelva en agua 173 g. de sal Rochela, tartrato de sodio y potasio tetrahidratado y 50 g de hidróxido de sodio; complete a 500 mL; deje en reposo durante dos días y filtre. Esta solución se deteriora con el tiempo.

Solución de Fehling: prepárela inmediatamente antes de su empleo, mezclando volúmenes iguales de las soluciones de sulfato de cobre y tartrato alcalino.

Azúcar invertido solución tipo: en un matraz aforado de un litro disuelva 9,5 g de sacarosa pura en 80 mL de agua, agregue 5 mL de ácido clorhídrico concentra - do (d:1,19).

Deje en reposo durante tres días, complete a volumen con agua a temperatura de 20°C.

Solución de azúcar invertido (2 mg/mL): mida con pipeta volumétrica 50 mL de la solución patrón de azúcar invertido, pase a un matraz aforado de 250 mL, neutralice a pH 7 con solución de hidróxido de sodio y complete a volumen con agua.

Azul de metileno, solución indicadora: disuelva 1 g de azul de metileno en agua y complete a 100 mL.

Valoración de la solución de Fehling: transfiera a un vaso de precipitado, 10 mL de la solución de Fehling.

Prepare una solución tipo de azúcar invertido de una concentración tal que necesite más de 15 mL pero menos de 50 mL de la misma, para reducir todo el cobre de la solución de azúcar necesaria para efectuar la reducción completa de cobre, reservando de 0,5 a 1,0 mL de la solución. Caliente la solución y manténgala en ebullición moderada exactamente durante dos minutos, agregue dos gotas de la solución de azul de metileno y complete la titulación en un minuto más, de manera que el líquido hierva sin interrupción durante un tiempo total de tres minutos exactamente; multiplique el número de mililitros de solución de azúcar invertido por el número de miligramos de azúcar en un mL de la misma solución para obtener el factor. Este factor se compara con el factor indicado en las tablas, si hay diferencia haga la siguiente corrección:

$$\text{correcccción} = \frac{\text{factor encontrado}}{\text{factor tabulado}}$$

♦ Procedimiento:

Preparación de la muestra

En un matraz aforado de 200 mL coloque una cantidad de muestra que contenga, si es posible, alrededor de 2,5 g de azúcar (más o menos de 30 g de panela), diluya aproximadamente a 100 mL y para clarificar agregue solución saturada de acetato de plomo (de 1 a 3 mL); mezcle, ajuste el volumen a 200 mL y filtre desechando los primeros mililitros de filtrado.

Agregue oxalato de potasio o de sodio anhidro para precipitar el exceso de plomo empleado en la clarificación, mezcle y filtre.

Deseche los primeros mililitros del filtrado. Transfiera 50 mL del filtrado a un matraz aforado de 200 mL y complete a volumen; guarde el resto para la determinación de azúcares totales.

♦ Titulación tentativa:

Coloque 10 mL de la solución Fehling previamente preparada; agregue 50 mL de agua destilada y dos gotas de azul de metileno, caliente a ebullición. Después de 15 segundos de ebullición agregue rápidamente porciones de 5 mL de la solución de la muestra hasta completar 15 mL.

Luego continúe la titulación agregando porciones de un (1) mL hasta la titulación final. Repita la titulación anterior agregando casi toda la cantidad de solución de la muestra necesaria para reducir todo el cobre, reservando de 1,0 a 1,5 mL. Caliente a ebullición, añada dos gotas de azul de metileno y complete la titulación agregando la solución gota a gota. Efectúe la determinación por duplicado.

♦ Cálculos:

En las tablas se encuentra el factor tabulado correspondiente al número de mililitros empleados; calcule el tanto por ciento de azúcares reductores, expresados como azúcar invertido, de la siguiente manera:

$$\% \text{ azúcares reductores} = \frac{80 \times \text{factor tabulado} \times \text{corrección}}{G \times V}$$

♦ Donde:

G= peso de la muestra en gramos.

V= volumen de la solución de muestra empleada en la titulación en mililitros.

Corrección = factor encontrado anteriormente (6).

3.5 Determinación del contenido de azúcares totales-sacarosa

Para lograr la inversión de la sacarosa coloque en un vaso de precipitado de 200 mL, 5 mL del filtrado obtenido para la determinación de azúcares reductores, agregue 50 mL de agua destilada y 5 mL de ácido clorhídrico, homogenice perfectamente, caliente a ebullición por tres minutos, enfríe rápidamente y neutralice con solución de hidróxido de sodio, a pH 7 con el potenciómetro.

Pase cuidadosamente la solución con ayuda de una varilla a un matraz aforado de 200 mL, lave varias veces el vaso de precipitado, transfiera las aguas del lavado al matraz y lleve a volumen con agua destilada.

Azúcares reductores necesarios para la reducción completa de 10 mL de la solución de Fehling, según el método volumétrico de Lane Eynon.

Título	Azúcar invert.	1 g de sac. x100 mL azúcar invert.	5 g de sac. x100 mL azúcar invert.	10 g de sac. x100 mL azúcar invert.	25 g de sac. x100 mL azúcar invert.
15	50,5	49,9	47,6	46,1	43,4
16	50,6	50,0	47,6	46,1	43,4
17	50,7	50,1	47,6	46,1	43,4
18	50,8	50,1	47,6	46,1	43,3
19	50,8	50,2	47,6	46,1	43,3
20	50,9	50,2	47,6	46,1	43,2
21	51,0	50,2	47,6	46,1	43,2
22	51,0	50,3	47,6	46,1	43,1
23	51,1	50,3	47,6	46,1	43,0
24	51,2	50,3	47,6	46,1	42,9
25	51,2	50,4	47,6	46,0	42,8
26	51,3	50,4	47,6	46,0	42,8
27	51,4	50,4	47,6	46,0	42,7
28	51,4	50,5	47,7	46,0	42,7
29	51,5	50,5	47,7	46,0	42,6
30	51,5	50,5	47,7	46,0	42,5
31	51,6	50,6	47,7	45,9	42,5
32	51,6	50,6	47,7	45,9	42,4
33	51,7	50,6	47,7	45,9	42,3
34	51,7	50,6	47,7	45,8	42,2
35	51,8	50,7	47,7	45,8	42,2
36	51,8	50,7	47,7	45,8	42,1
37	51,9	50,7	47,7	45,7	42,0
38	51,9	50,7	47,7	45,7	42,0
39	52,0	50,8	47,7	45,7	41,9
40	52,0	50,8	47,7	45,6	41,8
41	52,1	50,8	47,7	45,6	41,8
42	52,1	50,8	47,7	45,6	41,7
43	52,2	50,8	47,7	45,5	41,6
44	52,2	50,9	47,7	45,5	41,5
45	52,3	50,9	47,7	45,4	41,4
46	52,3	50,9	47,7	45,4	41,4
47	52,4	50,9	47,7	45,3	41,3
48	52,4	50,9	47,7	45,3	41,2
49	52,5	51,0	47,7	45,2	41,1
50	52,5	51,0	47,7	45,2	41,0

Luego realice la determinación de los azúcares invertidos, como se describe para azúcares reductores.

♦ Cálculos:

Azúcares totales después de la inversión.

En las tablas se encuentra el factor tabulado correspondiente al número de mililitros empleados en la titulación, el tanto por ciento de azúcar total se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Azúcar total después de la inversión} = \frac{800 \times \text{factor tabulado} \times \text{corr.}}{G \times V}$$

♦ Donde:

G = peso muestra original en gramos

V = volumen de la solución de muestra empleada en la titulación en mL

Corrección = factor encontrado anteriormente

Sacarosa % = (% azúcares totales invertidos - % azúcares reductores) 0,95

Azúcares totales = azúcares reductores + sacarosa (7)

3.6 Determinación de nitrógeno total

Método Kjeldahl

♦ Principio:

Destrucción de la materia orgánica con ácido sulfúrico, destilación del amoníaco liberado al alcalinizar con hidróxido de sodio, recibiéndolo sobre una solución valorada de ácido sulfúrico y titulando por retroceso con solución valorada de hidróxido de sodio.

♦ Material:

- Balanza analítica
- Batería de digestión - destilación de Kjeldahl
- Matraces Kjeldahl de 500 mL
- Probetas de 100 mL
- Erlenmeyer de 500 mL
- Pipetas aforadas de 10 mL, 25 mL y 50 mL
- Bureta de 25 mL
- Papel de filtro cualitativo

♦ Reactivos:

Acido sulfúrico concentrado (95 - 98%), libre de nitrógeno

Mezcla catalizadora: 10 g de sulfato de potasio, 0,3 g de sulfato de cobre

Solución de hidróxido de sodio al 50%

Indicador de tashiro

Una mezcla de 0,2 g de rojo de metilo y 0,1 g de azul de metileno en 100 mL de alcohol etílico del 95%

Solución valorada de hidróxido de sodio 0,1 N

Solución valorada de ácido sulfúrico 0,1 N

♦ Procedimiento:

Pese 5 g de la muestra preparada, en un papel de filtro libre de nitrógeno; pásela a un matraz de Kjeldahl. Adicione 10 g de mezcla catalizadora y 25 mL de ácido sulfúrico RA; coloque en el digestor en posición inclinada y caliente lenta y cuidadosamente para reducir al mínimo la formación de espuma; aumente el calentamiento, ebulla hasta que el líquido se vuelva transparente y de color azul verdoso.

Enfríe y agregue cuidadosamente 50 mL de agua destilada y gránulos de zinc para evitar que salpique sobre las paredes.

Con cuidado y lentamente adicione solución de hidróxido de sodio al 50% hasta alcalinizar el contenido del balón. Conecte el balón de Kjeldahl al equipo de destilación e inicie la operación.

El extremo terminal del refrigerante debe hallarse sumergido en un Erlenmeyer que contiene 25 mL de ácido sulfúrico 0,1 N y unas gotas del indicador.

Caliente hasta destilar todo el amoníaco, es preciso recoger mínimo 150 mL. Terminada la operación baje el Erlenmeyer colector hasta que el extremo quede por encima del líquido; lave el extremo del refrigerante con agua destilada.

Titule el destilado con solución de hidróxido de sodio 0,1 N hasta neutralización.

Elabore un blanco con los diversos reactivos utilizados en la determinación, usando como muestra 1 g de azúcar puro. Corrija los resultados de acuerdo a la lectura del blanco.

♦ Cálculos:

$$\% \text{ nitrógeno} = \frac{A \times (V^2 - V^1) \times 100}{P}$$

♦ Donde:

A = 0,0014 (1 mL de ácido sulfúrico 0,1 N valora 0,0014 g de N)

V_1 = mL de ácido sulfúrico 0,1 N colocados en el Erlenmeyer

V_2 = mL de hidróxido de sodio 0,1 N gastados en la titulación

P = peso de la muestra

Para la determinación del contenido de proteínas multiplique el nitrógeno total por el factor empírico 6,25 (8).

% proteína= % nitrógeno x 6,25

3.7 Identificación de blanqueadores derivados del azufre tales como hiposulfito de sodio e hidrosulfito de sodio

Método cualitativo

♦ Material:

- Erlenmeyer de 125 mL
- Papel de filtro
- Pipetas graduadas de 5 o 10 mL

♦ Reactivos:

Zinc en granallas

Acido clorhídrico RA

Solución de acetato de plomo: disuelva 5 g de acetato de plomo en 20 mL de agua destilada.

Preparación del papel filtro impregnado con acetato de plomo

Cortar el papel filtro en tiras, humedecerlas con la solución de acetato de plomo. Colocar luego en estufa de secado a baja temperatura hasta que el papel esté completamente seco. Guardar las tiras en frasco limpio y seco.

♦ Procedimiento:

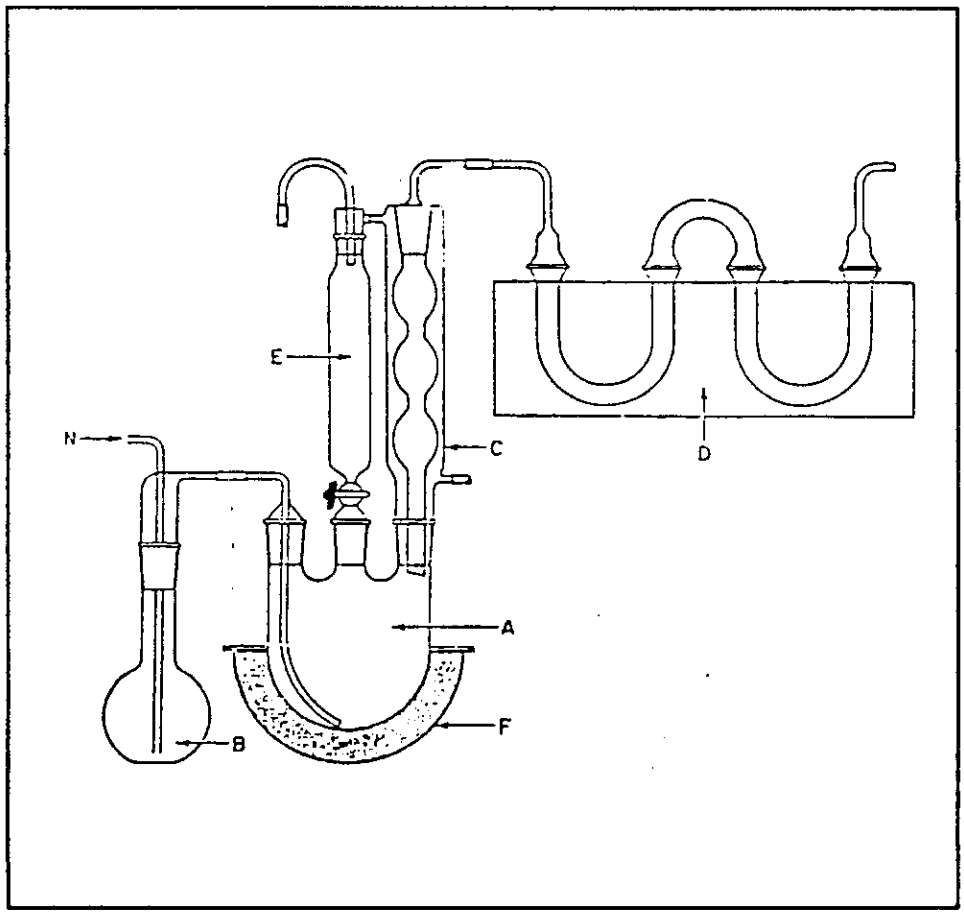
Coloque en el Erlenmeyer de 125 mL, 10 g de la muestra preparada, agregue 5 mL de agua destilada y agite. Añada 1 g de zinc y 5 mL de ácido clorhídrico. Tape la boca del Erlenmeyer con papel de filtro humedecido con la solución de acetato de plomo. Deje en reposo por 15 minutos y observe el papel de filtro, si aparece una mancha negra con brillo metálico o pardo oscuro con el mismo brillo, indica la presencia de blanqueadores derivados del azufre en la muestra analizada (9).

3.8 Dióxido de azufre total

Método cuantitativo de Monier-Williams

♦ Principio:

Se basa en la destilación del dióxido de azufre liberado en medio ácido, en atmósfera inerte y en su posterior oxidación, determinado en el producto resultante por titulación con solución valorada de hidróxido de sodio 0,01 N.



Aparato para la determinación del dióxido de azufre por el método Monier-Williams modificado. A) Matraz de destilación, B) frasco lavador de gases, C) Refrigerante de Allihn, D) Tubos en U con juntas de bola, E) Embudo de decantación cilíndrico, F) Manta calefactora.

♦ Material:

- Balanza analítica
- Aparato para determinación del dióxido de azufre, según método Monier-Williams
- Bala de nitrógeno con regulador
- Bureta de 25 mL
- Pipeta volumétrica de 10 mL
- Probeta graduada de 100 - 500 mL
- Manta de calentamiento o plancha eléctrica
- Erlenmeyer de 250 mL

♦ Reactivos:

Peróxido de hidrógeno al 3%: determine el contenido de agua oxigenada por titulación con solución 0,1 N de permanganato de potasio. Diluya hasta que su contenido en agua oxigenada sea del orden del 6%, neutralice utilizando rojo de metilo como indicador, diluya hasta obtener la solución al 3% de agua oxigenada.

Indicador: azul de bromofenol 0,4 g en 6 mL de hidróxido de sodio 0,1 N y complete 100 mL con agua.

Acido clorhídrico (1:2).

Solución valorada de hidróxido de sodio 0,1 N y 0,01 N.

♦ Procedimiento:

Pese 50 g de la muestra preparada y transfiérala al matraz de destilación (A) con ayuda de pequeñas cantidades de agua, diluya a 400 mL añada 90 mL de ácido clorhídrico (1:2) al embudo de decantación (E), abra la llave y deje pasar la solución ácida. Coloque 20 mL de H_2O_2 al 3% con unas gotas de solución indicadora de azul de bromofenol en cada uno de los tubos en U (D). Pase una corriente de nitrógeno de manera que produzca un burbujeo constante. Caliente el matraz (A) y controle la temperatura de manera que empiece a reflujar a los 20 o 25 minutos. Cuando el reflujo sea estable, mantenga el calentamiento durante una hora.

Suspenda el paso del agua al condensador y continúe calentando hasta que en la unión de entrada del primer tubo en U (D) muestre signos de condensación y se caliente un poco. Retire el embudo de decantación (E) y detenga el calentamiento. Cuando se enfríe la boca del refrigerante retire los dispositivos de conexión y pase la solución de los tubos (D) a un Erlenmeyer.

Titule con hidróxido de sodio 0,01 N hasta viraje amarillo claro; haga un blanco de reactivos.

Cálculos:

$$\text{ppm } SO_2 = \frac{32{,}03\ (V_1 - V_2)\ N \times 1.000}{m}$$

♦ Donde:

V_1 = mL de hidróxido de sodio gastados en la titulación de la muestra.

V_2 = mL de hidróxido de sodio gastados en el blanco.

N = normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

m = peso en gramos de la muestra.

32,03 = valor correspondiente al peso de SO_2 en relación al título de la solución de hidróxido de sodio empleado (10).

3.9 Método cuantitativo mediante la modificación de Shipton del método de referencia de Monier- Williams

♦ Material:

- Aparato para la determinación del dióxido de azufre, según Shipton
- Balanza analítica
- Bala de nitrógeno con regulador
- Bureta de 25 mL
- Erlenmenyer de 125 y 250 mL
- Manta de calentamiento o plancha eléctrica
- Pipetas volumétricas de 10 y 20 mL
- Probetas graduadas de 100 y 500 mL

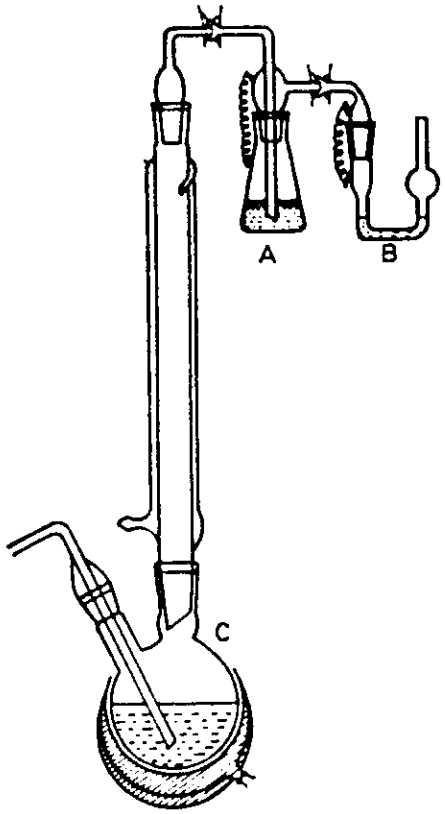


Figura 3.1. Aparato de Shipton para la determinación de dióxido de azufre: la muestra se hierve con ácido en el matraz C y el dióxido de azufre producido se absorbe en peróxido de hidrógeno contenido en el matraz A y en el tubo de seguridad B.

♦ Reactivos:

Azul de bromofenol: se disuelven 0,4 g en 6 mL de hidróxido de sodio 0,1 N y se completa a 100 mL con agua.

Solución valorada de hidróxido de sodio al 0,05 N.

♦ Procedimiento:

Pese 50 g de la muestra de panela y transfiérala al matraz de destilación (c) con ayuda de pequeñas cantidades de agua aproximadamente 400 mL; adicione 20 mL de ácido clorhídrico concentrado. Conecte inmediatamente la toma del gas inerte y se ajusta al flujo a una velocidad de 6 - 12 burbujas por minuto en el tubo B. Se enciende la estufa y cuando el líquido hierve se disminuye el calentamiento de forma que la ebullición sea lenta y constante. Mantener el calentamiento por 45 minutos, asegurándose que el flujo de gas sea constante.

Transcurrido este tiempo desconectar el Erlenmeyer A y el tubo B y se unen las soluciones de este último al primero, lavando con un poco de agua. Se adicionan 3 gotas de azul de bromofenol y se valora con hidróxido de sodio 0,05 N hasta cambio de color.

♦ Cálculos:

$$\text{ppm } SO_2 = \frac{1.600\ (V_1 - V_2)}{m}$$

♦ Donde:

V_1 = mL de hidróxido de sodio 0,05 N gastados en la titulación de la muestra.

V_2 = mL de hidróxido de sodio gastados en el blanco.

1.600 = factor correspondiente al peso del SO_2 por la normalidad por 1.000 gramos.

m = Peso de la muestra (7).

3.10 Presencia de colorantes artificiales

♦ Material:

- Estufa eléctrica o manta de calentamiento
- Vasos de precipitados de 250 mL
- Lana virgen de oveja desengrasada
- Pipetas graduadas de 5 - 10 mL

♦ Reactivos:

Acido clorhídrico al 10%

Amoníaco RA

Eter

♦ Preparación de la lana:

Desengrase bien la lana con éter y séquela al aire; trátela luego con amoníaco al 5% durante 1 hora a 80°C. Lávela con agua destilada y séquela sobre varilla de vidrio.

♦ Procedimiento:

En un vaso de precipitado disuelva 10 g de panela en 100 mL de agua; agregue 2 mL de ácido clorhídrico al 10%, y la hebra de lana; deje hervir durante 5 minutos, retire el vaso del calor, descarte el líquido sin dejar caer la lana. Lave la lana repetidamente con agua destilada fría, deseche los lavados.

Adicione al vaso que contiene la lana, 50 mL de agua destilada y 10 gotas de amoníaco, hierva por 10 minutos, a fin de disolver el color artificial fijado por la lana; decante el líquido alcalino a otro vaso, diluya con un volumen igual de agua destilada y hierva hasta que los vapores que se desprendan ya no huelan a amoníaco.

Deje enfriar y agregue ácido clorhídrico gota a gota para acidular ligeramente.

Introduzca otra hebra de lana de 10 - 15 cm de longitud, hierva por 5 minutos y lave cuidadosamente la lana con 50 mL de agua destilada fría.

Si la lana así obtenida está teñida de color perceptible, indica la presencia de colorantes artificiales en la muestra de panela. Si la coloración es débil o es incierta, trate la hebra de lana con 50 mL de agua destilada y 10 gotas de amoníaco. Repita el procedimiento. Fije el color sobre una nueva hebra de lana 6 - 8 cm de longitud.

Si también en esta fijación se obtiene coloración, por débil que sea, será indicio seguro de la presencia de colorantes artificiales en la muestra de panela analizada (11).

3.11 Determinación de materiales extraños (restos de vegetales, insectos, pelos de roedores, arena y tierra)

♦ Material:

- Erlenmeyer de 2 litros
- Vasos de precipitado de 250, mL y 1.000 mL
- Agitadores de caucho con varilla metálica
- Erlenmeyer con tubuladura (para vacío)
- Buchner (de porcelana) con diámetro de 110 mm aproximadamente
- Papel de filtro Whatman # 42 (o banda negra de 11,0 cm)
- Varilla de vidrio
- Probetas de 250 mL

♦ Reactivos:

Eter de petróleo

Hexano o gasolina (filtrados a través del papel de filtro Whatman # 42)

♦ Procedimiento:

Pese una panela en un vaso de precipitado de 1 litro, agregue agua destilada hasta cubrirla, caliente a ebullición hasta completa disolución, enfríe a temperatura ambiente y pase la solución a un Erlenmeyer de 2 litros, al que previamente se le ha incorporado el agitador de caucho.

Lave el vaso de precipitado con varias porciones de agua destilada, agregue estos lavados al Erlenmeyer con agua destilada hasta el cuello; incorpore 20 mL del solvente, en este caso, éter de petróleo, hexano o gasolina (filtrada).

Agite por espacio de 20 minutos a intervalos de 3 a 5 minutos; deje en reposo durante 10 minutos. A continuación levante el agitador lavando con agua la varilla que sujeta el caucho, hasta su límite dentro del recipiente; vierta el solvente en el Buchner que contiene el papel de filtro y filtre al vacío. Observe al estereoscopio el papel de filtro una vez seco y realice el conteo. El proceso de adición del solvente, agitación, reposo y filtrado, debe realizarse dos veces consecutivas.

Reporte en el resultado el número de pelos, larvas, huevos, fragmentos de insectos, restos vegetales por 100 g del producto.

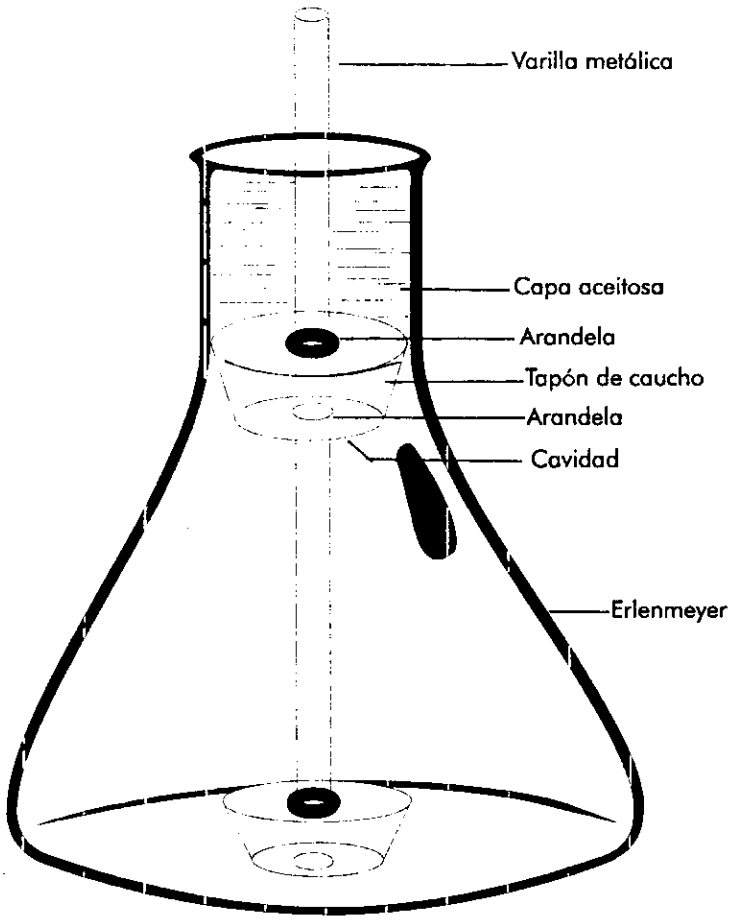
Deje decantar la parte acuosa, vierta y deseche 1 litro de la misma, filtre sobre el papel de filtro previamente tarado, colocado en el Buchner, seque y pese. Reporte los resultados por 100 g de producto (12).

Cuadro 1. Requisitos fisicoquímicos. Resolución 2284 del Ministerio de Salud.

Requisitos	Mínimo	Máximo
Azúcares reductores, expresados en glucosa en %	5,5	-
Azúcares no reductores, expresados en sacarosa en %	-	83
Proteínas, en % (Nx6,25)	0,2	-
Cenizas, en %	0,8	-
Humedad, en %	5	9
Color, en % T(550 mm)	30	85
Plomo expresado como Pb en mg/kg	-	0,2
Arsénico expresado como As en mg/kg	-	0,1
SO_2	Negativo	
Colorantes	Negativo	

Cuadro 2. Requisitos de la clasificación de la panela. Resolución 2284 del Ministerio de Salud.

Calidad	Materias extrañas			
	Solidos sedimentables en gr/100 g Máximo	De 0 mm 1 mm	De 1,1 mm 3 mm	De 3,1 mm 5 mm
Extra	0,1	2	1	0
Corriente	1,0	6	-3	3



Aparato de Wildman

Bibliografía

1. Resolución número 2284 del 27 de junio de 1995 del Ministerio de Salud, por la cual se dictan medidas de carácter sanitario sobre la producción, elaboración y comercialización de la panela.
2. Norma colombiana No. 1311 - Productos agrícolas panela C15,93/77 pps. 2 y 5.
3. Método puesto en práctica por el laboratorio de Análisis de Alimentos del Instituto Nacional de Salud.
4. Lees R. Manual de análisis de alimentos, Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1969; 124.
5. Hart FL, Fischer HJ. Análisis moderno de alimentos, Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1971; 2.
6. Norma colombiana No. 440 Productos alimenticios, método de ensayo c 10-14/66.
7. Pearson D. Técnicas de laboratorio para el análisis de alimentos. Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1976; 77.
8. American association of cereal chemists. Método 4611. 1969; 1,1,3 y 4.
9. Normas analíticas . Instituto Adolfo Lutz, Sao Paulo, Brasil, 1980; I:13.
10. Official association of analytical chemists. Fifteenth Edition. Editorial Association of official analytical chemists, Washington 28018, 1990; 1157.
11. Villavechia V. Tratado de química analítica aplicada. Editorial Gustavo Gili. Ed. España 1944; II:245.
12. American association of cereal chemists. Método modificado por el Instituto de Investigaciones Tecnológicas y el laboratorio de Análisis de Alimentos del Instituto Nacional de Salud, 1969.

INSTITUTO NACIONAL DE SALUD
DIVISION DE BIBLIOTECA Y PUBLICACIONES