

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ACIDEZ EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	12/10/2022
		PÁGINA	1 de 5

1. OBJETIVO

Documentar los lineamientos para determinar cuantitativamente la acidez en leches y derivados lácteos, bajo la metodología AOAC 947.05.

2. ALCANCE

Este procedimiento es desarrollado por el Laboratorio Físicoquímico de Alimentos del Laboratorio Departamental de Salud Pública de Santander y es aplicable a la matriz de leches y derivados lácteos (Leche líquida, Leche en polvo, Yogurt, Leche saborizada, Crema de leche).

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad del profesional del Laboratorio Físicoquímico de Alimentos aplicar lo anterior con calidad y oportunidad, así como garantizar los resultados que se generen del mismo.

4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

Leche: Es el producto de la secreción mamaria normal de animales bovinos, bufalinos y caprinos lecheros sanos, obtenida mediante uno o más ordeños completos, sin ningún tipo de adición, destinada al consumo en forma de leche líquida o a elaboración posterior.

Leche en polvo: Es el producto que se obtiene por la eliminación del agua de constitución de la leche higienizada.

Yogurt: producto obtenido a partir de la leche higienizada, coagulada por la acción de *lactobacillus bulgáricus* y *streptococcus termóphilus*, los cuales deben ser abundantes y viables en el producto final.

Leche saborizada: Es el producto higienizado, obtenido por reposo o centrifugación de la leche, adicionado o no de cultivos lácticos específicos.

Crema de leche: Es el producto higienizado, obtenido por reposo o centrifugación de la leche, adicionado o no de cultivos lácticos específicos.

Leche higienizada: Es el producto obtenido al someter la leche cruda o la leche termizada a un proceso de pasteurización, ultra-alta-temperatura UAT (UHT), ultrapasteurización, esterilización para reducir la cantidad de microorganismos, u otros tratamientos que garanticen productos inocuos microbiológicamente.

Acidez: Es una medida del periodo de producción de ácido láctico bajo la influencia microbiana.

5. CONDICIONES GENERALES

Antes de comenzar a trabajar con las muestras, asegúrese de la limpieza de su lugar de trabajo y de que lo mencionado en materiales, insumos y reactivos esté disponible.

Revisar el Manual del Sistema de Seguridad y Salud en el Trabajo y las hojas (fichas) de Seguridad correspondientes a los reactivos utilizados.

Utilizar los elementos de protección personal (EPP) adecuados para la realización de la marcha analítica, (bata de laboratorio, zapatos antideslizantes, gafas protectoras y guantes de nitrilo) y registrar en el formato de verificación de uso de elementos de protección: MI-GS-RG-378

El rango de temperatura de operación es de 20 °C– 25°C y humedad relativa máxima de 30 y 70%. Las condiciones ambientales del área donde se realiza la técnica son

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ACIDEZ EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	12/10/2022
		PÁGINA	2 de 5

vigiladas a través del termo higrómetro y son registradas en el formato de condiciones ambientales Formato MI-GS-RG-37.

Si se va a trabajar con ácidos concentrados se debe realizar en la cabina extractora de gases y utilizar mascarilla de gases

Disposición de residuos:

Los residuos de las muestras, patrones titulados y soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado rotulado de acuerdo a lo establecido en el laboratorio y diligenciar el formato de entrega de residuos químicos para disposición final: MI-GS-RG-375 y manipularse correctamente según lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

Seguir las recomendaciones generales para la adecuada disposición de residuos peligrosos y manejo de sustancias químicas, tener conocimiento del grado de peligrosidad de las sustancias químicas comprometidas en el procedimiento y ubicación de las fichas de seguridad de los reactivos y/o sustancias

6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO

De todos los análisis que se efectúan en la leche, uno de importancia particular es la acidez, la cual tiene el objetivo de determinar la frescura y el estado de conservación; la leche fresca de una vaca saludable tiene valores de acidez típicos de 0.10 a 0.26%, expresada como ácido láctico. La presencia de fosfatos, citratos y caseína contribuyen a la acidez natural de la leche. En la generalidad de los casos, la alteración de la leche a través del tiempo es detectada por la acidificación. Esto obedece a la formación de ácido láctico a expensas de la lactosa, lo cual da lugar a las condiciones favorables para el crecimiento bacteriano.

Se entiende por acidez en la leche natural, certificada, higienizada, pasteurizada, esterilizada y uperizada, al contenido aparente de ácido, expresado en gramos de ácido láctico por 100 ml de leche (porcentaje %), grados SOXHLET-HENKEL (S-H) y en Grados Dornic.

La acidez total de una leche se determina por volumetría o titulación. Lo que se pretende es la saturación de las funciones ácidas de la leche mediante un producto alcalino que, en presencia de un reactivo indicador (solución alcohólica al 2 % de fenolftaleína) descubre mediante un cambio de color, la neutralización del ácido de la leche por el álcali al final de la reacción.

La solución alcalina más empleada en la valoración de la acidez de la leche es el hidróxido sódico (NaOH) 0,111 N (N/9).

Para determinar este parámetro el Laboratorio de Salud Pública de Santander se basa en el procedimiento de la 17^{va} edición de la AOAC; la cual practica una titulación con hidróxido de sodio, adición de fenolftaleína a la muestra y su determinación varía de acuerdo al tipo de producto tratado. El método se basa en la neutralización de la acidez de la leche mediante la adición de una base en presencia de un indicador cromático, cuyo cambio de color evidencia el punto final de la reacción.

7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS

No aplica en este procedimiento.

8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA

Ver los siguientes documentos publicados en la intranet de la Gobernación de Santander.

- Manual de recepción y manejo de muestras (MI-GSM-MA-11)
- Manual de toma y recepción de muestras de alimentos y bebidas alcohólicas laboratorio de salud pública de Santander (MI-GSM-MA-08)

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ACIDEZ EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	12/10/2022
		PÁGINA	3 de 5

9. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

La muestra debe ser almacenada y conservada en las condiciones que el fabricante recomiende en el empaque del alimento. La muestra debe conservarse en su empaque original y debe embalarse en un empaque secundario que proteja la muestra de deterioro y de rupturas o daño de la muestra.

10. RECURSOS

10.1. Materiales

- Bureta de 25 ml.
- Soporte para bureta.
- Crisoles.
- Espátula.
- Erlenmeyer de 125 ml o 250 ml.
- Probeta de 50 ml y 100 ml.
- Vaso de precipitado de 20 y 250 ml.
- Pipetas aforadas de 10 ml.

10.2. Equipos

Comprobar que los equipos se encuentran en óptimas condiciones, antes de su uso, realizar las verificaciones como indica el instructivo de manejo de cada equipo. Diligenciar los formatos de uso del equipo

- Purificador de agua destilada tipo I
- Balanza analítica.
- Licuadora.
- Plancha de calentamiento.

11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1N
- Solución de fenolftaleína 1%
- Solución de ftalato de potasio ($C_8H_5KO_4$)

12. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

12.1. Valoración del hidróxido de sodio

12.2. Acondicionar la muestra

La muestra debe ser tomada y tratada de acuerdo a la matriz, especificada en la tabla N. 1

Tabla N. 1. Especificaciones para el tratamiento y preparación de las muestras, según tipo de matriz

Matriz	Tratamiento
Leche líquida	- Tomar 20 ml de muestra, 40 ml de agua destilada tipo I y depositar en un erlenmeyer.
Leche en polvo	- Reconstituir con agua según las indicaciones del empaque. - En caso de no presentarlas, pesar 25 g de muestra y diluir en 200 ml de agua destilada recientemente hervida (la dilución se prepara en una licuadora). - Tomar 20 ml de muestra y depositar en un erlenmeyer.
Yogurt	- Tomar 20 g de muestra y depositar en un erlenmeyer. - Diluir la muestra en 50 ml de agua destilada con el fin de observar mejor el cambio de color.
Leche saborizada	- Tomar 20 g de muestra y depositar en un erlenmeyer. - Diluir la muestra en 50 ml de agua destilada con el fin de observar mejor el cambio de color.
Crema de leche	- Tomar 20 g de muestra y depositar en un erlenmeyer.

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ACIDEZ EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	12/10/2022
		PÁGINA	4 de 5

	- Diluir la muestra en 50 ml de agua destilada con el fin de mejorar la solubilidad.
--	--

12.3. Análisis de la muestra

- Agregar 2 ml de fenolftaleína a la muestra (preparada anteriormente) y agitar suavemente.
- Depositar el hidróxido de sodio 0,1 N en la bureta para hacer la titulación de la muestra.
- Titular rápidamente con agitación continua. La valoración concluye cuando aparece una coloración rosa débil, que debe persistir al menos durante unos segundos.
- Registrar en el formato de trabajo el valor de los mililitros gastados en la valoración

13. CONTROL DE CALIDAD ANÁLITICO

- Ejecute la rutina de verificación del equipo siguiendo el instructivo de manejo y verificación de la balanza, cada vez que vaya a realizar uso de esta.
- Valoración del reactivo con Ftalato de potasio cada vez que se prepare el reactivo o cada 3 meses si su gasto no es continuo.
- Realice duplicado con el fin de evaluar la repetibilidad del método. La diferencia porcentual relativa (%RPD) entre los duplicados no debe ser mayor al 5%. Si la variación excede al límite, debe repetirse el análisis.
- Utilice siempre material limpio, siguiendo el ítem lavado de material en el Instructivo de limpieza y desinfección del laboratorio MI-GS-RG-526
- Diligenciar el formato de captura de datos del método registrando todas las casillas que se indiquen.
- Se debe participar en Programa Interlaboratorio del instituto Nacional de Medicamentos y Alimentos (INVIMA)
- En caso de que los criterios mencionados no cumplan (la diferencia porcentual relativa, verificación del equipo), se debe parar el análisis y seguir el procedimiento de trabajo no conforme.

14. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Los resultados se expresaron en ácido láctico % de muestra (p/v). 1 ml de NaOH 0,1 N = 0,0090 g de ácido láctico
 Para calcular el % de acidez m/m se debe aplicar la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Acidez (m/m)} = \frac{0,09 * (V_{\text{vol.gastado en titulación}}) * (N_{\text{Normalidad 0,1}}) * (F_{\text{Factor valoración}})}{m_{\text{masa de dilución de la muestra}}} \times 100$$

Para calcular el % de acidez m/v se debe aplicar la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Acidez (m/v)} = \frac{0,09 * (V_{\text{vol.gastado en titulación}}) * (N_{\text{Normalidad 0,1}}) * (F_{\text{Factor valoración}})}{V_{\text{vol.de la muestra}}} \times 100$$

15. EMISIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS

Los resultados serán enviados por correo electrónico al técnico remitente de la muestra y a coordinación de Salud ambiental, con los requisitos mínimos requeridos por la ISO17025

16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

Los resultados serán enviados junto a las demás pruebas realizadas de una misma muestra.

17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ACIDEZ EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS Laboratorio Departamental de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-57
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	12/10/2022
		PÁGINA	5 de 5

AOAC INTERNATIONAL. OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS. AOAC Official Method 947.05. 18st Ed., Rockville, MD, USA, AOAC INTERNATIONAL, 2000.

COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD Y PROTECCION SOCIAL. Decreto 616 de 2006. Por el cual se expide el Reglamento Técnico sobre los requisitos que debe cumplir la leche para el consumo humano que se obtenga, procese, envase, transporte, comercializa, expendia, importe o exporte en el país. Bogotá D.C.: El Ministerio, 2006. 32 p.

COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD Y PROTECCION SOCIAL. Resolución 2130 de 1986. Por la cual se reglamenta parcialmente el Título V de la Ley 09 de 1979, en lo referente a procesamiento, composición, requisitos, transporte y comercialización de los Derivados Lácteos. Bogotá D.C.: El Ministerio, 1985. 41 p.

18. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

CRITERIO	RANGO DE ACEPTACIÓN	ACCIÓN ANTE INCUMPLIMIENTO DE CRITERIOS
Diferencia Porcentual Relativa	0-5% (Máximo 0,5 g) Aplicada a los duplicados en condiciones de repetitividad	Repetir análisis Levantar TNC

19. ANEXOS

- Hoja de trabajo de leche, leche en polvo

20. CONTROL DE CAMBIOS

CONTROL DE CAMBIOS					
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	ELABORO	REVISO	APROBO
0	02/09/2022	Emisión inicial del documento	ALEJANDRA GALVIS Profesional universitario Físico Químico Aguas SHIRLEY M CUCAITA Responsable Técnico Físico Químico Aguas, Alimentos y Bebidas Alcohólicas.	ALBA ROCIO ORDUZ AMEZQUITA Líder Grupo LSP GERMAN MARIN CARDENAS Director de Salud Integral DIEGO SANCHEZ BAEZ Coordinador Grupo de Apoyo a la Gestión y Calidad. CESAR ERNESTO SAENZ ARANDA Director de Planeación y Mejoramiento en Salud.	JAVIER ALONSO VILLAMIZAR SUAREZ Secretario de Salud de Santander