

300627
23
203



UNIVERSIDAD LA SALLE, A. C.

**ESCUELA DE QUIMICA
INCORPORADA A LA U.N.A.M.**

**“ORTOFOSFATOS DE CALCIO”
“MANUFACTURA Y APLICACIONES EN LA
INDUSTRIA DE ALIMENTOS”**

TESIS PROFESIONAL

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO**

P R E S E N T A

MARIA MARGARITA NAVARRO JASSO

**DIRECTOR DE TESIS
QUIM. IRENE MONTALVO VELARDE**

MEXICO, D. F.

1993

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

I N D I C E

| | Pag |
|--|-----|
| 1. INTRODUCCION | 1 |
| 1.1 Los aditivos en la Industria de Alimentos. | 1 |
| 1.2 Importancia de los Fosfatos como Aditivos. | 2 |
| | |
| 2. OBJETIVOS | 4 |
| | |
| 3. GENERALIDADES | 5 |
| 3.1 Propiedades Físicas y Químicas de los Ortofosfatos de Calcio. | 5 |
| 3.1.1 Ortofosfato Monocálcico. | 5 |
| 3.1.2 Ortofosfato Dicálcico. | 6 |
| 3.1.3 Ortofosfato Tricálcico. | 7 |
| 3.2 Manufactura. | 8 |
| 3.2.1 Ortofosfato Monocálcico. | 8 |
| 3.2.2 Ortofosfato Dicálcico. | 10 |
| 3.2.3 Ortofosfato Tricálcico. | 11 |
| 3.3 Principales Aplicaciones en la Industria de Alimentos. | 12 |
| 3.3.1 Funciones Generales de los Fosfatos en Alimentos. | 13 |
| 3.3.2 Aplicaciones de los Ortofosfatos de Calcio en la Industria de Bebidas. | 16 |
| 3.3.3 De Cereales. | 18 |
| 3.3.4 De Lácteos. | 18 |
| 3.3.5 De Productos de Huevo. | 19 |
| 3.3.6 De Grasas y Aceites. | 19 |
| 3.3.7 De Frutas y Vegetales. | 20 |
| 3.3.8 De Gomas y Geles. | 20 |
| 3.3.9 De Productos Cárnicos. | 21 |
| 3.3.10 Del Azúcar | 21 |

| | Pag |
|--|-----|
| 4. IMPORTANCIA NUTRICIONAL DEL CALCIO Y EL FOSFORO EN LA ALIMENTACION. | 23 |
| 4.1 Requerimientos. | 25 |
| 4.2 Absorción, Metabolismo y Eliminación. | 26 |
| 4.3 Patología Causada por la Deficiencia de éstos Elementos en el Organismo, así como aquella causada por el exceso. | 29 |
| 5. CONTROL DE CALIDAD DE MATERIAS PRIMAS Y PRODUCTO TERMINADO. | 31 |
| 5.1 Importancia del Control de Calidad. | 31 |
| 5.2 Metodologías de Análisis. | 35 |
| 5.2.1 Determinación de Apariencia. | 38 |
| 5.2.2 Pureza de Acido Fosfórico. | 38 |
| 5.2.3 Pureza de Hidróxido de Calcio. | 39 |
| 5.2.4 Pureza de Fosfato Monocálcico. | 40 |
| 5.2.5 Pureza de Fosfato Dicálcico. | 42 |
| 5.2.6 Pureza de Fosfato Tricálcico. | 43 |
| 5.2.7 Densidad. | 43 |
| 5.2.8 pH. | 44 |
| 5.2.9 Humedad. | 45 |
| 5.2.10 Pérdidas por calcinación. | 46 |
| 5.2.11 Solubilidad en Agua. | 46 |
| 5.2.12 Solubilidad en Acido Clorhídrico. | 47 |
| 5.2.13 Presencia de Carbonatos. | 47 |
| 5.2.14 Valor de Neutralización. | 48 |
| 5.2.15 Contenido de Oxido de Calcio. | 48 |
| 5.2.16 Contenido de Fósforo. | 49 |
| 5.2.17 Contenido de Pentóxido de Fósforo. | 51 |
| 5.2.18 Contenido de Arsénico. | 52 |
| 5.2.19 Presencia de Metales Pesados. | 54 |

| | Pag |
|---|-----|
| 6. ESPECIFICACIONES. | 57 |
| 6.1 Materias Primas. | 58 |
| 6.2 Producto Terminado. | 59 |
| 7. ANALISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES. | 62 |
| 7.1 Acido Fosfórico. | 62 |
| 7.2 Hidróxido de Calcio. | 62 |
| 7.3 Producto Terminado. | 63 |
| 7.4 Conclusiones. | 63 |
| COMENTARIO | 64 |
| 8. APENDICE. | 65 |
| 9. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS. | 67 |

RELACION DE TABLAS, CUADROS Y FIGURAS

CAPITULO 4

- Cuadro 1 : Funciones del calcio y el fósforo en la fracción esquelética. (Pag 24)
Cuadro 2 : Funciones del calcio y el fósforo en la fracción extraesquelética. (Pag 24)
Cuadro 3 : Características del metabolismo del calcio y el fósforo. (Pag 27)
Tabla 1 : Requerimientos dietéticos recomendados para calcio y fósforo. (Pag 25)
Figura 1 : Mecanismo de absorción del calcio. (Pag 28)

CAPITULO 5

- Tabla 1 : Análisis de materiales. (Pag 36)
Figura 1 : Funciones del Departamento de Control de Calidad y su relación con otros departamentos. (Pag 34)
Figura 2 : Aparato Generador de Arsina. (Pag 53)

CAPITULO 6

Tablas de especificaciones y resultados de los análisis químicos efectuados a muestras comerciales de :

- Tabla A : Acido Fosfórico (Pag 58)
Tabla B : Hidróxido de Calcio (Pag 58)
Tabla C : Fosfato Monocálcico (Pag 59)
Tabla D : Fosfato Dicálcico (Pag 60)
Tabla E : Fosfato Tricálcico (Pag 61)

A B R E V I A T U R A S

- EDTA : Etilén diamino tetracetato.
FCC : Food Chemicals Codex.
FDA : Food & Drugs Administration.
FDC : Fosfato Dicálcico.
FDCA : Fosfato Dicálcico Anhidro.
FMC : Fosfato Monocálcico.
FMCA : Fosfato Monocálcico Anhidro.
FTC : Fosfato Tricálcico.

1 INTRODUCCION

Desde tiempos primitivos, la necesidad más importante del hombre ha sido la alimentación. Con el paso de los años, ha aumentado la población mundial, y junto con ella la urbanización que trae consigo el desarrollo de la tecnología. Las necesidades de alimentación de nuestra época requieren de una mayor responsabilidad por parte de la industria alimentaria, la cual abarca los siguientes aspectos :

- a) Producción de cantidad suficiente de alimentos.
- b) Estricto control de calidad en cuanto a materias primas y producto terminado.
- c) Inocuidad de los aditivos que sean utilizados en las formulaciones de productos alimenticios industrializados.
- d) Contenido de proteínas, carbohidratos, grasas, vitaminas y minerales que puedan satisfacer los requerimientos de la dieta.

1.1 LOS ADITIVOS EN LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS.

Según la FDA, "aditivo para alimentos" se define como "cualquier" sustancia normalmente no consumida como un alimento por sí misma, y normalmente no usada como un ingrediente típico del alimento, teniendo ó no valor nutritivo; la adición intencional de tal sustancia al alimento para un proceso tecnológico (incluyendo organoléptico) en la manufactura, proceso, preparación, tratamiento, empaque, transporte ó soporte de tales alimentos resulta ó puede ser razonablemente esperado que resulte (directa ó indirectamente) en que se vuelva un componente más afectando de algún modo las características de tales alimentos "

Como una segunda definición, la Codex Alimentarius Comission, lo define como : "cualquier sustancia por sí misma no consumida normalmente como alimento, y no utilizada como un ingrediente típico del alimento, tenga ó no valor nutritivo, cuya adición intencional a algún alimento para fines tecnológicos, (incluyendo organolépticos en la manufactura, proceso, preparación, tratamiento, empackado ó mantenimiento de dicho alimento, resulta ó puede esperarse que resulte, de una u otra manera, afectar sus características." (1).

El hombre ha añadido a sus alimentos aditivos, es decir, sustancias nutritias y no nutritias con diferentes propósitos, tales como mejorar la vida de anaquel, proteger el valor nutritivo, mejorar sus propiedades organolépticas, etc.

Cualquiera que sea nuestro criterio sobre los aditivos, es cierto que sin ellos muchos productos alimenticios no podrían ofrecerse a la venta en su forma actual. Esto se manifiesta en particular en muchos alimentos preparados ó pre-preparados que han tenido

éxito en el mercado por su disponibilidad fácil y rápida. Además, si la producción de alimentos debe incrementarse lo suficiente como para hacer frente al aumento de población y a los esfuerzos encaminados a mejorar la nutrición en zonas subnutridas, los productos que de ordinario no forman parte de los alimentos, adquirirán inevitablemente un papel cada vez más importante. (2).

Las funciones que cumplen en la actualidad los aditivos alimentarios son más de cuarenta. Para agruparlos en un sentido amplio pueden clasificarse de la siguiente manera: (3)

A) Aditivos funcionales: Son aquellos empleados en la elaboración de alimentos fundamentalmente por sus efectos funcionales en el producto final. Es decir, que desempeñan una función técnica bien definida, como por ejemplo, dar color, impartir aroma, mejorar consistencia, textura, etc; éstos son:

- a) Conservativos.
- b) Antioxidantes.
- c) Acidulantes.
- d) Neutralizantes y reguladores de pH.
- e) Emulsificantes y estabilizadores.
- f) Humectantes.
- g) Agentes de maduración.
- h) Agentes de blanqueo.
- i) Saborizantes y potenciadores de sabor.
- j) Edulcorantes.
- k) Colorantes.

B) Aditivos de Enriquecimiento: Son aquellos aditivos empleados con el fin fundamental de mejorar el valor nutricional de un alimento determinado, éstos son:

- a) Vitaminas.
- b) Minerales
- c) Concentrados proteicos.

C) Aditivos dietéticos: Este grupo de aditivos incluye todas las sustancias y materias primas empleadas en el diseño de alimentos para uso dietético, principalmente sustitutos de carbohidratos y grasas; éstos son:

- a) Edulcorantes sintéticos.
- b) Sustitutos de grasas.
- c) Sustitutos de carbohidratos.
- d) Sustitutos de sal.

1.2 IMPORTANCIA DE LOS FOSFATOS COMO ADITIVOS.

El fósforo es esencial para las funciones que dan vida y en aquellas que permiten que la vida continúe. Es un constituyente natural de casi todos los alimentos que ingerimos, presente en

muchos casos en forma de sales derivadas, tal es el caso de los ortofosfatos, que son útiles en muchas funciones como aditivos en la industria de alimentos; entre éstas funciones tenemos:

- 1.- Industria de Cereales: Son empleados como acondicionadores de estructuras en masas congeladas, polvos para hornear, harinas para pastel, enriquecimiento mineral, inhibidores de actividad enzimática, antioxidantes, etc.
- 2.- Industria de Bebidas: Tanto en las bebidas alcohólicas como en los refrescos en polvo, los fosfatos son utilizados en sistemas buffer, control bacteriológico, acidificación, para proporcionar cuerpo a las bebidas, suplementación mineral, formación de complejos con iones metálicos, etc.
- 3.- Industria de Lácteos: Se utiliza por su capacidad para interactuar con los constituyentes presentes en la leche, como proteínas y calcio. Además, se aplican a derivados lácteos como mantequilla, crema, leches evaporadas y condensadas, leches concentradas esterilizadas, pudines, leches desgrasadas, postres congelados, crema vegetal como sustituto de leche para café, margarinas, quesos, etc.
- 4.- Industria del Huevo: En productos derivados del huevo, para la conservación de yema y clara, así como para la prevención de contaminación microbiana.
- 5.- Industria de Grasas y Aceites: Los fosfatos son aplicados en el proceso de purificación e hidrogenación, así como a sistemas antioxidantes.
- 6.- Industria de Frutas y Vegetales: Son utilizados como surfactantes, estabilizantes, texturizantes en enlatados, etc.
- 7.- Industria de Cárnicos: En esta rama de la industria de alimentos, los fosfatos son necesarios en los procesos con diferentes objetivos, tales como la preservación de color, mejoramiento de textura, retención de humedad, como inhibidores microbiológicos, auxiliares de emulsificación de grasas, etc.

2 OBJETIVOS

- 1 Se detallarán las propiedades físicas y químicas de los Ortofosfatos de Calcio así como la estequiometría de las reacciones de obtención de éstos productos y métodos industriales de fabricación.
- 2 Se revisarán las aplicaciones de los Ortofosfatos de Calcio en la industria de alimentos y las necesidades nutricionales del calcio y el fósforo.
- 3 Dada la importancia de la calidad en productos destinados a la fabricación de alimentos, se propondrá una política de calidad y se llevarán a cabo los análisis requeridos tanto de materias primas como de producto terminado, comparando los resultados de éstos análisis con las especificaciones correspondientes y especificaciones comerciales.

3.1.2 ORTOFOSFATO DICALCICO.

| | |
|-----------------------|---|
| - SINONIMOS | - Fosfato de calcio mono-hidrogenado, ortofosfato dicálcico, fosfato secundario de calcio, fosfato dibásico de calcio.(1). |
| -DESCRIPCION | - El ortofosfato dicálcico puede existir en forma anhidra (FDCA) ó contener dos moléculas de agua, (FDC . 2 H ₂ O). La forma anhidra se presenta en forma de polvo blanco, inoloro, insaboro, estable en el aire, y recibe el nombre de monenita. La forma hidratada se presenta en de cristales. Recibe el nombre de brushita.(2). Ambos son no tóxicos, inflamables, insaboros e inoloros.(3). |
| - PUNTO DE FUSION | - FDC.2H ₂ O 109 °C (3) |
| - FORMULA | - FDCA CaHPO ₄ FDC.2H ₂ O CaHPO ₄ .2H ₂ O |
| - PESO MOLECULAR | - FDCA 136.06 g/g mol FDC.2H ₂ O 154.06 g/g mol |
| - GRAVEDAD ESPECIFICA | - FDC.2H ₂ O 2.306 (3) |
| - SOLUBILIDAD | - Prácticamente insoluble en agua, totalmente soluble en ácido clorhídrico diluido, ácido nítrico y ácido acético. Es totalmente insoluble en alcohol.(2). |

3.1.3 ORTOFOSFATO TRICALCICO.

- SINONIMOS .- Fosfato tribásico de calcio, ortofosfato tricálcico, fosfato terciario de calcio. (1).
- DESCRIPCION .- Se presenta en forma de polvo blanco, insaboro, inoloro. En su forma comercial, es un fosfato de calcio de carácter básico, amorfo. En su estado puro, cristalino, hay una proporción Ca / P es 3 / 2, parecido a la hidroxiapatita, Ca OH (PO₄)₂. (2). No es tóxico, es inflamable. (3).
- PUNTO DE FUSION .- 1670 °C. (3)
- FORMULA .- Ca₃(PO₄)₂.
- PESO MOLECULAR .- 310.20 g/g mol.
- GRAVEDAD ESPECIFICA .- 3.18 (3)
- INDICE DE REFRACCION .- 1.63 (3)
- SOLUBILIDAD .- Insoluble en alcohol, casi insoluble en agua, totalmente soluble en ácido clorhídrico diluido, y en ácido nítrico. (2).

3.2 MANUFACTURA

En nuestro país existen diversos fabricantes de ortofosfatos de calcio, los que son ofrecidos en diferentes grados y especificaciones dependiendo de la aplicación a que vayan dirigidos.

De éste modo existe producto :

- a) Grado técnico
- b) Grado alimenticio
- c) Grado farmacéutico.

La obtención de ortofosfatos de calcio consiste básicamente en una reacción de neutralización entre ácido fosfórico e hidróxido u óxido de calcio.

Los ortofosfatos de calcio tienen solubilidades muy bajas, por lo que su método de obtención puede considerarse un sistema heterogéneo.

Por otro lado, durante la manufactura ocurren diversas fases metaestables favorecidas cinéticamente, y éstos fosfatos son hidrolizados a compuestos altamente insolubles, resultando en la formación de una hidroxiapatita, por lo que se puede concluir que la mayoría de los fosfatos de calcio contienen mezclas de diversas sales.

3.2.1 FOSFATO MONOCÁLCICO

- a) Monohidratado.

FABRICACION TIPO BATCH

Se fabrica colocando una cantidad determinada de ácido fosfórico al 85 % en un reactor con agitación, a donde se añade óxido de calcio en cantidad menos a la estequiométrica, de manera que la temperatura se mantenga entre 75 y 110 °C.

Se obtiene una masa seca que posteriormente se lleva a una temperatura no mayor de 160 °C y se muele.

Se separa el producto en tamaño de partícula granular o polvo, para ser posteriormente empacado.

Otro método consiste en mezclar el ácido fosfórico con hidróxido de calcio. De éste modo, el vapor formado por el calor de reacción escapa de la mezcla. (4)

TIPO CRISTALINO

Se efectúa introduciendo cal y ácido fosfórico concentrado manteniendo una temperatura de 80 °C.

Ya que los cristales hayan desarrollado el tamaño deseado, la mezcla es transportada a una zona de enfriamiento en donde se

lleva a cabo la cristalización. Los cristales son centrifugados con el objeto de eliminar el exceso de ácido. Las trazas de ácido fosfórico libre se neutralizan con hidróxido de calcio.

SECADO POR ASPERSION

Este método se lleva a cabo haciendo reaccionar cal con ácido fosfórico suficientemente diluido para obtener una suspensión de FMC y atomizarla en una atmósfera caliente, obteniéndose un producto de partícula esférica. (4)

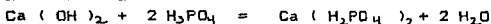
b) Anhidro

Se produce haciendo reaccionar cal con ácido fosfórico concentrado a una temperatura superior a 104°C, suficientemente alta para evitar la formación de $\text{FMC} \cdot \text{H}_2\text{O}$, y suficientemente baja para evitar la formación de pirofosfatos.

La reacción se lleva a cabo en una mezcladora. El producto resultante se somete a calentamiento a 220 °C. Bajo estas condiciones, el potasio y otros elementos forman una capa insoluble sobre el producto.

ESTEQUIOMETRIA DE LA REACCION

Reacción.



Pesos Moleculares

$$\text{Ca}(\text{OH})_2 = 74 \text{ g/g mol}$$

$$\text{H}_3\text{PO}_4 = 98 \text{ g/g mol}$$

$$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 = 234 \text{ g/g mol}$$

$$\text{H}_2\text{O} = 18 \text{ g/g mol}$$

Formulación base propuesta

$$\text{Ca}(\text{OH})_2 \text{ al } 95\% \text{ de pureza} = 1.00 \text{ Kg}$$

$$\text{H}_3\text{PO}_4 \text{ al } 85\% \text{ de pureza} = 2.64 \text{ Kg}$$

$$\text{moles de Ca}(\text{OH})_2 = 0.95 * 1000 / 74 = 12.84 \text{ moles}$$

$$\text{moles de H}_3\text{PO}_4 = 0.85 * 2640 / 98 = 22.89 \text{ moles}$$

tomando como reactivo limitante $\text{Ca}(\text{OH})_2$:

$$\text{FMC obtenido} = 12.84 * 234.08 / 1000 = 3.00 \text{ Kg}$$

$$\text{H}_2\text{O obtenido} = 12.84 * 36.00 / 1000 = 0.46 \text{ Kg}$$

3.2.2 FOSFATO DICALCICO

a) Dihidratado

NEUTRALIZACION ACIDO-BASE

Se lleva a cabo haciendo reaccionar H_3PO_4 al 85 % con una solución diluida de $Ca(OH)_2$ al 40% .

La temperatura debe de conservarse alrededor de $40^\circ C$.

El producto obtenido tiende a perder aproximadamente un 20% de humedad, por lo que es recomendable agregar ácido pirofosfórico para producir iones de pirofosfato. Después se calcina a $700^\circ C$ y se muele; de éste modo, el producto sólo pierde únicamente el 5% de humedad.

A PARTIR DE FOSFATO TRICALCICO

El fosfato dicálcico, al igual que el monocálcico, puede ser fabricado a partir de fosfato tricálcico, según las siguientes reacciones



a) Anhidro

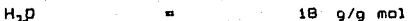
Se fabrica con cualquiera de los métodos anteriores llevando la temperatura de reacción a $75^\circ C$.

ESTEQUIOMETRIA DE LA REACCION

Reacción.



Pesos Moleculares



Formulación base propuesta

Ca(OH)₂ al 95% de pureza = 1.00 Kg
H₃PO₄ al 85% de pureza = 1.324 Kg

moles de Ca(OH)₂ = 0.95 * 1000 / 74 = 12.84 moles
moles de H₃PO₄ = 0.85 * 1324 / 98 = 11.48 moles

tomando como reactivo limitante H₃PO₄ :

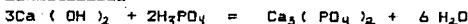
FDC obtenido = 11.48 * 136.05 / 1000 = 1.561 Kg
H₂O obtenido = 11.48 * 36.00 / 1000 = 0.413 Kg

3.2.3 FOSFATO TRICALCICO

Se obtiene haciendo reaccionar hidróxido de calcio en suspensión con ácido fosfórico. La reacción se lleva a cabo en tanques con agitación, de donde, una vez terminada, el producto es filtrado y secado a temperaturas aproximadamente de 50 °C, impidiendo la pérdida de agua de cristalización. Ya seco se muele. (6).

ESTEQUIOMETRIA DE LA REACCION

Reacción.



Pesos Moleculares

| | | | |
|---|---|--------|---------|
| Ca(OH) ₂ | = | 74 | g/g mol |
| H ₃ PO ₄ | = | 98 | g/g mol |
| Ca ₃ (PO ₄) ₂ | = | 310.20 | g/g mol |
| H ₂ O | = | 18 | g/g mol |

Formulación base propuesta

Ca(OH)₂ al 95% de pureza = 1.00 Kg
H₃PO₄ al 85% de pureza = 0.88 Kg

moles de Ca(OH)₂ = 0.95 * 1000 / 222 = 4.27 moles
moles de H₃PO₄ = 0.85 * 882 / 196 = 3.82 moles

tomando como reactivo limitante H₃PO₄ :

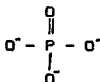
FTC obtenido = 3.82 * 310.20 / 1000 = 1.18 Kg
H₂O obtenido = 3.82 * 108.00 / 1000 = 0.41 Kg

3.3 PRINCIPALES APLICACIONES EN LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS

Los fosfatos son de gran utilidad dentro de los procesos de industrialización de alimentos dada su interacción con los constituyentes de los mismos.

Estos compuestos son capaces de actuar como intercambiadores iónicos, y, por lo tanto, forman complejos solubles con iones polivalentes interfiriendo así en los procesos de fabricación de alimentos.

El anión ortofosfato es la estructura más simple y la unidad básica para todos los fosfatos.



Se trata de un anión tribásico, y sus tres valencias pueden ser ocupadas por hidrógeno, iones metálicos ó combinaciones de ambos. Puede también formar cadenas largas y polímeros cíclicos.

El ortofosfato monocálcico anhidro, (FMCA), es altamente soluble e higroscópico. Sus cristales son recubiertos de sales de metafosfatos de potasio, aluminio, calcio y magnesio durante el proceso de fabricación, por lo que no se disuelve directamente al contacto con el agua.

El ortofosfato monocálcico monohidratado, (FMC), es una sal altamente soluble así como excelente agente acidificante.

El ortofosfato dicálcico, (FDC), es utilizado en la industria de alimentos en su forma dihidratada; Es moderadamente soluble en agua a temperaturas por debajo de 60°C.

El ortofosfato tricálcico, (FTC), es la sal totalmente neutralizada del ácido fosfórico; Es altamente insoluble, y puede ser obtenido como un polvo muy fino, por lo que es un excelente agente adsorbente de líquidos, agente secante ó agente fluidizante para alimentos en polvo.

La estructura tetrahédrica de los fosfatos, permite la polimerización y formación de diversas sustancias de manera similar a lo que ocurre con los derivados del carbono, ya que el átomo de fósforo, rodeado por cuatro átomos de oxígeno, forma una estructura la cual permite la polimerización.

Una ventaja que deriva de lo anterior, es la formación de complejos con iones importantes desde el punto de vista nutricional, tales como calcio, magnesio ó hierro, puesto que de éste modo, pueden ser absorbidos a través de las paredes intestinales y ser utilizados por el organismo. (7).

3.3.1 FUNCIONES GENERALES DE LOS FOSFATOS EN ALIMENTOS.

a) Inactivación de iones metálicos.

Los fosfatos pueden inactivar los iones metálicos, los cuales son capaces de interferir con reacciones necesarias durante los procesos de manufactura de alimentos.

Esta inactivación ocurre ya sea por precipitación ó por formación de complejos, evitando de éste modo su interferencia con las reacciones deseadas durante los procesos.

Los ortofosfatos precipitan iones calcio, magnesio, hierro, así como otros iones alcalino térreos y metales de transición.

Debido a ésto, los fosfatos son utilizados en tratamiento de aguas de procesos de alimentos, ya que los constituyentes minerales contenidos en aguas naturales pueden tener efectos devastadores en los alimentos industrializados con éste tipo de aguas.

b) Complejos polielectrolíticos orgánicos en constituyentes de alimentos.

Algunas funciones de los fosfatos en los procesos de alimentos dependen de su capacidad para formar complejos y productos de reacción con otros constituyentes del mismo, además de los minerales tales como polielectrolitos orgánicos, entre los que se encuentran proteínas, pectinas, almidones, etc., formando complejos, siendo el más conocido el [fosfato-calcio-caseína].

c) Reacciones químicas directas con los constituyentes del alimento.

Además de la formación de complejos explicados anteriormente, pueden llevarse a cabo reacciones de esterificación y enlaces cruzados entre moléculas de proteínas y almidones.

d) Estabilización de pH y sistemas buffer.

Otra función importante de los fosfatos consiste en el poder de estabilizar el pH óptimo requerido para procesos de alimentos.

e) **Dispersión de constituyentes de alimentos.**

Los fosfatos pueden promover la dispersión y peptización de constituyentes de alimentos relativamente insolubles, tales como proteínas en leche concentrada y pasteurizada, ó quesos procesados.

f) **Estabilización de emulsiones.**

Son estabilizadores de emulsiones tales como embutidos, ya que interactúan con las proteínas presentes en la carne.

g) **Incremento de hidratación y agua ligada.**

Los fosfatos interactúan con proteínas animales y vegetales de tal manera que se provoque la hidratación. Esta propiedad es utilizada para prevenir la deshidratación durante la descongelación en carnes, pollo y pescado.

h) **Suplementación mineral.**

Los fosfatos de calcio, hierro, sodio y potasio, son utilizados para mejorar las propiedades nutricionales de cereales tales como harinas, harinas preparadas y cereales para desayuno.

i) **Acidificación ó disminución del pH**

El ácido fosfórico y sus sales ácidas, son utilizadas como agentes acidificantes reaccionando con el carbonato contenido en polvos para hornear, harinas preparadas y cereales para desayuno. También son utilizados para acidificar otros alimentos tales como bebidas.

j) **Alcalinización ó aumento de pH**

Las sales alcalinas de fósforo son utilizadas para elevar el valor de pH, por ejemplo el fosfato trisódico y disódico se aplican a quesos procesados pasteurizados, para obtener valores de pH alcalino necesario para una dispersión óptima de proteínas, así como para interactuar con las mismas proteínas, provocando la

emulsificación y retención de humedad.

k) Prevención del aglutinamiento.

Los fosfatos insolubles son frecuentemente usados como agentes antiaglutinantes en preparados de tipo polvo fino separando los cristales contenidos en el alimento evitando que se adhieran entre sí.

También son utilizados como absorbentes, como por ejemplo, el FTC, previene la formación de terrones de sales, ó el FDC para mejorar el fluido de partícula en alimentos en polvo.

l) Preservación de alimentos.

Se ha encontrado que los fosfatos, en particular los polofosfatos, previenen ó retardan la oxidación de grasas insaturadas en sistemas acuosos de alimentos e inhiben el crecimiento de microorganismos involucrados en la descomposición de alimentos; ésta función está basada en la capacidad de los fosfatos de formar complejos con iones metálicos esenciales para la oxidación de las grasas ó crecimiento de microorganismos. (8).

3.3.2 Aplicación de Ortofosfatos de Calcio en la Industria de Bebidas.

FOSFATO MONOCÁLCICO

El FMC. H_2O , al ser una sal cristalina del fósforo, es utilizada en bebidas en polvo como acidulante. (9).

FOSFATO DICÁLCICO

El FDC puede eliminar por filtración iones metálicos, tales como hierro y cobre, contaminantes presentes en bebidas fermentadas. Asimismo, puede ser utilizado como intermediario para coprecipitar otras impurezas mediante la adición de ácido fosfórico y una subsecuente neutralización con carbonato de calcio. (10).

El FDC se utiliza como suplemento de fósforo y calcio en bebidas nutritivas en polvo formuladas para proporcionar al organismo los requerimientos diarios de vitaminas y minerales. (9).

FOSFATO TRICÁLCICO

El FTC homogeniza la distribución de partículas en mezclas secas, tales como bebidas de preparación instantánea, mejorando el fluido de polvos, ya que tiene influencia sobre su distribución en el producto. (8).

3.3.3 Aplicación de Ortofosfatos de Calcio en la Industria de Cereales.

FOSFATO MONOCÁLCICO

La industria de harinas, masas preparadas y productos horneados son quizás los mayores consumidores de FMC debido a su aplicación tan amplia en sistemas de fermentación. (11). Sus funciones en productos horneados pueden resumirse en tres aspectos:

1.- Acidificación.

Para liberar CO_2 a partir de la sal de sodio y expandir el gas dentro de la masa.

2.- Efecto Buffer.

Para ajustar el pH al producto horneado.

3.- Texturizante.

Interactuando con los constituyentes proteicos de la harina a fin de modificar la elasticidad y viscosidad de las masas. (12).

Fosfato Monocálcico.

| | | |
|-------------------------|---|---|
| Valor de Neutralización | : | 80 |
| % de gas liberado | : | 2 minutos de batido : 60 8 minutos de reposo : -- horneado : 40 |
| Usos | : | Harinas preparadas para pastel, galletas y waffles. Ingrediente en las formulaciones de polvos para hornear. |

Fosfato Monocálcico Anhidro.

| | | |
|-------------------------|---|--|
| Valor de Neutralización | : | 83 |
| % de gas liberado | : | 2 minutos de batido : 15 8 minutos de reposo : 35 horneado : 50 |
| Usos | : | Harinas preparadas para pastel, hot cakes y panqués, mezclas congeladas y harinas preparadas para donas, bisquets y similares. |

Fuente : 13,14,15 y 16.

FOSFATO DICALCICO

El FDC.H₂O es utilizado en masas congeladas para panes y productos que requieran de más de media hora para un horneado completo, ya que éste comienza a reaccionar de 57.2 a 60 °C, mientras que la estructura de un producto horneado se afirma a los 71.1 °C, por lo que una masa de cocimiento rápido no tiene el tiempo suficiente para permitir la completa liberación de CO₂ (11).

Otra aplicación del FDC consiste en la interacción con la proteína de la harina, el glute, mejorando las características de la masa.

Además, al bajar el pH de la mezcla, se inhibe el crecimiento de bacterias que causan la descomposición. (12).

| | | |
|-------------------------|---|---|
| Valor de Neutralización | : | 33 |
| % de gas liberado | : | En su totalidad durante el horneado. |
| Usos | : | Harinas para pastel y masas congeladas. |

Fuente : 13 y 14.

3.3.4 Aplicación de Ortofosfatos de Calcio en la Industria de Productos Lácteos.

La importancia de los fosfatos en la industria de lácteos radica en su interacción con cationes inorgánicos, en especial de calcio, además de proteínas lácteas.

FOSFATO MONOCALCICO

Las mezclas para pudines y geles lácteos deben contener ortofosfatos como catalizadores de la gelificación y mantenimiento del pH entre 7.5 y 8.0.

Por otro lado, el ión calcio es necesario para el proceso de gelificación por la formación de complejos con caseína.

Los geles a base de alginatos y leche requieren FMC para que se dé y mantenga estable el sistema. (17).

3.3.5 Aplicación de Ortofosfato de Calcio en la Industria de Huevo.

Se ha encontrado que los fosfatos son útiles en procesos de alimentos a base de huevo incrementando sus propiedades funcionales, tales como formación de complejos con iones metálicos no deseados, ajuste de pH óptimo, inhibición de actividad proteolítica, incremento y estabilidad en volumen de espuma, (merengue), así como para evitar la oxidación de grasas en la yema y promover la sensibilización bacteriana a la pasteurización. (18).

Además, por norma sanitaria, todos los productos de huevo, incluyendo huevo entero, en forma seca o líquida, o clara y yema en polvo deben estar libres de Salmonella.

Los métodos de pasteurización comúnmente empleados afectan las propiedades básicas del huevo tales como tiempo y estabilidad del batido; sin embargo, mediante la utilización de 0.2 a 2.0 % en peso de FTC y ajustando el pH del huevo de 8 a 10, las especies de Salmonella más resistentes al calor son sensibilizadas y pueden ser destruidas a menor temperatura, (51.6 °C), en un tiempo máximo de 10 minutos, sin afectar las propiedades del producto.

3.3.6 Aplicación de Ortofosfatos de Calcio en la Industria de Grasas y Aceites.

Las grasas y aceites crudos, tal y como suelen ser extraídos de vegetales y animales, contienen una cantidad considerable de impurezas, incluyendo ácidos grasos libres, fosfátidos de varios tipos, material mucilaginoso, proteínas de tejido animal ó vegetal, proteínas solubles y otros contaminantes. Estas impurezas deben ser eliminadas por refinación de los extractos crudos.

La refinación ácida puede hacerse mediante la adición de 0.75 % de ácido fosfórico a 27 °C de temperatura; el ácido puede ser eliminado después por precipitación mediante la adición de FTC, el cual es filtrado más tarde. (19).

Otro tipo de refinamiento que elimina la necesidad de hidrogenación de grasas y aceites, utiliza una cama granular de FTC a través del cual es filtrado el producto.

De este modo, son eliminados todos los fosfátidos, ácidos grasos libres, contaminantes de color, y los olores y sabores de la fuente proveniente de la grasa ó aceite. (22).

3.3.7 Aplicación de Ortofosfatos de Calcio en la Industria de Frutas y Vegetales.

Los ortofosfatos de calcio tienen efecto en las características físicas de frutas y vegetales haciendo sus tejidos mas firmes. Esto sucede porque la sal de calcio puede reaccionar con el ácido péctico, dando lugar a la formación de pectinato de calcio.

Esta propiedad puede ser utilizada durante la gelificación de jugos de frutas para preparación de ates, jaleas y mermeladas. El control apropiado del ión calcio dá firmeza a la estructura del tejido de frutas y verduras en conserva, ya sea enteros ó rebanados.

Para éste propósito se prefiere FMC, que es soluble a las condiciones de pH ácido y contiene la cantidad de calcio necesario para la formación de pectinato de calcio. (20).

El uso de fosfatos de calcio para éstos casos está regulado por la FDA y no puede ser utilizado para todos los vegetales. Tratándose de vegetales enlatados, sólo se utilizan en tomate, papa, pimientos verdes ó rojos y zanahorias. (21).

3.3.8 Aplicación de Ortofosfatos de Calcio en la Industria de Gomas y Geles.

El ácido alginico, componente básico de los "geles alginatos", es un polielectrolito fuertemente aniónico que reacciona con polielectrolitos catiónicos. A pesar de que éste ácido es insoluble, sus sales son solubles para la aplicación en alimentos. Estas soluciones son tratadas con iones metálicos, di ó tri valentes, formándose una sal insoluble metal-alginato.

Si el rango de reacción es demasiado rápido, se forman geles inestables ó precipitados; para obtener un gel estable, en un rango de reacción uniforme, se prefiere utilizar un fosfato cálcico que libere los iones calcio lentamente a valores adecuados de pH.

Se sugiere utilizar un alginato de sodio, potasio, magnesio ó amonio, agregando lentamente una sal de calcio de difícil solubilidad, tal como FDC ó FTC para obtener una mayor gelación. Si se agrega un ácido débil a ésta mezcla. (glucón - delta - lactona), se mejora la liberación de calcio del fosfato. (22).

Estos sistemas se utilizan para la preparación de jaleas, ates, gelatinas y dulces a base de gomas, ó pudines de leche fría cuya preparación requiere de aproximadamente quince minutos, utilizando una combinación de alginato de sodio y un fosfato de calcio.

Asimismo, pueden ser preparados geles de repostería, solubles en agua, de textura espumosa, suave y firme, utilizando ácidos ligeramente solubles como ácido adípico y fumárico, alginato de sodio y una sal de calcio de lenta solubilidad como FDC ó FTC y un agente retardante de gelación como hexametáfosfato sódico. (23).

3.3.9 Aplicación de Ortofosfatos de Calcio en la Industria de Productos Cárnicos.

Una de las propiedades organolépticas importante en productos cárnicos, es el color, que debe de ser estabilizado de acuerdo a los procesos a que sea sometida la carne. En el caso de enlatados a base de carne de puerco, debe ser prevenida una decoloración a café amarillento en la superficie del producto. Para la estabilización del color, se recomienda mantener un pH bajo mediante la utilización de una sal ácida como el FMC, que proporciona una acidez óptima sin afectar la estabilidad de la emulsión. (24).

Por otro lado, en el momento de matanza, el tejido muscular tiene una relación estricta con el fosfato y una elevada calidad de hidratación. Después de la matanza, la carne tiende a perder dicha hidratación, puesto que la relación que tiene con el fosfato proteico queda afectada. En éste momento, la adición de fosfatos y cloruro de sodio tiende a restaurar parte de las cualidades originales del tejido muscular, pues proporciona la concentración adecuada de iones para facilitar el secuestro de las sales de magnesio.

Los orto y polifosfatos de calcio han encontrado un uso válido en ingredientes de soluciones empleadas en el curado de la carne de puerco y jamones, los cuales, curados de ésta manera, pueden sujetarse a temperaturas altas durante el proceso de ahumado sin sacrificar las propiedades del producto.

Por otro lado, se ha encontrado que el FTC es útil en el mantenimiento del fluido de especias y sales de curado utilizadas en carnes, tales como glutamato monosódico y sacarosa. (25).

3.3.10 Aplicación de Ortofosfatos de Calcio en la Industria del Azúcar.

Un punto importante en el proceso de refinación del azúcar es el blanqueo del jarabe, paso previo a la cristalización; ésto se efectúa mediante un tratamiento de la solución con hipoclorito de sodio en presencia de FMC el cual funciona como estabilizante. (26).

El sabor del azúcar remolacha, no tan dulce como el azúcar de caña, puede ser mejorado mediante la adición de sulfato de calcio y FDC. (8).

Por otro lado, la adición de FTC reduce el aterronamiento y proporciona propiedades de flujo.

Con respecto a la sacarosa, el FDC puede formar un complejo con ésta, incrementando la textura crujiente y quebradiza de coberturas azucaradas en cereales para desayuno, inhibiendo, al mismo tiempo, el desarrollo de caries en niños. (8).

ALIMENTACION

La vida se originó en nuestro planeta hace por lo menos 1,500 millones de años. Abundaba la radioactividad y los compuestos tales como el amoníaco, metano y bióxido de carbono. En aquel medio ambiente tan singular, las reacciones químicas ocurrían a gran velocidad. Los elementos simples se unían y formaban compuestos.

Los iones inorgánicos estaban involucrados en el gradual perfeccionamiento del metabolismo de las formas de vida que iban surgiendo.

Estos iones pasaron a formar parte de la estructura de un gran número de sustancias vitales a las que confirieron estabilidad e incluso constituyeron la clave de su funcionamiento, como es el caso del fósforo como activador enzimático y portador de energía ó el calcio, ya que en la época en que se desarrollaron los primeros seres con esqueleto rígido, los océanos contenían grandes cantidades de sales de éstos minerales.

Algunos elementos inorgánicos eran ya imprescindibles en los sistemas biológicos, por lo que fué necesario su abastecimiento desde el exterior del organismo, es decir, adquirieron la calidad de nutrimentos; entre ellos encontramos el calcio y el fósforo que constituyen alrededor del 3% del peso total corporal y que además son conocidos como esenciales junto con el sodio, cloro, hierro, potasio, cobalto, selenio y molibdeno. (1).

La mayor parte del contenido de éstos elementos, esto es, el 99% del calcio y el 85% del fósforo, forma parte del esqueleto, mientras que el resto se halla en los fluidos corporales ó en el interior de los tejidos.

La función de la fracción esquelética es predominantemente estructural, cuadro 1. La fracción extraesquelética, pese a ser muy pequeña, es la que tiene las funciones más variadas, todas ellas vitales, cuadro 2. (2).

Cuadro 1 : Funciones del calcio y el fósforo en la fracción esquelética.

FRACCION ESQUELETICA

El calcio y el fósforo se combinan para formar un compuesto inorgánico muy complejo y cuya constitución exacta se desconoce, pero que aparentemente es semejante al mineral con el nombre de hidroxiapatita; éste compuesto se precipita en el hueso confiriéndole su rigidez característica. Además, en el esqueleto hay pequeñas cantidades de fosfatos de calcio.

Cuadro 2 : Funciones del calcio y el fósforo en la fracción extraesquelética.

FRACCION EXTRAESQUELETICA

| EL CALCIO INTERVIENE EN : | EL FOSFORO INTERVIENE EN : |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"> - Coagulación de la sangre. - Activación de enzimas. - Transmisión de impulsos nerviosos. - Contracción del músculo. - Mecanismos de secreción de hormonas. - Capacidad de adhesión de unas células con otras. - Mantenimiento y funcionamiento de las membranas celulares. | <ul style="list-style-type: none"> - Forma activa de la mayoría de las vitaminas hidrosolubles. - Numerosas coenzimas. - Uniones de alta energía. - Molécula de los fosfolípidos. - Molécula de la mayoría de los metabolitos de los hidratos de carbono (glucólisis anaerobia) - Nucleótidos. - Ácidos nucleicos. |

4.1 REQUERIMIENTOS.

Los vegetales son fuentes ricas en minerales, a pesar de ser deficientes en calcio, fósforo, sodio y cloro.

Las dosificaciones de minerales deben llevarse a cabo con precaución y conocimiento, pues algunos tienen relaciones precisas con otros, como el calcio con el fósforo, ya que las cantidades excesivas del primero provocan la eliminación del cuerpo del fósforo y manganeso.

La proporción entre el calcio y el fósforo en la dieta, (cociente Ca/P) adecuada para su mejor absorción es de 1:1. (3).

Tabla 1 : Requerimientos dietéticos recomendados para calcio y fósforo. (4).

| | Edad (años) | Peso kg | mg Ca | mg P |
|-----------|----------------|------------|-------|------|
| Lactantes | 0.0-0.5 | 06 | 0360 | 0240 |
| | 0.5-1.0 | 09 | 0540 | 0400 |
| Infantes | 1.0-3.0 | 13 | 0800 | 0800 |
| | 4.0-6.0 | 20 | 0800 | 0800 |
| | 7.0-10 | 30 | 0800 | 0800 |
| Masculino | 11-14 | 44 | 1200 | 1200 |
| | 15-18 | 61 | 1200 | 1200 |
| | 19-22 | 67 | 0800 | 0800 |
| | 23-50 | 70 | 0800 | 0800 |
| | 51 + | 70 | 0800 | 0800 |
| Femenino | 11-14 | 44 | 1200 | 1200 |
| | 15-18 | 54 | 1200 | 1200 |
| | 19-22 | 58 | 0800 | 0800 |
| | 23-50 | 58 | 0800 | 0800 |
| | 51 + | 58 | 0800 | 0800 |
| Embarazo | | | 1200 | 1200 |
| Lactancia | | | 1200 | 1200 |

La leche humana tiene una relación Ca/P de 2/1, por lo que el lactante cubre fácilmente sus requerimientos.

En adultos de edad avanzada ó en la mujer menopáusica, puede ser conveniente elevar la ingestión de calcio de 600 a 1000 mg; de éste modo se intenta estimular un balance positivo, ya que en éstos casos es frecuente la osteoporosis.

Durante el último mes del embarazo, el feto acumula 300 mg de calcio por día.

Por otra parte, la leche materna contiene de 200 a 300 mg de calcio.

Para cubrir éstas pérdidas adicionales se recomienda, para la mujer embarazada ó lactante, una ingestión de 1200 mg de calcio y fósforo diarios. (2).

4.2 ABSORCIÓN, METABOLISMO Y ELIMINACIÓN.

Es en el intestino en donde se absorben entre el 30 y el 60 % del calcio y del 60 al 70 % del fósforo presentes en la dieta.

Como puede observarse, la absorción es incompleta, variable, y resulta mayor para el fósforo que para el calcio. Estas variaciones obedecen a varias causas; por un lado, existe un mecanismo de ajuste que permite al organismo absorber una proporción mayor de ambos nutrimentos cuando el aporte de los mismos es bajo, ó una proporción menor cuando el aporte es elevado. (5).

Por otra parte, influyen los siguientes factores: (6).

1.- Forma química del calcio y el fósforo.

Las diferentes sales de calcio comúnmente presentes en la dieta, se absorben igual. En cambio, en el caso del fósforo, los fosfatos orgánicos prácticamente no se absorben.

2.- Edad del sujeto.

La proporción que se absorbe durante el crecimiento, sobre todo de calcio, es alta, esto es, hasta del 75 %. Pero en el adulto, a mayor edad, la absorción es cada vez menor y se pierde el mecanismo de ajuste previamente mencionado.

3.- Sexo del sujeto.

El hombre absorbe más calcio que la mujer.

4.- Exposición al sol.

El calciferol que se forma por la exposición al sol, así como la vitamina D ingerida en la dieta, favorece la absorción de calcio y fósforo.

5.- Sustancias presentes en la dieta.

Los aminoácidos lisina y arginina, la lactosa y ciertos antibióticos, favorecen la absorción de calcio.

6.- Relación Calcio/Fósforo.

El exceso de fósforo en relación al calcio abate la absorción de éste último.

7.- Otros factores.

Algunos medicamentos antiácidos como el hidróxido de aluminio, inhiben la absorción de calcio y sobre todo de fósforo. La inmovilidad, el estrés, la tiroxina y los corticoides, afectan la absorción de calcio.

Cuadro 3 : Características del metabolismo del Calcio y el Fósforo. (7).

| Elemento en cuestión | Calcio | Fósforo |
|----------------------------------|---|--|
| Lugar de absorción | Duodeno y yeyuno | Duodeno |
| Mecanismo de absorción | Calcio | Fosfatos libres |
| Condiciones óptimas de absorción | <ul style="list-style-type: none"> -Niveles bajos de Ca y P en -Presencia de vitamina D -pH ácido en el intestino -Presencia de lactosa, ácido cítrico y aminoácidos. | <ul style="list-style-type: none"> -Presencia de potasio -pH ácido en el intestino -Contenidos bajos de calcio, fierro, magnesio y berilio. |

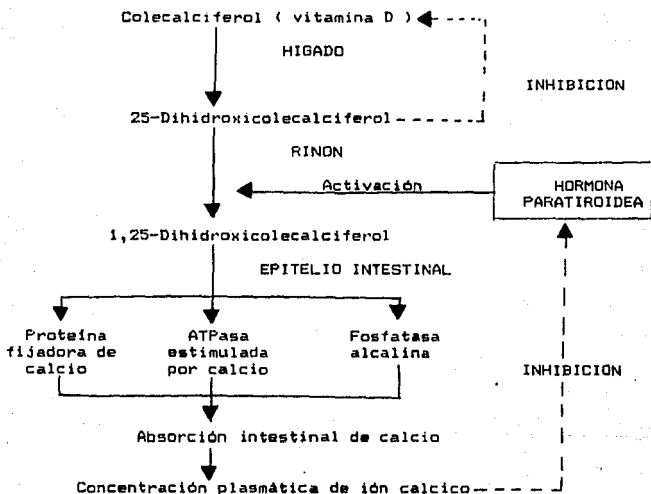
Como se dijo anteriormente, el calcio se absorbe en la parte superior del intestino, en medio ácido y se encuentra en forma de sales solubles en agua.

En el momento en que las sustancias intestinales cambian de pH ácido a neutro ó alcalino, el calcio es precipitado como fosfato dibásico, sales de carbonato, sulfato y oxalato. La absorción de calcio através de las membranas intestinales es controlada por la hormona tiroidea y un metabolito de la vitamina D.

Se cree que el colecalciferol, (vitamina D-3) es hidroxilado en el hígado y los riñones. Este metabolito activado, 1-25 dihidroxicolecalciferol, puede servir como catalizador creándose un enlace calcio-protéico el cual transfiere el calcio como catión através de la pared intestinal. (7).

La vitamina D posee una acción intensa sobre la absorción de calcio a nivel del intestino. Sin embargo, la vitamina D tiene primero que convertirse, por una serie de reacciones que tienen lugar en el hígado y riñón, en 1,25 dihidroxicolecalciferol, que tiene acción sobre el epitelio intestinal estimulando la absorción de calcio.

Figura 1 : Mecanismo de absorción del calcio. (7).



Por otro lado, también provoca la formación de una proteína fijadora de calcio en el citoplasma en las células epiteliales del intestino. La intensidad de la absorción de calcio parece ser directamente proporcional a la cantidad existente de esta proteína fijadora de calcio. Además, esta proteína persiste en las células varias semanas después de que el 1,25 dihidroxicolecalciferol se ha suprimido del cuerpo, provocando así una absorción prolongada de calcio.

Es sabido que la absorción de fosfato es muy fácil salvo cuando la alimentación contiene mucho calcio; se forman entonces fosfatos de calcio prácticamente insolubles que siguen por el intestino y se excretan con las heces en lugar de ser absorbidos. En otras palabras, el principal problema de la absorción de calcio y fosfato, es en realidad un problema de absorción de calcio únicamente, ya que si se absorbe uno, se absorbe el otro.

A su vez, la absorción intestinal y el nivel sérico de calcio se ven altamente influenciados por el fosfato.

Una ingestión baja de fósforo en la dieta, disminuye la cantidad de calcio que pudiera absorberse.

Casi todo el fosfato ingerido se absorbe del intestino a la sangre, siendo una substancia de umbral, es decir, cuando su concentración de plasma se encuentra por debajo de un valor de un milimol por litro, no se elimina nada de fosfato por orina.

Por encima de dicha concentración, la eliminación de fosfato es directamente proporcional al aumento de sangre.

Es el riñon el que controla la concentración de fosfato en el líquido extracelular modificando su eliminación en función de la cantidad de fosfato plasmático. (7).

La eliminación de calcio y fósforo se produce através de tres vías principales : la urinaria, la fecal y el sudor.

La excreción urinaria de calcio depende de un mecanismo muy similar al de la eliminación de sodio; cuando la concentración del ión calcio en los líquidos extracelulares es baja, también disminuye mucho la eliminación urinaria, mientras que un aumento de dicha concentración eleva considerablemente la eliminación por la orina.

En cuanto al fosfato, para su eliminación, se combina con el calcio en el intestino y se elimina con las heces. (8).

Orina.- Por ésta vía, el adulto pierde diariamente de 80 a 250 mg de calcio, y de 650 a 1000 mg de fósforo, dependiendo de la ingestión y de la absorción intestinal.

Heces.- El adulto pierde unos 200 mg de calcio, de éstos, 130 mg corresponden al calcio endógeno, y unos 70 mg a calcio de la dieta no absorbido. El contenido fecal de fósforo oscila entre 300 y 600 mg/día.

Sudor.- Según el volumen de sudor que se produzca puede haber una eliminación tan baja de calcio y fósforo como 20 mg ó llegar a 1000 mg diarios. (2).

4.3 PATOLOGIA CAUSADA POR LA DEFICIENCIA DE ESTOS ELEMENTOS EN EL ORGANISMO, ASI COMO AQUELLA CAUSADA POR EL EXCESO.

Las deficiencias de calcio y fósforo ocurren difícilmente. La de fósforo es muy remota gracias a la abundancia de éste nutrimento en la dieta, pero puede darse en personas sujetas a tratamientos prolongados con antiácidos y se manifiesta por debilidad, pérdida de apetito y dolor óseo. La deficiencia de calcio suele presentarse debido al exceso en la ingestión de fósforo, ó secundariamente, a la deficiencia de vitamina D; la deficiencia llega a ser aparente durante periodos de crecimiento rápido, ó

después de largo tiempo, ya que el compartimiento óseo alcanza para mantener concentraciones plasmáticas adecuadas de calcio durante periodos prolongados. (2).

Las enfermedades que son causadas por la deficiencia de calcio y fósforo son :

- Hipocalcemia,
- Osteoporosis,
- Raquitismo,
- Osteomalacia. (7).

Por supuesto, los excesos de calcio y fósforo son también excepcionales. Los de fósforo ocurren en el hiperparatiroidismo y en la insuficiencia renal.

Los de calcio se dan en personas hipersensibles a la vitamina D ó en quienes reciben cantidades exageradas superiores a 2500 mg diarios de calcio; éste sería el caso de individuos con úlcera péptica tratados con dietas lácteas y carbonato de calcio.

No debe olvidarse el peligro que reviste en éste sentido el exceso de vitamina D favorecido por la automedicación y la utilización de esquemas de atención infantil importados de países nórdicos, ya que la mayor parte de nuestra población está suficientemente expuesta al sol y requiere poca vitamina D.

El exceso de calcio, cuando llega a ocurrir, se traduce en daño renal grave y en calcificación de tejidos blandos, sobreviniendo la hipercalcemia. (8).

5 CONTROL DE CALIDAD DE MATERIAS PRIMAS Y PRODUCTO TERMINADO

5.1 IMPORTANCIA DEL CONTROL DE CALIDAD.

Por definición, "calidad" es la suma de todas las características que determinan la aceptación de un producto en relación al objetivo de la especificación, diseño, y a lo esperado por el consumidor.

Esta característica, sea cual fuere el producto de que se trate, ha adquirido una mayor importancia en nuestros días, y se ha colocado como el factor más significativo en las decisiones del cliente, sea éste una ama de casa ó una gran corporación industrial.

Dentro del concepto de calidad a nivel práctico, existen diferentes conceptos del mismo.

1.- Calidad en el mercado.

Es el grado al cual un producto específico satisface los requerimientos de un consumidor específico.

2.- Calidad de diseño.

Es el grado al cual un producto posee satisfacción potencial para todo consumidor.

3.- Calidad de desempeño.

Es la propiedad del producto de mantenerse dentro de las especificaciones que previamente hayan sido establecidas. (1).

De todo lo anterior puede deducirse la importancia del "Control de Calidad" que exista dentro de una empresa. (1).

El control de calidad puede explicarse como un sistema de inspección, análisis y acción aplicado a un proceso de fabricación, de manera que inspeccionando una pequeña porción del producto en cuestión, pueda efectuarse un análisis de su calidad y formar un criterio del estado general del producto, a fin de poder determinar qué acción ó corrección hay que efectuar en la operación de manufactura, con el fin de lograr y mantener el nivel de calidad deseado.

En su más amplia aplicación el control de calidad es un dispositivo empleado para reducir al mínimo los elementos descartados, a fin de que toda la producción esté dentro de los límites de calidad prescritos. (2).

Dentro del concepto "control de calidad en la manufactura", existen tres subetapas que son:

1.- Inspección de materias primas.

De el estado de las materias primas depende en gran parte que el producto terminado cumpla con las especificaciones establecidas. Las materias primas seleccionadas para el proceso de fabricación se examinan en relación con su contribución a la calidad del producto, y dicho proceso debe ajustarse a los resultados del análisis de materias primas.

Es recomendable tener más de un proveedor de cada materia prima para evitar pérdidas por paro de producción por falta de materiales.

2.- Inspección de variables y parámetros del proceso de producción.

Reconocer los puntos críticos en los cuales pueden surgir problemas que se reflejen en la calidad del producto terminado y evitar pérdidas por necesidad de re-procesar el producto.

3.- Inspección del producto terminado.

Verificar mediante el análisis de una parte de la producción total que el lote cumpla con los estándares de calidad ofrecidos con el fin de dar satisfacción al consumidor y evitar pérdidas por rechazos. (3).

Las funciones generales del Departamento de Control de Calidad dentro de una empresa son las siguientes:

1.- Establecimiento de Normas de Calidad.

Esto es, establecer especificaciones de acuerdo con las características del producto en comparación con normas reconocidas a nivel oficial. A partir de estos criterios de especificación se tomarán las decisiones de aceptación ó rechazo.

Las normas de calidad deben darse por escrito con especificaciones técnicas detalladas y deben ser establecidas en conjunto con el Departamento de Producción y con el Departamento de Ventas, ya que son ellos quienes conocen la capacidad de la planta como las necesidades del cliente, respectivamente.

2.- Desarrollo de técnicas de inspección.

Los niveles de calidad y las variables de producción deben ser medidas de algún modo. Por lo tanto, es obligación del Departamento de Control de Calidad desarrollar un método de medición de cada atributo de calidad y variables de producción dando la importancia a cada paso de fabricación desde la recepción de materia prima hasta llegar al producto terminado.

Estas pruebas pueden ser desarrolladas en conjunto con el personal del Departamento de Investigación y Desarrollo ó pueden tomarse estándares oficiales.

Del mismo modo, el Departamento de Control de Calidad es responsable de investigar las metodologías de análisis que serán aplicadas para el examen de los productos así como del buen estado del material y equipo que sea empleado para éste fin.

3.- Desarrollo de métodos de muestreo.

Desde el momento que es prácticamente imposible inspeccionar el 100 % de la producción, el Departamento de Control de Calidad debe establecer métodos eficientes para el manejo de muestras y para determinar el número de unidades y frecuencia de muestreo para que la calidad sea evaluada con mayor veracidad al mínimo costo.

4.- Interpretación y manejo de resultados.

El Departamento de Control de Calidad es responsable de diseñar tablas de reportes de tal manera que los resultados puedan ser archivados fácilmente y estén disponibles para quien los requiera. Existen tabuladores de control de calidad para facilitar el manejo de la información y para que cualquier alteración de calidad sea localizada de una manera eficiente. Los registros de calidad ayudan a conocer las tendencias de la calidad que pueden motivar medidas de corrección.

5.- Detección y eliminación de problemas.

Cuando se presenta una situación anormal, el personal del Departamento de Control de Calidad debe vigilar que dicha situación sea corregida inmediatamente.

6.- Contacto con los consumidores.

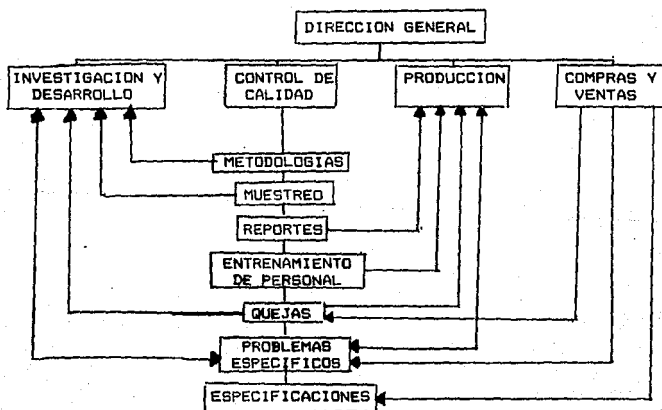
El representante del Departamento de Control de Calidad debe conservar un contacto íntimo con el personal del Departamento de Ventas para conocer los problemas relativos a la calidad, de acuerdo con las operaciones de inspección del consumidor, además de estudiar y hacer una interpretación de los estándares, las especificaciones, las demandas de calidad y los planes de inspección de la parte compradora.

7.- Entrenamiento de Personal.

El Departamento de Control de Calidad debe dar instrucciones al personal de línea que deberá seguir los procedimientos establecidos. Por otro lado, se debe promover la mentalidad de calidad entre todo el personal.(4).

El Departamento de Control de Calidad, para cumplir todas sus funciones debe mantener relaciones con el resto del personal de la empresa. Dichas relaciones se muestran en el siguiente organigrama.(5).

Figura 1 Funciones del Departamento de Control de Calidad y su relación con otros departamentos.



5.2 METODOLOGIAS DE ANALISIS.

La aplicación de control de calidad en la manufactura de ortofosfatos de calcio implica una serie de análisis químicos que se efectúan tanto a materias primas como a producto terminado. Las determinaciones y las metodologías de análisis que se llevan a cabo se muestran en la página siguiente en la tabla 1 y serán detalladas en ésta sección.

Clave de la tabla :

- A = Acido Fosfórico
- B = Hidróxido de Calcio
- C = Fosfato Monocálcico
- D = Fosfato Dicálcico
- E = Fosfato Tricálcico

Los resultados de los análisis químicos efectuados se reportarán en el capítulo seis y serán analizados y discutidos en el capítulo siete.

Tabla 1

| ANALISIS | ANALISIS DE MATERIALES | | | | |
|-----------------------------|------------------------|---|--------------------|---|---|
| | MATERIAS PRIMAS | | PRODUCTO TERMINADO | | |
| | A | B | D | E | F |
| APARIENCIA | x | x | x | x | x |
| PUREZA | x | x | x | x | x |
| DENSIDAD | x | | | | |
| pH | | | x | x | x |
| HUMEDAD | | x | x | x | x |
| PERDIDAS POR CALCINACION | | | x | x | x |
| SOLUBILIDAD EN AGUA | | | x | x | x |
| SOLUBILIDAD EN HCl | | x | x | x | x |
| PRESENCIA DE CARBONATOS | | x | x | x | x |
| VALOR DE NEUTRALIZACION | | | x | x | |
| OXIDO DE CALCIO | | x | x | x | x |
| FOSFORO | x | | x | x | x |
| PENTOXIDO DE FOSFORO | x | | x | x | x |
| ARSENICO | x | x | x | x | x |
| METALES PESADOS | x | x | x | x | x |

MATERIAL UTILIZADO EN LOS SIGUIENTES ANALISIS QUIMICOS

A) CRISTALERIA

Vasos de Precipitado de diferentes capacidades
Frascos Goteros
Bureta
Matraces Erlenmeyer de diferentes capacidades
Agitadores
Pipetas
Matraces Volumétricos de diferentes capacidades
Tubos de Ensayo
Gradilla
Papel Filtro
Embudo Gooch
Picnómetro
Termómetro
Picnómetro
Desecador
Crisol

B) EQUIPO

Balanza Analítica
Balanza Granataria
Agitador Mecánico con parrilla de calentamiento
Bomba de vacío
Potenciómetro
Estufa
Mufa
Desecador
Campana de extracción
Potenciómetro

5.2.1 DETERMINACION DE APARIENCIA.

Principio.

La apariencia de un producto es decisiva para su aceptación ó rechazo por el consumidor.

Las características que determinan la apariencia son principalmente: color, olor, sabor, textura, homogeneidad y tamaño de partícula.

En el caso de deficiencias en las características antes mencionadas, esto puede indicar presencia de humedad, reacción incompleta entre materias primas ó presencia de algún contaminante.

Metodología.

Las determinaciones son físicas, visuales, debiendo cumplir con la especificación correspondiente según el producto de que se trate.

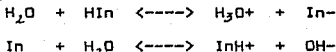
5.2.2 DETERMINACION DE PUREZA DE ACIDO FOSFORICO.

Principio.

Esta determinación se realiza mediante una titulación volumétrica, la cual está basada en la medición del volumen de una solución de un reactivo de concentración conocida, necesario para reaccionar cuantitativamente con la sustancia a analizar. Los métodos volumétricos se pueden clasificar en cuatro categorías según el tipo de reacciones en que se basan; éstas son:

- 1.- Reacciones de precipitación.
- 2.- Reacciones de formación de complejos.
- 3.- Reacciones ácido base ó de neutralización.
- 4.- Reacciones de óxido-reducción.

En una reacción de neutralización como es este caso, se utilizan los indicadores para la determinación del punto final, los cuales se comportan como ácidos ó bases débiles participando en reacciones de equilibrio en las que interviene el ión hidronio. Las modificaciones de color de éstas sustancias están dadas por las reacciones de disociación ó asociación que se representan como sigue:



en donde:

HIn = color en medio ácido.
In- = color en medio básico.
In = color en medio básico.
InH+ = color en medio ácido. (6)

La reacción de neutralización ocurre entre un ácido débil y una base fuerte, lo que indica un intervalo de pH de 8 a 10.5, lo que permite el empleo de azul de timol, timolftaleína, ó fenolftaleína como indicador. (7).

Metodología. (8).

- 1.- Pesar 1.5 g de muestra.
- 2.- Diluir a 120 ml de agua destilada.
- 3.- Agregar 0.5 ml de timolftaleína.
- 4.- Titular con NaOH 1.0 N hasta aparición de color azul.
- 5.- Cada mililitro utilizado de NaOH 1.0 N es equivalente a 49 mg de H_2PO_4 .

5.2.3 DETERMINACION DE PUREZA DE HIDROXIDO DE CALCIO.

Principio.

Esta determinación se realiza mediante una titulación volumétrica, siendo una reacción de formación de un complejo soluble por dos ó más especies, actuando una de ellas como titulante. A éstas titulaciones se les llama complejométricas y las más importantes están basadas en el agente formador de complejos EDTA, que forma quelatos complejos 1:1 estables y solubles en agua, con casi todos los iones metálicos simples que tengan más de una carga positiva. En una determinación de este tipo, la acidez de la solución tiene un papel muy importante, pues el ión metálico compete con el ión hidrógeno por el EDTA.

El punto final de una titulación con EDTA se puede detectar por medio de un indicador metalocrómico que forma complejos metálicos de diferente color al del colorante libre no metalizado.

Estos indicadores actúan en dos etapas :

- 1.- Formación de un complejo con el metal de un color diferente al del indicador original.

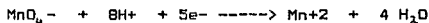
Indicador + Metal <----> Indicador-Metal.
color A color B

3.- Por último, el ácido oxálico liberado se valora con permanganato de potasio.



Una titulación permanganométrica es un método de volumetría por intercambio de electrones basado en la medición del volumen de solución oxidante valorada, necesario para oxidar exactamente la solución reductora problema ó viceversa.

El permanganato es un oxidante muy fuerte y es autoindicador. En la mayor parte de sus aplicaciones se utiliza en disolución ácida dando Mn^{2+} como producto de su reducción.



El punto final corresponde a un color rosa que le imparte a la solución la primera fracción de titulante en exceso. (10).

Metodología. (8).

- 1- Pesar aproximadamente 475 mg de muestra y disolver en 10 ml de HCl al 22.6% , y agregar unas gotas de naranja de metilo (pH 3.2 rosa - 4.4 amarillo).
- 2- Calentar a ebullición durante 5 minutos manteniendo constante el volumen y el pH de la solución mediante la HCl ó agua según sea necesario.
- 3- Agregar dos gotas de rojo de metilo (pH 4.2 rojo - 6.2 amarillo) y 30 ml de oxalato de amonio al 3.5 % .
- 4- Agregar, gota a gota con agitación constante, una mezcla de volúmenes iguales de hidróxido de amonio y agua hasta la desaparición del color rosa.
- 5- Someter a digestión en un baño de vapor por treinta minutos, enfriar a temperatura ambiente, hasta la formación de un precipitado.
- 6- Filtrar el sobrenadante en un embudo Gooch con ayuda de vacío.
- 7- Lavar el precipitado con 30 ml de solución de oxalato de amonio al 3.5% diluido 1:100. ($T < 20^\circ\text{C}$).
- 8- Dejar precipitar y filtrar el sobrenadante.
- 9- Repetir el lavado tres veces más.
- 10- Utilizando la solución de lavado, pasar el precipitado al filtro con dos volúmenes de agua ($T < 20^\circ\text{C}$).
- 11- Añadir al embudo Gooch 100 ml de agua y 50 ml de H_2SO_4 frío, diluido 1:6.
- 12- Agregar por medio de una bureta, 35 ml de permanganato de potasio 1.0 N y agitar hasta desaparición de color.
- 13- Calentar a 70°C y terminar la titulación con permanganato de potasio 0.1 N.
- 14- Cada ml de permanganato de potasio 0.1 N es equivalente a 2.004 mg de Ca. (8).

5.2.5 DETERMINACION DE PUREZA DE FOSFATO DICALCICO.

Principio.

Esta determinación está basada en una titulación volumétrica complejométrica en donde se utiliza sal disódica de EDTA como formador del complejo soluble y azul de hidroxinaftol como indicador.

En este caso se utiliza también trietanolamina como enmascarante. Su función es ocultar los iones metálicos Fe^{+3} y Mn^{+3} para impedir que éstos tomen parte en el equilibrio químico con el reactivo complejométrico y el indicador formando un complejo muy estable en las condiciones del medio en donde se hará la titulación de otros iones no enmascarados. (9).

Metodología. (8).

- 1.- Pesar aproximadamente 200 mg de muestra y transferirlos a un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
- 2.- Disolver la muestra con una solución de 5 ml de HCl concentrado en tres ml de agua, con ayuda de calor y agitación.
- 3.- Con agitación constante, agregar en el siguiente orden: 0.5 ml de trietanolamina, 300 mg de azul de hidroxinaftol y 23 ml de sal disódica de EDTA, éste último, con ayuda de una bureta.
- 4.- Agregar solución de NaOH al 45% hasta aparición de color azul claro, y continuar agregando gota a gota hasta aparición de color violeta . Agregar un excedente de 0.5 ml. El pH debe estar entre 12.3 y 12.5.
- 5.- Continuar la titulación gota a gota con la sal disódica de EDTA 0.05 M hasta que la aparición de color azul claro persista por más de 60 segundos.
- 6.- Cada ml de sal disódica de EDTA 0.05 ml utilizado equivale a 2.004 mg de calcio.

5.2.6 DETERMINACION DE PUREZA DE FOSFATO TRICALCICO.

Principio.

Esta determinación está basada en una titulación complejométrica en donde se utiliza sal disódica de EDTA como formador de complejo soluble, azul de hidroxinaftol como indicador, (9), y trietanolamina como enmascarante. (10).

Metodología. (8).

- 1.- Utilizar la misma metodología que en 5.2.6 con 150 mg de muestra.
- 2.- Cada ml utilizado de sal disódica de EDTA 0.05 M es equivalente a 2.004 mg de calcio.

5.2.7 DETERMINACION DE DENSIDAD.

Principio.

Por densidad se entiende la propiedad que relaciona la masa y el volumen, y se define como masa por unidad de volumen.

$$d = m / v$$

en donde :

$$\begin{aligned}d &= \text{densidad} \\m &= \text{masa} \\v &= \text{volumen.}\end{aligned}$$

Tanto la masa como el volumen son propiedades extensivas, es decir, su valor depende de variables tales como la temperatura y la presión, pero no de la cantidad de la muestra. (11).

Para la determinación de la densidad del ácido fosfórico, se sugiere el método del picnómetro.

Metodología. (10).

- 1.- Lavar el picnómetro.
- 2.- Secarlo con un poco de acetona.
- 3.- Ponerlo a peso constante.
- 4.- Llenar el picnómetro con la muestra hasta el aforo y colocar el tapón. El líquido debe de subir por el tapón hasta el borde del orificio. Quitar el excedente cuidadosamente con papel facial. No debe escurrir muestra fuera de la zona esmerilada.
- 5.- Pesarse el picnómetro con la muestra.
- 6.- Obtener el peso de la muestra por diferencia de pesos.
- 7.- Cálculos :

$$d = m / v$$

5.2.8 DETERMINACION DE pH.

Principio.

Las concentraciones de H_3O^+ y OH^- que se encuentran en soluciones acuosas pueden variar en un rango extremo. Dichas concentraciones pueden ser cuantificadas por medio de la notación "pH" introducida por Sorensen en 1909, de tal modo que pH de una disolución es el valor de acidez ó alcalinidad y es expresado por el logaritmo decimal de la inversa de la concentración de iones H^+ en moles / litro.

Por definición :

$$pH = \log 1 / [H^+] = -\log [H^+]$$

ó

$$[H^+] = 10^{-pH}$$

en consecuencia, si la $[H^+]$ de una disolución se expresa como una simple potencia de 10, el pH de la misma es igual al exponente cambiado de signo.

Cuanto más pequeño es el pH, mayor es la acidez. (12).

$$pOH = \log 1 / [OH^-]$$

y

$$pH + pOH = 14.00 \text{ (25 } ^\circ\text{C)}$$

Esta determinación se lleva a cabo mediante el uso del potenciómetro, que actúa mediante un electrodo de calomel, que al momento de sumergirlo en una disolución, se genera una pequeña diferencia de potencial. El valor de ésta depende del pH de la disolución. Cuanto mayor sea el pH, mayor es la diferencia de potencial, y mayor es el voltaje creado, es decir, el electrodo actúa como un generador cuyo rendimiento depende del pH en la disolución. (12).

Metodología. (13).

- 1.- Preparación de la muestra :
 - Pesar un gramo de muestra.
 - Agregar 100 ml de agua destilada.
 - Homogenizar la suspensión resultante del fosfato de calcio en estudio.
 - Obtener el valor de pH como se indica a continuación.
- 2.- Lavar el electrodo con agua destilada y secarlo con papel facial.
- 3.- Ajustar la temperatura de acuerdo a la temperatura ambiente.
- 4.- Ajustar el aparato a pH = 7 con un buffer.

- 5.- Lavar nuevamente el electrodo con agua destilada, una vez que se ha ajustado el aparato, y secarlo con papel facial.
- 6.- Rectificar la calibración del potenciómetro con buffer pH 4.
- 7.- En un vaso de precipitados colocar la muestra preparada en el primer paso e introducir el electrodo. Tomar la lectura.
- 8.- Lavar perfectamente el electrodo y dejarlo sumergido en agua destilada.

5.2.9 DETERMINACION DE HUMEDAD.

Principio.

Esta determinación es utilizada para determinar la cantidad de material volátil que es expulsado de una muestra bajo ciertas condiciones de temperatura. Ya que el material volátil puede incluir otras sustancias además de humedad de adsorción, éste análisis ha sido diseñado para muestras en las cuales la pérdida por secado no puede ser definitivamente atribuible sólo a humedad.(14).

Metodología.(17).

- 1.- Secar en una estufa un crisol a $T = 100$ a 105 °C por espacio de una hora (hasta peso constante) y enfriarlo en un desecador durante 15 minutos.
- 2.- Pesarlo y añadir de 1 a 2 g de muestra.
- 3.- Colocar el crisol con la muestra en la estufa a $100 - 105$ °C por un mínimo de dos horas, enfriar en un desecador por 15 minutos y pesar.
- 4.- Cálculos :

$$\frac{(A - B)}{C} * 100 = D$$

en donde :

- A = Peso de la muestra húmeda + crisol
- B = Peso de la muestra seca + crisol
- C = Peso de la muestra
- D = % de pérdidas en el secado.

5.2.10 DETERMINACION DE PERDIDAS POR CALCINACION.

Principio .

Según la naturaleza de la muestra, ésta puede requerir temperaturas hasta de 1200 °C pero por lo común basta con 800 a 900 °C .

El objeto de la calcinación de una muestra es mantenerla libre de agua ó de cualquier otro líquido y en una forma química estable y de composición definida. (15).

Metodología. (16).

- 1.- Secar en la estufa un crisol de porcelana de 100 a 105 °C por espacio de una hora (hasta peso constante) y enfriarlo en un desecador durante 15 minutos.
- 2.- Pesar exactamente y añadir 1 g de muestra.
- 3.- Colocar el crisol con la muestra en la mufla a 800 - 825 °C durante 30 minutos , enfriar en un desecador y pesar con exactitud.
- 4.- Cálculos :

$$\frac{(A - B)}{C} * 100 = D$$

C

en donde :

- A = Peso de la muestra + crisol
- B = Peso de la muestra calcinada + crisol
- C = Peso de la muestra
- D = % pérdidas por calcinación.

5.2.11 DETERMINACION DE SOLUBILIDAD EN AGUA.

Principio.

Cuando un sólido se pone en contacto con un líquido en el cual es soluble, las moléculas ó los iones del sólido comienzan a pasar al disolvente, dando lugar a una disolución.

Si se utiliza un exceso de sólido (a temperatura constante) una vez alcanzado el equilibrio, no volverá a producirse ningún cambio neto en la cantidad de fase sólida en contacto con la disolución; se dice entonces que la disolución está saturada, es decir, que contiene la cantidad de soluto que corresponde al equilibrio a la temperatura dada.

Las solubilidades de las diferentes sustancias varían dentro de amplios límites. La mayor parte de los sólidos son más solubles a temperaturas elevadas.

En el caso de los fosfatos de calcio, según las reglas de solubilidad, son insolubles excepto los de metales alcalinos. Las sales insolubles de éstos aniones son solubles en ácidos. (15).

Metodología. (15).

- 1.- Pesar aproximadamente 9.5 g de muestra y transferirlos a un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
- 2.- Agregar 100 ml de agua destilada y llevar a una temperatura de 60 a 70 °C.
- 3.- Agitar y filtrar sobre papel filtro previamente pesado.
- 4.- Secar a 105 °C durante 15 minutos.
- 5.- Reportar en por ciento por diferencia de pesos.

5.2.12 DETERMINACION DE SOLUBILIDAD EN ACIDO CLORHIDRICO.

Principio.

Respecto a la solvatación en medio ácido, los fosfatos de calcio son altamente solubles, sobre todo en HCl y en HNO₃ (8).

Metodología . (16).

- 1.- Pesar aproximadamente 5 g de muestra y transferirlos a un matraz Erlenmeyer de 250 ml que contenga 50 ml de HCl diluido al 80% .
- 2.- Calentar hasta disolución total de la muestra y diluir a 100 ml.
- 3.- Si persiste un residuo insoluble, filtrar y lavar con agua caliente.
- 4.- Secar el residuo a 105 °C durante una hora.
- 5.- Reportar en por ciento por diferencia de pesos.

5.2.13 DETERMINACION DE PRESENCIA DE CARBONATOS.

Principio.

Los carbonatos y bicarbonatos dan efervescencia en medio ácido, produciendo un gas i coloro, que forma un precipitado blanco en presencia de hidróxido de calcio.

Las soluciones frías con carbonatos solubles dan coloración roja con fenolftaleína mientras que las que contienen bicarbonatos no sufren ningún cambio. (8).

En este caso, sólo nos basaremos en la presencia de efervescencia.

Metodología. (B).

- 1.- Mezclar 1 g de muestra con 5 ml de agua.
- 2.- Agregar 2 ml de HCl concentrado.
- 3.- En presencia de carbonatos, hay efervescencia.

5.2.14 DETERMINACION DE VALOR DE NEUTRALIZACION.

Principio.

El valor de neutralización puede definirse como las partes de bicarbonato de sodio equivalentes a 100 partes de ácido fosfórico.(18).

Metodología. (B)

- 1.- Pesar 0.84 g de muestra en un vaso de precipitados.
- 2.- Añadir 24 ml de agua fría y agitar.
- 3.- Añadir 90 ml de NaOH 0.1 N
- 4.- Llevar a punto de ebullición en dos minutos y hervir un minuto.
- 5.- Agregar una gota de fenolftaleína a la solución que deberá estar hirviendo, quitar de la parrilla y titular regresivamente con HCl 0.2 N hasta desaparición del color.
- 6.- Hervir un minuto y continuar la titulación con HCl 0.2 N hasta desaparición del color rosa.
- 7.- Cálculos :

$$90 - [\text{ ml gastados HCl } 0.2 \text{ N} * 2] = \text{ valor de neutralización}$$

5.2.15 DETERMINACION DE OXIDO DE CALCIO.

Principio.

Esta determinación está basada en la formación y cuantificación de un precipitado insoluble de oxalato de calcio.(7).

Metodología. (B).

- 1- Pesar la cantidad de muestra apropiada para cada caso.
 - + Fosfato Monocálcico..... 1.0 g
 - + Fosfato Dicálcico 0.8 g

- 2- Se disuelve en HCl diluido al 50 % , se coloca en un vaso de precipitados de 400 ml, y se diluye a 200 ml con agua destilada.
- 3- Agregar 5 ml de HCl concentrado y 10 gotas de azul de bromofenol.
- 4- Añadir 50 ml de solución de oxalato de amonio al 10 % tibia.
- 5- Agregar solución de hidróxido de amonio 1:1 hasta que vire a verde claro agregando ésta gota a gota sin dejar de agitar, y manteniendo una temperatura de 70 - 80 °C.
- 6- Se deja reposar una hora a 70 °C ó tres horas a temperatura ambiente.
- 7- El papel filtro con el precipitado se coloca dentro de un crisol de porcelana previamente puesto a peso constante y se calienta en una estufa a 105 °C hasta que haya desaparecido el agua.
- 8- Posteriormente el crisol se coloca en una mufla a 800 °C por espacio de una hora.
- 9- Se saca de la mufla , se coloca en un desecador, se deja enfriar y se pesa.
La diferencia entre el peso del crisol con el material calcinado y el crisol tarado, dá los gramos de CaO obtenidos.
- 10- Cálculos :

$$\% \text{ CaO} = \text{g de precipitado} * 100 / \text{g de muestra}$$

Nota : Para obtener resultados más precisos, es recomendable una reprecipitación.

5.2.16 DETERMINACION DE FOSFORO.

Principio.

Esta determinación está basada en la reacción de Misson. La muestra de ortofosfato, en este caso, es tratada con metamolibdovanadato de amonio, el cual es un agente ácido, resultando la formación de un complejo amarillo-naranjado, de ácido vanadimolibdofosfórico, (H_2PO_4 , VO_3 , $11\text{MoO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), cuya concentración puede ser determinada espectrofotométricamente de 420 a 480 nm.

El análisis espectrofotométrico consiste en la determinación del tono e intensidad de una solución coloreada. Este método fue utilizado inicialmente para conocer la concentración de soluciones coloreadas tales como las de permanganato ó dicromato potásico. Durante muchos años se han estudiado y perfeccionado reactivos que forman, con muchos metales, compuestos intensamente coloreados. Sobre ésta base se han desarrollado métodos analíticos muy sensibles y selectivos que permiten la detección de trazas de metales, en solución, a concentraciones tan bajas como 1 ppm ó aún menores. (15).

Metodología. (8).

- 1- Pesar un gramo de muestra.
- 2- Agregar de 15 a 20 ml de HNO_3 concentrado y agua hasta un volumen de 30 ml en un vaso de precipitados de 150 ml.
- 3- Calentar a ebullición.
- 4- Diluir y aforar a 500 ml.
- 5- Tomar una alícuota de 25 ml y transferirla a un matraz volumétrico de 100 ml, y diluir hasta la marca.
- 6- De la solución anterior, tomar una alícuota de 5 ml y transferirla a un matraz aforado de 100 ml.
- 7- Agregar 45 ml de agua destilada y 20 ml de solución de molibdovanadato de amonio, (ver # 1 del apéndice), aforar a 100 ml y agitar.
- 8- Dejar reposar durante 10 minutos.
- 9- Leer en el espectrofotómetro a 420 nm.
- 10- Cálculos.

$$\% \text{ Fósforo} = \frac{\text{mg } \text{P}_2\text{O}_5 \text{ curva estandard} * 43.64}{\text{g muestra}}$$

Curva de calibración.

- 1.- Preparación de la solución 1 ml = 5 mg P_2O_5 .
Pesar 9.5876 g de fosfato dipotásico previamente secado a temperatura de 105 C por espacio de dos horas, disolverlos y diluir hasta la marca en un matraz de aforación de 1 litro.
- 2.- Preparación de la solución 1 ml = 1 mg P_2O_5 .
Tomar 200 ml de la solución 1 ml = 5 mg P_2O_5 y diluir a un litro en un matraz aforado.

De la solución 1 ml = 1 mg P_2O_5 tomar las siguientes alícuotas y desarrollar el color de la forma que sigue.

Tomar la alícuota indicada en la columna A y transferirla a un matraz aforado de 100 ml. Diluir y aforar hasta la marca; De ésta solución, tomar una alícuota de 5 ml, agregar 45 ml de agua destilada, 20 ml de molibdovanadato de amonio y diluir hasta la marca en un matraz aforado de 100 ml.
Dejar reposar 10 minutos.

Posteriormente, leer en el espectrofotómetro a 400 nm.

Proceder en ésta forma con todas las alícuotas de la columna A.

| ALICUOTA | | mg P ₂ O ₅ |
|-----------|-----------------------------------|----------------------------------|
| COLUMNA A | -----> DESARROLLO DE COLOR -----> | COLUMNA B |
| 6/100 ml | | 0.3 mg |
| 8/100 ml | | 0.4 mg |
| 10/100 ml | | 0.5 mg |
| 12/100 ml | | 0.6 mg |
| 14/100 ml | | 0.7 mg |
| 16/100 ml | | 0.8 mg |
| 18/100 ml | | 0.9 mg |
| 20/100 ml | | 1.0 mg |
| 22/100 ml | | 1.1 mg |
| 24/100 ml | | 1.2 mg |
| 26/100 ml | | 1.3 mg |
| 28/100 ml | | 1.4 mg |
| 30/100 ml | | 1.5 mg |
| 32/100 ml | | 1.6 mg |
| 34/100 ml | | 1.7 mg |
| 36/100 ml | | 1.8 mg |

Preparación del blanco.

Con la solución de 0.3 mg de P₂O₅ se ajusta el espectrofotómetro a 100 % T a 420 nm.

Esta solución debe ser preparada cada semana.

5.2.17 DETERMINACION DE PENTOXIDO DE FOSFORO.

Principio. (8).

Para obtener el porcentaje presente de P₂O₅ en una muestra, es necesario conocer el % de fósforo en la misma. Una vez conocido este dato, se multiplica por el factor 2.29, el cual se obtiene de la siguiente manera :

$$\text{Factor} = \frac{\text{Peso molecular del fósforo}}{\text{Peso molecular de pentóxido de fósforo}}$$

$$\% P * 2.29 = \% P_2O_5$$

en donde :

$$P = \text{fósforo presente en muestra}$$

$$P_2O_5 = \text{pentóxido de fósforo presente en muestra}$$

5.2.18 DETERMINACION DE ARSENICO.

Principio.

El arsénico inorgánico se reduce a arsina, (As_2H_3), por la acción del zinc en solución ácida. La arsina luego pasa através de un depurador que contenga algodón impregnado con una solución de acetato de plomo y por último llega a la trampa en donde se encuentra como absorbente una solución de dietil-ditio carbamato de plata disuelto en piridina. El arsénico reacciona con la sal de plata, formando un complejo rojo, soluble, que es adecuado para medirlo espectrofotométricamente con una concentración mínima detectable de 1 microgramo de arsénico.

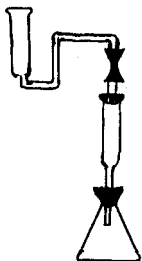
En la determinación pueden interferir metales como : Ag, Cr, Co, Cu, Hg, Mb, Ni y Pt, pues intervienen en la generación de arsina.

Las sales de antimonio en la muestra forman la estibina que puede interferir con el desarrollo de color al producir una tonalidad rojiza. (19).

Metodología. (8).

- 1- Pesar 5 g de muestra, diluir con agua destilada, y aforar a 100 ml y transferirla a un matraz Erlenmeyer de 200 ml. Este último recibe el nombre de matraz generador.
- 2- Agregar agua destilada hasta un volumen de 40 ml.
- 3- Agregar 5 ml de HCl concentrado.
- 4- Agregar 2 ml de solución de KI al 15 % . (ver # 2 del apéndice).
- 5- Añadir 8 gotas de solución de $SnCl / HCl$, (ver # 3 del apéndice, .
- 6- Dejar reposar 30 minutos.
- 7- Preparación del tubo de absorción :
Colocar en el interior del tubo un trozo de algodón de tal forma que no quede muy compacto y humedecer ligeramente con solución de acetato de plomo al 10 % , de tal forma que no escurra dicha solución al matraz generador.
- 8- Preparación de la trampa :
Colocar en la trampa perlas de ebullición que ocupen la cuarta parte del volumen total y añadir 4 ml de solución de dietil-ditio carbamato de plata, (ver # 4 del apéndice).
- 9- Ensamblar el aparato excepto el matraz generador, (ver el esquema en el paso 10).
- 10- Después de 30 minutos de reposo, agregar al matraz generador 4 gr de zinc, conectar inmediatamente al resto del aparato, y dejar reaccionar por espacio de 30 minutos. El aparato totalmente ensamblado debe quedar como se demuestra en la figura 5.1

Figura 2 Aparato generador de arsina utilizado en la determinación de arsénico.



- 11- Preparar un blanco con agua destilada siguiendo todo el procedimiento anterior para ajustar el espectrofotómetro a 100 % de transmitancia.
- 12- Desconectar la trampa y transferir la solución directamente a la celda del espectrofotómetro. Leer absorbancia a 522 nm.
- 13- Determinar la concentración de arsénico presente utilizando la curva de calibración.
- 14- Cálculos.

$$\text{ppm arsénico} = \frac{\text{microgramos de arsénico}}{\text{g de muestra}}$$

Curva de Calibración.

- 1.- Preparación de la solución A : 1 ml = 1 mg de arsénico.
Disolver 1.320 g de As_2O_3 en 10 ml de agua destilada que contenga 4 g de NaOH y aforar a 1000 ml.
- 2.- Preparación de la solución B : 1 ml = 10 g de arsénico.
Tomar 10 ml de la solución A , diluir y aforar a 1000 ml.
- 3.- Desarrollo de color.
De la solución B, tomar alicuotas de 2,4,6,8,10.....hasta 30 ml, y diluir cada una de ellas a 100 ml en un matraz aforado; de éstas soluciones, tomar de cada una alicuotas de 5 ml, y proceder exactamente como en la preparación de la muestra.
- 4.- Ajustar el espectrofotómetro a 100 % T con el blanco.

| ml DE SOLUCION B 1 ml = 10 μ g As | DESARROLLO DE COLOR | CONCENTRACION μ g DE As |
|--|---------------------|--------------------------------|
| Blanco | | 0.00 |
| 2 ml / 100 ml | | 1.00 |
| 4 ml / 100 ml | | 2.00 |
| 6 ml / 100 ml | | 3.00 |
| 8 ml / 100 ml | | 4.00 |
| 10 ml / 100 ml | | 5.00 |
| 12 ml / 100 ml | | 6.00 |
| 14 ml / 100 ml | | 7.00 |
| 16 ml / 100 ml | | 8.00 |
| 18 ml / 100 ml | | 9.00 |
| 20 ml / 100 ml | | 10.00 |
| 22 ml / 100 ml | | 11.00 |
| 24 ml / 100 ml | | 12.00 |
| 26 ml / 100 ml | | 13.00 |
| 28 ml / 100 ml | | 14.00 |
| 30 ml / 100 ml | | 15.00 |

5.2.19 DETERMINACION DE METALES PESADOS.

Principio.

Esta determinación está diseñada para identificar el contenido de las impurezas metálicas más comunes, que pueden estar presentes en los ortofosfatos y que adquieren color al contacto con el ión sulfuro, bajo las condiciones específicas del análisis. Dichas impurezas son : Ag, As, Bi, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb y Sn.

El análisis nos dá a conocer si la muestra problema está contaminada por dichos metales pesados mediante una comparación visual con una solución patrón cuya concentración de de ión plomo es de 20 μ g / 50 ml.

Por el Método I puede determinarse el rango de metales pesados presentes; éste método es utilizado para soluciones que son incoloras antes de la adición del ión sulfuro.

El Método II es utilizado para aquellas sustancias que no den coloración suficiente para el Método I, ó que por su naturaleza compleja interfieran con la precipitación de metales que ocurre con el ión sulfuro. (8).

Metodología. (8).

1.- Preparación de la muestra.

- Fosfato monocálcico y fosfato dicálcico.
Calentar 1.33 g de muestra con 5 ml de HCl al 22.6 % hasta completa disolución. Aforar a 50 ml, agitar y filtrar. Tomar una alícuota de 25 ml del filtrado, y seguir la metodología requerida utilizando como control la solución patrón de 20 μg de plomo. (ver # 5 del apéndice).
- Fosfato tricálcico.
Calentar 1.33 g de muestra con 7 ml de HCl al 22.6 % hasta completa disolución. Aforar a 50 ml, agitar y filtrar. Tomar una alícuota de 25 ml del filtrado, y seguir la Metodología requerida utilizando como control la solución patrón de 20 μg de plomo.

2.- Método I.

- Preparación de la Solución A.
Tomar 2 ml de la solución estándar de plomo en un tubo de comparación de colores de 50 ml, y diluir hasta 25 ml. Ajustar el pH entre 3 y 4 mediante la adición de ácido acético diluido al 6 %, diluir con agua destilada a 40 ml, y agitar.
- Preparación de Solución B.
Tomar una alícuota de 25 ml de la solución preparada según la muestra de que se trate, (FMC, FDC ó FTC), y colocarla en un tubo de comparación de colores de 50 ml semejante al utilizado para la solución A, y ajustar el pH entre 3 y 4, mediante la adición de ácido acético diluido al 6 %, diluir con agua destilada a 40 ml y agitar.
- Preparación de la Solución C.
En un tercer tubo de comparación de colores semejante a los utilizados anteriormente, tomar 25 ml de la solución preparada según la muestra de que se trate, (FMC, FDC ó FTC), y añadir 2 ml de la solución patrón de plomo. Ajustar el pH entre 3 y 4 mediante la adición de ácido acético diluido al 6 %, diluir con agua destilada a 40 ml y agitar.
- A cada tubo agregar 10 ml de ácido sulfhídrico saturado y recién preparado, (ver # 6 del apéndice). Dejar reposar 5 minutos y observar el color desarrollado contra una superficie blanca.
El color de la solución B no debe ser más oscuro que el de la solución A, y la intensidad de la solución C debe ser igual ó mayor que el de la solución A.
Si el color de la solución C es más claro que el de la solución A, significa que existe una interferencia, y la muestra debe someterse al Método II.

3.- Método II.

- Preparación de la Solución A.
Misma preparación del Método I.
- Preparación de la solución B.
Colocar en un crisol la cantidad de muestra apropiada según el caso, (FMC, FDC ó FTC), y añadir suficiente ácido sulfúrico concentrado para mojar la muestra, y cuidadosamente calcinar a baja temperatura hasta incineración total, cubriendo el crisol.

Añadir 2 ml de ácido nítrico concentrado y 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado, calentar cuidadosamente hasta la aparición de vapores blancos y calcinar en una mufla a una temperatura de 500 - 600 °C, hasta la eliminación total del residuo.

Enfriar y añadir 4 ml de HCl 1:2, cubrir y digerir durante dos minutos.

Agregar solución de hidróxido de amonio al 40 % gota a gota hasta alcalinizar, diluir con agua destilada a 25 ml y ajustar el pH entre 3 y 4 mediante la adición de ácido acético diluido al 6 %.

Filtrar en caso necesario, enjuagar el crisol, lavar con 10 ml de agua destilada, transferir la solución a un tubo de comparación de color, diluir con agua destilada a 40 ml y agitar.

A cada tubo agregar 10 ml de sulfuro de hidrógeno recién preparado, dejar reposar durante 5 minutos y observar el color desarrollado contra una superficie blanca. El color de la solución B no debe ser más oscuro que el de la solución A.

6 ESPECIFICACIONES

El Food Chemicals Codex (FCC), está formado por diversas asociaciones norteamericanas especializadas en estudios de nutrición, tecnología de alimentos, aditivos utilizados en la industria alimentaria, etc.

El FCC ha sido durante alrededor de veinte años una fuente indispensable de información en cuanto se refiere a la pureza y calidad de sustancias utilizadas en la industria de alimentos contando con un total reconocimiento y aprobación por parte de la FDA.

La revisión de éste documento ha sido continua de acuerdo a la evolución de la tecnología de alimentos en atención a los requerimientos tanto de los fabricantes de materia prima como de alimentos procesados.

Del mismo modo. en nuestro país, el FCC es utilizado por varios fabricantes tomándolo como base para el control de calidad de sus materiales.

Para la elaboración de especificaciones comerciales de los ortofosfatos de calcio, se han tomado en cuenta la calidad de las materias primas disponibles en nuestro país, así como las necesidades de los consumidores, tratando de apegarse lo más posible a lo establecido por el FCC.

En las páginas siguientes aparecen las tablas comparativas en donde se detallan las especificaciones FCC , en la columna identificada como "A" las especificaciones comerciales y en la columna "B" los resultados de los análisis practicados a muestras comerciales disponibles en el mercado nacional. Para cada caso se tomaron tres muestras representativas de diferentes lotes y se reporta el resultado de la media obtenida.

Los análisis fueron realizados en el Laboratorio de Control de Calidad de Cosmoceel. S.A. de C.V.

6.1 MATERIAS PRIMAS

A ACIDO FOSFORICO

| ANALISIS | ESPECIFICACIONES | | |
|--|---------------------|---------------------|---------------------|
| | FCC | A | B |
| APARIENCIA | liquido incoloro | liquido incoloro | liquido incoloro |
| PUREZA (%) | 85 | 85 | 85.77 |
| DENSIDAD | | 1.68 | 1.68 |
| FOSFORO | | 26.88 | 26.36 |
| P ₂ O ₅ (%) | | 61.56 | 60.85 |
| As ₂ O ₃ (ppm) | 3 max | 3 max | 0.82 |
| METALES PESADOS (ppm) | 10 max | 10 max | trazas |
| COLOR (420 nm) | | 92 min | 91.87 |

B HIDROXIDO DE CALCIO

| ANALISIS | ESPECIFICACIONES | | |
|--|------------------|-----------------|-----------------|
| | FCC | A | B |
| APARIENCIA | polvo blanco | polvo blanco | polvo blanco |
| PUREZA (%) | 95 min | 92 | 91.15 |
| As ₂ O ₃ (ppm) | 3 max | | 1.15 |
| METALES PESADOS (%) | 0.004 max | | trazas |
| CARBONATOS % | ausentes | 3.25 | presentes |
| OXIDO DE CALCIO (%) | | 69.57 | 67.25 |
| INSOLUBLES EN HCl (%) | 0.5 max | | 0.40 |

6.2 PRODUCTO TERMINADO

C FOSFATO MONOCALCICO

| ANALISIS | ESPECIFICACIONES | | |
|-------------------------------------|------------------|--------------|--------------|
| | FCC | A | B |
| APARIENCIA | polvo blanco | polvo blanco | polvo blanco |
| PUREZA (% Ca) | 16.8-18.3 | 17.5 min | 17.3 |
| FOSFORO (% P) | | 23.0 min | 25.76 |
| P ₂ O ₅ (%) | | 52.7 min | 59.0 |
| CaO (%) | | 24.5 min | 24.25 |
| pH SUSPENSION AL 1 % | | 3.5-4.5 | 4.3 |
| HUMEDAD (%) | | 5 max | 2.8 |
| ARBENICO (ppm) | 3 max | 3 max | 0.76 |
| METALES PESADOS (ppm) | 10 max | 10 max | trazas |
| PERDIDAS POR CALCINACION | 14-15.5 | | 8.84 |
| SOLUBILIDAD EN H ₂ O | moderada | moderada | moderada |
| SOLUBILIDAD EN HCl | soluble | soluble | soluble |
| CARBONATOS | | negativo | presentes |
| VALOR DE NEUTRALIZACION | | 83 | 82.4 |

D FOSFATO DICALCICO

| ANALISIS | ESPECIFICACIONES | | MUESTRA | |
|-------------------------------------|------------------|--------------|--------------|--|
| | FCC | A | B | |
| APARIENCIA | polvo blanco | polvo blanco | polvo blanco | |
| PUREZA (% Ca) | 30-31.7 | 27 min | 27.3 | |
| FOSFORO (% P) | | 22 min | 23.2 | |
| P ₂ O ₅ (%) | | 50 min | 53.12 | |
| CaO (%) | | 38 min | 37.85 | |
| pH SUSPENSION AL 20 % | | 7.7 + 0.2 | 7.88 | |
| HUMEDAD (%) | | 3 max | 1.43 | |
| ARSENICO (ppm) | 3 max | 3 max | 0.97 | |
| METALES PESADOS (ppm) | 10 max | 10 max | trazas | |
| PERDIDAS POR CALCINACION | 7-8.5 | | 8.0 | |
| SOLUBILIDAD EN H ₂ O | insoluble | insoluble | insoluble | |
| SOLUBILIDAD EN HCl | soluble | soluble | soluble | |
| CARBONATOS | | negativo | presentes | |
| VALOR DE NEUTRALIZACION | | 58 | 58 | |

E FOSFATO TRICALCICO

| ANALISIS | ESPECIFICACIONES | | MUESTRA |
|-------------------------------------|------------------|--------------------|-----------|
| | FCC | A | B |
| APARIENCIA | | polvo bco crema | |
| PUREZA (% Ca) | 34-40 | 32 min | 31.73 |
| FOSFORO (% P) | | 17.5 min | 17.9 |
| P ₂ O ₅ (%) | | 40.1 min | 41.0 |
| CaO (%) | | 44.8 min | 43.86 |
| pH SUSPENSION AL 1 % | | 10.5-11.5 | 11.3 |
| HUMEDAD (%) | | 5.0 max | 2.2 |
| ARSENICO (ppm) | 3 max | 3 max | 0.87 |
| METALES PESADOS (ppm) | trazas | 10.0 max | trazas |
| PERDIDAS POR CALCINACION | 10 max | | 6.1 |
| SOLUBILIDAD EN H ₂ O | insoluble | insoluble | insoluble |
| SOLUBILIDAD EN HCl | soluble | soluble | soluble |
| CARBONATOS | | negativo | presentes |

7 ANALISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES

En este capítulo se analizará y establecerá una comparación entre los resultados de los análisis de muestras comerciales nacionales y las especificaciones presentadas en el capítulo anterior. Así mismo, se presentarán las conclusiones derivadas de todo este trabajo.

Es necesario aclarar que las especificaciones de las materias primas fueron tomadas de las hojas de información técnica de los mismos proveedores; sin embargo, en lo que respecta a producto terminado, en nuestro país no existen especificaciones ni Norma Oficial Mexicana para Ortofosfatos de Calcio, por lo que se utilizó como fuente de datos las especificaciones marcadas por la industria de alimentos que consume estos productos para utilizarlos como materias primas para la elaboración de sus propios productos; estas especificaciones por lo general son de empresas transnacionales, en su mayoría estadounidenses.

7.1 ACIDO FOSFORICO.

En este caso se puede observar que el producto satisface las especificaciones en cuanto a su pureza, densidad y carece de contaminantes que pudieran causar daño a la salud tales como arsénico y metales pesados. Sin embargo, en cuanto al contenido de fósforo es frecuente encontrarlo ligeramente por debajo de la especificación, lo que puede llegar a alterar la calidad del producto terminado, sobre todo si va a ser utilizado como fuente de este elemento en productos de complemento nutricional, pero esta deficiencia es tan pequeña, que permite que el producto pueda considerarse aceptable.

7.2 HIDROXIDO DE CALCIO.

Este producto presenta un problema del mismo indole que el anterior, siendo más marcada la deficiencia en cuanto al porcentaje de óxido de calcio. Otro problema radica en la presencia de carbonatos no deseables. Ambos pueden alterar el valor de neutralización del FMC y afectar productos tales como las harinas preparadas para Hot Cakes, en donde se utiliza como materia prima.

7.3 PRODUCTO TERMINADO

Los resultados de los análisis efectuados a producto terminado son un reflejo del estado de las materias primas. Las características más importantes son:

- Contenido de fósforo: En los tres casos de producto terminado cumplen con las especificaciones.
- Contenido de calcio: Se encuentra ligeramente por debajo de especificaciones, pero dadas las condiciones de la materia prima (hidróxido de calcio) disponibles en nuestro país, puede considerarse aceptable.
- Contaminantes : El arsénico y los metales pesados se encuentran por debajo de especificaciones.
- Valor de Neutralización : Se ve afectado, como se mencionó anteriormente, por el bajo contenido de óxido de calcio y es en el FMC en donde más interesa por sus aplicaciones en la industria de alimentos.
- Presencia de Carbonatos : Están presentes y son indeseables.
- pH y Humedad : Dentro de especificaciones.
- Solubilidad : Dentro de especificaciones.
- Pérdidas por calcinación : Dentro de especificaciones.
- Apariencia : Dentro de especificaciones.

7.4 CONCLUSIONES.

- 1.- Se conocieron las características de los ortofosfatos de calcio y sus métodos de fabricación.
- 2.- Se demostró la importancia de los ortofosfatos de calcio como aditivos en la industria de alimentos en sus diferentes especialidades.
- 3.- Al analizar los requerimientos nutricionales y metabolismo del calcio y el fósforo, se comprendió la relevancia de estos dos elementos en la alimentación.
- 4.- Se propuso una política de calidad basada en el principio de " cumplir con los requisitos " involucrando a todos los departamentos que intervengan directa ó indirectamente con el estado final del producto y su aceptación.

Así mismo, se efectuaron los análisis necesarios para la comparación de especificaciones tanto de materia prima como de producto terminado, de donde podemos afirmar, que los ortofosfatos de calcio estudiados, son productos que satisfacen los requerimientos de los consumidores que los utilizan, a su vez, como materia prima para la elaboración de productos alimenticios.

COMENTARIO

La aceptación de un determinado producto por el consumidor depende en gran parte de factores tales como sus propiedades organolépticas, el valor nutritivo y la vida de anaquel.

Todos los alimentos están constituidos por sustancias cuya interacción determina en gran medida muchas de las características y propiedades de cada alimento. En la industria se requiere de la adición de ciertos compuestos químicos ó aditivos que le permitan al tecnólogo tener un mayor control de las variables que intervienen en la producción de alimentos.

Se puede aseverar que en las decisiones concernientes al uso de un aditivo debe ponerse atención a su contribución tecnológica y nutritiva, y tener la completa seguridad de que éste logrará beneficios al alimento al que se incorpore, más no perjudicará al consumidor siendo tóxico ó enmascarando defectos.

En nuestro país, el uso de aditivos irá tomando más importancia dado las necesidades nutricionales y el desarrollo de la tecnología en la industria de alimentos de los últimos tiempos.

8 APENDICE

No.1 Preparación de la Solución de Molibdovanadato de Amonio utilizada en 5.2.16.

- + Disolver 40 g de molibdato de amonio tetrahidratado en 400 ml de agua caliente y enfriar.
- + Disolver 2 g de metavanadato de amonio en 250 ml de agua caliente, enfriar y añadir 450 ml de ácido perclórico al 70 %.
- + Gradualmente, añadir la solución de molibdato de amonio a la solución de metavanadato de amonio, agitando constantemente.
- + Aforar con agua destilada a 2000 ml.

No.2 Preparación de la Solución de Yoduro de Potasio utilizada en 5.2.18.

- + Disolver 15 g de yoduro de potasio en 100 ml de agua destilada. Mantener en la oscuridad.
- + Descartar cuando la solución se vuelva amarilla.

No.3 Preparación de la Solución de Cloruro Estanoso utilizada en 5.2.18.

- + Disolver 40 g de cloruro estanoso di-hidratado y libre de arsénico en HCl concentrado y aforar a 100 ml con HCl concentrado.

No.4 Preparación de la Solución de Dietil-ditio Carbamato de Plata utilizada en 5.2.18.

- + Disolver 0.5 g de dietil-ditio carbamato de plata en piridina cristalina, transferir a un matraz aforado de 100 ml, y diluir hasta la marca con piridina, mezclar y almacenar en botella ámbar.

No.5 Preparación de la Solución Estándar de Plomo utilizada en 5.2.19.

- + Solución de Nitrato de Plomo.
Disolver 159.8 mg de nitrato de plomo Q.P. en 100 ml de agua destilada y aforar a 1000 ml.
Almacenar en frascos de vidrio libres de sales de plomo.
- + Al momento de hacer el análisis, diluir 10 ml de la solución anterior con agua destilada, y aforar a 100 ml. Cada ml de esta solución estándar de plomo contiene el equivalente a 10 μ g de ión plomo.

No 6 Preparación de Acido Sulfhídrico utilizada en 5.2.19.

- + Solución saturada de ácido sulfhídrico preparada haciendo pasar ácido sulfhídrico gaseoso através de agua fría.

Dicho gas es generado por la acción de los ácidos diluidos sobre los sulfuros metálicos. Suele usarse el sulfuro ferroso, que es el más barato de los que reacciona con facilidad según la siguiente reacción.



En el laboratorio se utiliza corrientemente un generador Kipp para producir el gas por este método.

- + Guardar en frascos pequeños color ámbar. Esta solución es útil siempre y cuando tenga el olor típico del ácido sulfhídrico, y que, al añadirle un volumen igual de cloruro férrico al 90 %, produzca un precipitado de azufre.

9 REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

CAPITULO 1

- 1.- Furia, T. HANDBOOK OF FOOD ADDITIVES, 2nd Edition, CRC Press Fla. USA, 1980.
- 2.- G.O. Kermade, FOOD ADDITIVES, Scientific American Books Collection.
- 3.- Garduño, DESARROLLO DE ALIMENTOS, Compañia Editorial Trucco, España, 1980.
- 4.- Ellinger, R.H. PHOSPHATES AS FOOD INGREDIENTS, CRC Press, USA, 1972.

CAPITULO 3

- 1.- Merck & Co. Inc. THE MERCK INDEX, an Encyclopedia of Chemicals, Drugs and Biologicals, 11th Edition, New Jersey, 1989.
- 2.- Comitee on Codex Especifications, FOOD CHEMICALS CODEX, National Academic Press, Washington, D.C. 1981.
- 3.- THE CONDENSED CHEMICAL DICTIONARY, 10th Edition, Van Nostrand Reinhold Company, 1981.
- 4.- Waggman, W.H. PHOSPHORIC ACID AND PHOSPHATES, 2nd. Edition, Van Nostrand Reinhold Company, 1981.
- 5.- Egan, E.P. Jr. and Associates. Thermodynamic Properties of Dicalcium Phosphate, JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING DATA, 9 (40 : 544-545, 1969).
- 6.- Development of Process for Production of Fused FTC. CHEMICAL ENGINEERING REPORT No. 7, Tenesee Valley Authority, 1983.
- 7.- Van Wazer, J.R. PHOSPHORUS AND ITS COMPOUNDS, Vol. 1, Interscience Publishers, Inc. New York, 1966.
- 8.- Ellinger, R.H. PHOSPHATES AS FOOD INGREDIENTS, CRC Press, USA 1972.
- 9.- The Functions of Phosphates in Food Products. FOOD INDUSTRY RELEASE No. 1 Stauffer Chemical Company, New York, 1966.
- 10.- Karison, W.N. U.S. Patent 2,939, 1960.

- 11.- Matz, A. Samuel. Ph.D. CEREAL TECHNOLOGY. Avi Publishing Co. Westport Conn. London, 1970.
- 12.- Kent, N.L. TECNOLOGIA DE LOS CEREALES. Ed. Acribia, Zaragoza, España, 1971.
- 13.- Pyler, E.J. BAKING SCIENCE AND TECHNOLOGY, Vol. 1 Siebel Publishing Company, USA, 1982.
- 14.- Reiman, M.H. Chemical Leavening System . BAKERS DIGEST No. 36, USA August 1989.
- 15.- Conn J.E. Chemical Leavening System in Flour Products, CEREAL FOOD WORLD, 26 (2) 1981.
- 16.- Conn J.E. Phosphates and their use in Leavening. CEREAL FOOD WORLD, 26 (2) 1981.
- 17.- Lauck, R.M. & Tucker. Cereal Science Today. 7 (9) 314, 1962.
- 18.- Chang, Powrie and Fennema. FOOD TECHNOLOGY, USA 1980.
- 19.- Eckey, E.W. U.S. Patent 1,993, 152, 1975.
- 20.- Kressler, D.K. & Joslyn, M.A. FRUIT AND VEGETABLE JUICE PROCESSING TECHNOLOGY, AVI Publishing Company, West Port Conn, 1971.
- 21.- Anon. CODE OF FEDERAL REGULATIONS. Title 21, Parts 27,51,53. US GOVERNMENT. Printing Office, Washington, D.C. 1971.
- 22.- Taylor, R.J. FOOD AND ADDITIVES. John Wiley and Sons. USA 1980.
- 23.- Mc. Cormick, D.R. POLYFUNCTIONAL PHOSPHATES. Essential Ingredients to Processed Foods. AVI Publishing Company, West Port, Conn, 1983.
- 24.- Libby James. HIGIENE DE LA CARNE. Compañía Editorial Continental. S.A. México, 2a. Edición, 1981.
- 25.- Kerman, E. PROCESSED MEAT TECHNOLOGY. Neyes Data Corporation, Food Technology Review # 53-1976.

CAPITULO 4.

- 1.- Bourges, H. Nutrimientos Inorgánicos. CUADERNOS DE NUTRICION, B (1). México, Enero y Febrero 1985.
- 2.- Bourges, H. El Calcio y el Fósforo. CUADERNOS DE NUTRICION, 6 (9). México, Julio y Agosto 1983.

- 3.- Belanger, J. CRIA DE GANADO MENOR. Rodale Press Inc. Emmaus, Pa. USA 1978.
- 4.- Harper, Rodwell, Mayes. REVIEW OF PHISIOLOGICAL CHEMISTRY. Lange Medical Publication. USA, 1980.
- 5.- Fennema, O.R. PRINCIPLES OF FOOD SCIENCE. Part I. Marcel Dekker Inc. New York, USA 1983.
- 6.- Miloslav. Rechcigl, Jr. HANDBOOK OF NUTRITION SUPPLEMENTS, Vol.II. CRC Press, Inc. USA 1983.
- 7.- Lea, Febiger, Block Rocke, Soine, Wilson. INORGANIC MEDICINAL AND PHARMACEUTICAL CHEMISTRY, Philadelphia USA, 1979.
- 8.- Guyton, A. TEXTBOOK OF MEDICINAL PHISIOLOGY, W.B. Saunders Company, Pha. USA 1981.

CAPITULO 5

- 1.- Juran, QUALITY CONTROL HANDBOOK, Mc. Graw Hill Corporation, USA, 1981.
- 2.- Maynard, H. INDUSTRIAL ENGENEERING HANDBOOK, Mc. Graw Hill Book Co. New York, USA 1978.
- 3.- Manual de la Ingenieria de la Producción Industrial, Editorial Reverté, España, 1978.
- 4.- Feigenbaum, A.V. TOTAL QUALITY CONTROL. Mc. Graw Hill Book Company, Inc. New York, USA 1981.
- 5.- Kramer & Twigg. QUALITY CONTROL FOR THE FOOD INDUSTRY. 3rd. Edition, Vol I AVI Publishing Company, Inc. West Port, Conn 1980.
- 6.- Skoog, D. INTRODUCCION A LA QUIMICA ANALITICA, Editorial Reventé, Argentina, 1979.
- 7.- Watty, Margarita. QUIMICA ANALITICA, Editorial Alhambra Mexicana, 1982.
- 8.- Comitee on Codex Specifications, FOOD CHEMICALS CODEX, National Academy Press, Washington, DC USA 1981.
- 9.- Donaldson. INTRODUCTION TO CUANTITATIVE CHEMICAL ANALISIS. Prentice Hall International, USA, 1978.
- 10.- Flaschka, Barnard, Sturrock, QUIMICA ANALITICA CUANTITATIVA. Editorial CECBSA, México, 1981.

- 11.- Petrucci, R., QUIMICA GENERAL.
Fondo Educativo Interamericano, USA, 1977.
- 12.- Rosenberg, J. GENERAL CHEMISTRY.
Mc. Graw Hill Book Company, New York, USA, 1977.
- 13.- Manual de Operaciones del Potenciómetro " Zeromatic IV " ph-Meter. Beckman Instruments, Inc. Fullerton, C.A. USA 1978
- 14.- Orozco, F. ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO.
Editorial Porrúa, México, 1982.
- 15.- Ayres, Gilbert, ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO.
Editorial Harla, México, D.F., 1975.
- 16.- THE UNITED STATES PHARMACOPEIA. 19 Rev, United States Pharmacopeial Convention, Inc, Rockville, Maryland, 1977.
- 17.- Manual de Técnicas de Laboratorio para el Análisis de Alimentos. Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos, División de Nutrición Experimental y Ciencia de los Alimentos, Publicación L-63 INNSZ, México, 1985.
- 18.- Pearson, D. THE CHEMICAL ANALYSIS OF FOODS, 7 th Edition, Ed. Churchill Livingstone, London and New York, 1976.
- 19.- Jacobs, M. THE CHEMICAL ANALYSIS OF FOODS AND FOOD PRODUCTS, The Vand Nostrand Co., Inc, 7 th Edition, 1971, Philadelphia, USA.