

**UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA**

Detección de mezclas o adulteraciones en aceites y mantecas vegetales
comerciales por Cromatografía Gaseosa (Método de Columna Capilar)

Informe de Tesis

Presentado por

Edgar Federico Gudiel Villatoro

Estudiante de la Carrera de

QUIMICO

Guatemala, marzo de 2001.

DL
06
+(2111)

JUNTA DIRECTIVA:

Decana	Licda. Hada Marieta Alvarado Beteta
Secretario:	Lic. Oscar Federico Nave Herrera
Vocal I:	Dr. Oscar Manuel Cobar Pinto
Vocal II:	Dr. Rubén Dariel Velásquez Miranda
Vocal III:	Dr. Federico Adolfo Richter Martínez
Vocal IV:	Br. César Alfredo Flores López
Vocal V:	Br. Manuel Aníbal Leal Gómez

DEDICO ESTE TRABAJO DE TESIS:

A DIOS: Por permitirme alcanzar una meta más.

A mis Padres: Annabella Villatoro, por ser mi guía y hacer de mí quien soy, con su amor
y dedicación.
Edgar Gudiel Lemus, por su apoyo y su ejemplo como ser humano.
A ambos, por su amistad y cariño

A mi abuela: Elia Carolina, por ser una gran amiga y guía.

A mis tíos: Gladys, Judith y Carlos, por ser más que tíos, grandes amigos.

A mi familia y amigos en general

A la UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA: Eternamente agradecido

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Central

AGRADECIMIENTOS:

Agradezco a la UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA:

Por haberme dado la oportunidad de estudiar la Carrera que me hiciera realizarme como profesional.

Agradezco a la FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA: (Específicamente a los Deptos. de Química General, Análisis Inorgánico, Química Orgánica y Fisicoquímica), por todos los conocimientos que me brindaron, GRACIAS POR SIEMPRE.

Agradezco a la UNIDAD DE ANALISIS INSTRUMENTAL: Por haberme permitido el uso de sus instalaciones, equipos y reactivos para realizar mi trabajo de tesis.

Agradezco al Lic. José Roberto Benavides Sosa, por su tiempo y dedicación, en la asesoría a este trabajo de tesis.

INDICE

CONTENIDO	Pag. No.
I. Resumen	1
II. Introducción	3
III. Antecedentes	5
IV. Justificación	12
V. Objetivos	13
VI. Hipótesis	14
VII. Materiales y Métodos	15
Universo y Muestra	15
Materiales	15
Metodología	18
Diseño de Investigación	20
VIII. Resultados	22
IX. Discusión de Resultados	29
X. Conclusiones	32
XI. Recomendaciones	33
XII. Referencias	34
XIII. Anexos	38

I. RESUMEN

Los Aceites Vegetales tienen una composición definida, los porcentajes permisibles establecidos para cada ácido graso se encuentran en la Norma COGUANOR y el Codex Alimentarius, aunque no están especificados todos. Las mantecas vegetales tienen una composición variada que depende exclusivamente del proceso con que sean preparadas y de las fuentes vegetales que se utilicen para su elaboración. El cumplimiento de estos productos con estas normas, incide en factores de calidad así como de valor nutritivo para el consumidor. (21).

El principal objetivo del trabajo de tesis realizado fue detectar adulteraciones que provinieran de otras fuentes vegetales en aceites de maíz, canola, girasol y oliva. En el caso de las mantecas vegetales, detectar adulteraciones con grasas animales, todo mediante la obtención del perfil cromatográfico de ácidos grasos de cada muestra. También se obtuvo el perfil cromatográfico de grasa vacuna, porcina y de pollo para detectar por comparación la presencia de grasa animal en mantecas. Los perfiles cromatográficos se obtuvieron, utilizando un cromatógrafo de gases Perkin Elmer Modelo 8500, equipado con una columna capilar Supelcowax 10 TM. La detección se hizo comparando los porcentajes de cada ácido graso presente en las muestras contra valores reportados en la literatura, y en las normas citadas, las muestras para el análisis se prepararon obteniendo los ésteres de los ácidos grasos, mediante un proceso de saponificación y derivatización. Los análisis para cada muestra se hicieron por duplicado obteniéndose el promedio de los porcentajes de cada ácido graso. Los porcentajes de ácidos grasos en los aceites de maíz y oliva, se encontraron dentro de los límites establecidos en las normas consultadas. El aceite de canola, tuvo variaciones en el porcentaje de ácido oleico y palmítico, específicamente en una de las marcas analizadas, el porcentaje calculado fue mayor al valor establecido en la literatura.

Dos de las cuatro marcas de aceite de girasol analizadas presentaron un valor superior al límite máximo establecido para el contenido de ácido palmítico, aunque el resto de sus ácidos grasos se encontraron dentro de los rangos aceptables. Las mantecas vegetales presentaron valores diferentes entre sí debido al proceso de su elaboración.

Mediante el perfil cromatográfico de ácidos grasos, se concluyó que no se detectaron adulteraciones en los aceites vegetales analizados. En el caso de las mantecas vegetales, no puede partirse simplemente del perfil cromatográfico de ácidos grasos para detectar adulteraciones, ya que debido a la variedad de fuentes vegetales para prepararlas se pueden presentar picos no bien definidos de impurezas o isómeros. Es necesario, además, hacer empleo de los perfiles de grasas de vaca, porcina y pollo. Estos se utilizaron para comparar en forma visual y detectar ácidos grasos de más de 21 carbonos correspondientes a las grasas animales, no encontrándose presencia de los mismos en las mantecas vegetales en estudio.

II. INTRODUCCION

Los productos grasos constituyen un componente importante en toda dieta alrededor del mundo, debido principalmente al mejor sabor que aporta a los alimentos, por lo cual ha surgido interés por conocer el impacto de estos en el organismo, generalmente en cuanto a problemas cardiovasculares y de obesidad. Con el motivo de brindar mayor protección al consumidor, se han desarrollado métodos científicos basados en técnicas cromatográficas, que de acuerdo al equipo utilizado, determinan el contenido y proporción de componentes en los aceites vegetales comestibles, así como también en manteca vegetal. Los perfiles cromatográficos de composición porcentual permiten, entre otros aspectos, que se pueda determinar si han sido adulterados con grasa animal o mezclados con aceites provenientes de materiales vegetales distintos a lo reportado en la etiqueta. Según las normas COGUANOR NGO 34124 y Codex Alimentarius Stan 25-1981 (11.2), 33-1981 (11.15-11.19) y 23-1981 (11.9), para aceites vegetales, se establece que "un aceite vegetal se considera puro si proviene únicamente de la semilla que se indica, entendiéndose que no debe mezclarse con ningún otro aceite vegetal o grasa de origen animal". La norma COGUANOR 34-076, para mantecas vegetales comestibles, indica que "las mismas si son de origen vegetal no deben contener ninguna impureza, materia extraña o grasa de origen animal". Se ha dado interés a la manteca vegetal, porque aún se preparan ciertos productos tradicionales y de repostería con la misma, especialmente en el interior del país(9).

En el presente trabajo se pretendió detectar si los aceites vegetales comercializados en Guatemala etiquetados como puros de Canola, Girasol, Oliva, o Maíz, realmente provenían solo de una especie vegetal o estaban mezclados con otros aceites vegetales.

En el caso de las mantecas vegetales comerciales, se pretendió detectar si existía grasa animal en su composición. La técnica analítica con la que se trabajó es Cromatografía Gaseosa de Columna Capilar. Los perfiles obtenidos se compararon contra datos reportados por la literatura sobre aceites estándar del material en estudio. Las mezclas comerciales de aceites vegetales no se tomaron en cuenta para el estudio porque en Guatemala son permitidas las mezclas de hasta tres distintos aceites vegetales en cualquier proporción. (21)

Los perfiles de las mantecas vegetales se compararon contra los perfiles presentados por grasa porcina, vacuna y de pollo.

III. ANTECEDENTES

Desde un punto de vista químico, las grasas son ésteres carboxílicos derivados de un sólo alcohol, el glicerol y se conocen como glicéridos. Más específicamente se trata de triacilgliceroles. Las proporciones de los diversos ácidos grasos varían de unos aceites a otros. (11)

Con solo unas pocas excepciones, los ácidos grasos son compuestos de cadena recta de 3 a 18 carbonos; salvo los ácidos grasos de C-3 y C-5, únicamente los ácidos grasos pares son los más abundantes. Estos números pares son el resultado natural de la biosíntesis de las grasas: las moléculas se construyen con dos átomos de carbono a la vez, mediante unidades acetato, en etapas que son muy similares a la síntesis malónica. (8,11). Además de ácidos saturados, también existen ácidos insaturados con uno o más enlaces dobles por molécula, siendo los más importantes:

Acido oleico (18:1)

Acido linoleico (18:2)

Acido linolénico (18:3)

La estereoisomería de los mismos es cis, esto debido a una razón de importancia biológica vital, de esta manera se reduce el punto de fusión. En la fase sólida (fase en la que tienden a estar las grasas con estereoisomería trans), las moléculas se acomodan lo mejor que pueden; tanto mejor lo logran, más fuertes son sus fuerzas intermoleculares, siendo mayor el punto de fusión, lo que provocaría deposición de grasa en venas y arterias(8, 11). Los abundantes enlaces apolares C=C y C-H de la cadena de hidrocarburos confieren bastante apolaridad a la molécula entera, incluso a pesar de que existe polaridad que provee el grupo -COOH. (8)

III. 1) MANTECA

La proporción de los ácidos grasos y otros componentes en las mantecas dependen de distintas condiciones, debido tanto a situaciones climáticas como a las estructuras de los vegetales de donde se hayan extraído. Sin embargo estas variaciones son mínimas y se puede establecer que las mantecas van a presentar un alto porcentaje de triglicéridos mono y di insaturados semifundidos. Estos triglicéridos tienden a formar arreglos simétricos de estructura alargada. De tal forma, la grasa se cristaliza en formas beta, debido a esto la manteca únicamente se requiere en aplicaciones de baja estructura (fácilmente fundible sin alterar el sabor propio de los alimentos) y de alta lubricidad (se compacta firmemente con los alimentos mejorando la manipulación de los mismos al momento de freírlos). Las mantecas se han utilizado para la preparación de costras o fondos de pies (páis o tartas, en español), pero también son utilizadas en la elaboración de productos tradicionales en Guatemala. (9, 12)

III. 2) Importancia de los aceites y grasas en la dieta humana

Los aceites vegetales son utilizados ampliamente a nivel mundial. Desde tiempos bíblicos, el hombre los ha utilizado como lubricantes, combustibles y como alimento, siendo esta última característica la que representa una importante demanda de servicio, ya que por ejemplo, el 34% de la producción estadounidense de aceites está destinada a la alimentación (9). Son utilizados, tanto para freír alimentos y como alimentos en sí, tal es el caso de la margarina, la cual es básicamente una emulsión de agua en aceite vegetal hidrogenado. Las grasas y aceites juegan un importante papel en el organismo, sus tres principales funciones son:

- actuar como bloques estructurales
- son un medio de almacenamiento de energía
- actúan también como fuente de energía

Como bloques estructurales son importantes en la conformación de la membrana celular. Como almacenamiento de energía, lo constituyen en mayor cantidad que otras reservas, procesos que no son relevantes para el presente estudio. (8, 9, 11)

Son raras las deficiencias dietéticas de lípidos, ya que éstos son muy abundantes en los alimentos, y el cuerpo, por otra parte, es capaz de sintetizar la mayoría de ellos a partir de otros compuestos orgánicos. Sin embargo, el cuerpo humano es incapaz de sintetizar una cantidad suficiente de tres ácidos grasos poliinsaturados: (oleico, linolénico y también el linoleico); estos ácidos deben, por tanto, estar presentes en la dieta. Puesto que son esenciales en la dieta, esos compuestos se denominan ácidos grasos esenciales. Mientras disponga de esos compuestos y de suficientes nutrientes no lipídicos, el cuerpo es capaz de sintetizar casi todos los lípidos (incluyendo grasas, colesterol, fosfolípidos y prostaglandinas) necesarios (13).

Otra función importante de las grasas es que en ellas se disuelven sustancias primordiales como las vitaminas A, D, E y K. Sin alguna fuente de grasa que contenga estas sustancias, el organismo prontamente sufriría una deficiencia tal que le llevaría a la muerte. (6, 9, 11)

Los procesos tecnológicos básicos necesarios para la producción de un buen aceite comestible incluyen el proceso de extracción, posteriormente la remoción de componentes menores que acompañan a los triglicéridos, el material que se desea purificar. Estas operaciones sirven para remover los fosfuros (desgome), los ácidos grasos libres (refinamiento), los pigmentos hasta cierto grado (blanqueado), y otros materiales objetables que contribuyen al olor y el sabor del aceite terminado (desodorización).

Todos estos tratamientos pueden alterar en cierta medida la composición de ácidos grasos, sin embargo, el grado de alteración no es significativo, es precisamente por eso que los porcentajes de los mismos se dan en valores de rangos. (17)

III. 3) Por qué son necesarias las grasas y aceites:

Aunque el objetivo primario del consumo de alimentos es la subsistencia, los aceites vegetales han tomado un importante papel como gratificadores. Son aceptados ampliamente como un placer social; en este placer social las grasas toman un papel importante; un alimento con cierto contenido de grasa o aceite tiene mejor sabor que el que no lo contiene. En primer lugar, algunas cadenas de ácidos grasos que se encuentran en el aceite tienden a dar un sabor propio, como el caso de los ácidos butírico y propiónico, y en segundo lugar, los aceites y grasas influyen en el sabor de los alimentos al impedir que ciertos componentes de la comida pasen a la saliva; de esta manera, el sabor percibido por el gusto es distinto del original más insípido. (9)

III. 4) Distintos análisis de caracterización hechos con aceites vegetales

La identificación y caracterización de aceites y grasas puros, así como la detección de adulteración en los mismos, depende principalmente de la identificación de sus ácidos grasos específicos, ya sea del aceite o grasa original, o de lo que está constituyendo la adulteración, en sí, según Kuzdale y Paquot, 1962; Kaufmann y Wessels, 1967; Sánchez y Colmenarez, 1974 (15).

Por ejemplo, el análisis cromatográfico de esteroides, es útil para esta finalidad, sin embargo existen problemas en cuanto a su clasificación, porque hay gran similitud en la composición de los mismos en la mayoría de materias naturales, así como también, existe similitud inducida por la interesterificación, la hidrogenación parcial o simplemente la sustitución de una especie vegetal por otra menos costosa. Para lograr un mejor control en el manejo de estos resultados se ha optado por métodos más sofisticados, como por ejemplo el método cromatográfico por pirólisis (degradación térmica) combinado con espectroscopía infrarroja (IR), cromatografía gas-líquido o espectrometría de masas (MS). Estos se han utilizado específicamente para el análisis de aceites de oliva, de linaza, girasol, maíz, manteca, etc. Los resultados han sido analizados estadísticamente por el método de Waller-Duncan, que consiste en una comparación múltiple de las medias de las áreas de los picos. Este tipo de análisis ha permitido un mejor manejo de las variables dependientes e independientes del estudio. Se determinó que los picos producidos en la pirólisis de aceites y grasas se deben probablemente a la fragmentación de las moléculas de los triglicéridos, todo lo anterior, de acuerdo con Slover et. al.; Crossley et.al., 1962; Levy y Paul, 1967; Perry, 1967 ; Lien y Nawar, 1973 (15) La descomposición térmica en ausencia de oxígeno de la molécula compleja de triglicéridos de las grasas y aceites puede formar grupos olefinicos, aldehídos, cetonas, ácidos, ésteres y CO₂, con concentraciones proporcionales a la acción pirolítica. El análisis de los productos de pirólisis indican que los aceites con contenidos altos de ácidos grasos insaturados producen más fragmentos con mayores proporciones que las grasas o aceites con niveles altos de saturación. Esto concuerda con los resultados obtenidos por los estudios de Crossley, 1962; Levy y Paul 1976. (16)

Strocchi A., 1981, determinó la composición de ácidos grasos, incluyendo los isómeros configuracionales de los ácidos oleico [18:1] y linoleico [18:2], en muestras de aceite de maíz, aceite de maíz hidrogenado y margarina de aceite de maíz, utilizando cromatografía gas-líquido y técnicas de cromatografía de capa fina. El procedimiento analítico involucró, inicialmente, la transformación de los triglicéridos a sus ésteres metílicos: una pequeña parte de ellos se analizó directamente usando cromatografía de gas-líquido tipo EGSS-X (Ethylen Glycol bis- Succinimidil-Succinato - tipo X) para determinar la composición de ácidos grasos de los triglicéridos, la parte restante se fraccionó, basada en el grado de insaturación y de isomerismo configuracional de los enlaces dobles, utilizándose cromatografía de capa fina con sílica gel conteniendo nitrato de plata (TLC-AgNO₃). Posteriormente, la técnica de cromatografía gaseosa mencionada anteriormente se usó para el análisis de las fracciones individuales recuperadas de las placas de TLC-AgNO₃, con un estándar interno, metil heptadecanoato (17:0), para determinar la razón cis:trans de cada ácido graso insaturado en los triglicéridos. (17)

III. 5) Estudios sobre el efecto de grasas comestibles en la salud del ser humano

Estudios realizados por Keys, Anderson y Grabnde en 1965, sugirieron que varios ácidos grasos saturados presentan efectos diferentes en cuanto a los niveles de colesterol en la sangre. Algunas grasas con ácido esteárico no resultaron ser hipercolesterolémicas tal como se esperaba. Esto se comprobó haciendo distintas investigaciones utilizando grasas transesterificadas, incorporando ácido láurico, mirístico, palmítico y esteárico a aceite de oliva.

Todas estas preparaciones demostraron tener similitud en cuanto al efecto de poder elevar el colesterol sanguíneo, indicando también que la posición de los ácidos grasos en el triacilglicérido es importante. De esta forma se demostró que el ácido esteárico no eleva considerablemente los niveles de colesterol, siguiéndoles los ácidos palmítico y láurico, aunque esto depende del individuo. Para esto se contó también con la colaboración de Hegsted , 1965. (6)

En cuanto a los ácidos grasos poliinsaturados, se tiene que cuando se reemplaza con ácido oleico o linoleico a los ácidos grasos saturados, los niveles de colesterol disminuyen. En muchos estudios específicos no fue posible determinar si fue por la adición del ácido oleico y linoleico o por la disminución de la ingesta de ácidos saturados, que el nivel de colesterol se redujo. Ecuaciones elaboradas y aplicadas atribuyen esos cambios a los ácidos poliinsaturados, mientras que se demostró que el ácido monoinsaturado oleico es neutro o poco significativo, Keys, Anderson y Grabnde, 1957; Hegsted et.al., 1965; Mensink y Katan, 1992. (6)

IV. JUSTIFICACION

Los perfiles cromatográficos del contenido de ácidos grasos en aceites y mantecas vegetales, presentan información sobre la identificación y las proporciones de estos ácidos en tales productos, lo que es una característica de la especie vegetal de la cual proceden. Tal información es de suma importancia para los laboratorios donde se presta el servicio de Análisis de Control de Calidad a clientes particulares. La identificación de cada uno de los ésteres metílicos de los ácidos grasos por medio de Cromatografía Gaseosa, fue la técnica analítica seleccionada para realizar este estudio, pues de forma simplificada y económica presenta los datos que, mediante comparación contra perfiles conocidos de ácidos grasos de los aceites y grasas sólidas, permite establecer si las muestras analizadas, en el caso de los aceites comerciales, son hechas con semillas de una sola especie vegetal o si se trata de mezclas con otras especies vegetales. En el caso de las mantecas vegetales comerciales, si las mismas están adulteradas con grasa animal. Según información obtenida en la Biblioteca del INCAP y en el tesario de la Biblioteca de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia, no existían trabajos hechos en el país relacionados con el tema, por lo que se consideró necesario realizar el estudio.

V. OBJETIVOS

General

Evaluar la metodología de cromatografía gaseosa de columna capilar para establecer si existen mezclas o adulteraciones en aceites (maíz, girasol, canola y oliva) y mantecas vegetales comercializados en el país.

Específicos

Comparar los perfiles presentados por los aceites vegetales (objeto de estudio), contra los de los aceites puros (reportados en literatura) y de esta forma confirmar si se trata de aceites provenientes de una sola especie vegetal o si se encuentran mezclados con otras especies.

Mediante la comparación del perfil de ácidos grasos presentado por la muestra comercial (en estudio) contra los perfiles de grasa de pollo, grasa porcina y grasa vacuna, determinar si la manteca vegetal está adulterada o no.

VI. HIPOTESIS

Por medio del perfil cromatográfico de ácidos grasos es posible detectar la presencia de mezclas o adulteraciones en la composición de grasas vegetales comestibles, específicamente aceites de Canola, Girasol, Oliva o Maíz, y también en Manteca Vegetal, comercializados en Guatemala.

VII. MATERIALES Y METODOS:

VII. 1) UNIVERSO: ácidos grasos de aceites vegetales (oliva, girasol, maíz y canola), así como también de manteca vegetal.

VII. 2) MUESTRA: distintos aceites y mantecas vegetales comercializados en el país.

VII. 3) MATERIALES:

3.1)Equipo

- 1 Cromatógrafo de gases con detector de ionización de llama.
- 1 Columna capilar Supelcowax 10TM 30m x 0.53mm x 1 μ m
- 1 Balanza analítica AND FR 200 con un precisión de 0.1mg
- 1 Estufa con agitación magnética Thermolyne Nuova II

VII. 3.2)Cristalería

Objeto	Volumen	Especificaciones
10 Balones de aforo	25 ml	Pyrex
10 Viales	4 ml	Pyrex
5 Vasos de precipitados	100 ml	Pyrex
10 Pipetas volumétricas	4 de 1ml	Pyrex
"	4 de 5ml	Pyrex
"	2 de 10ml	Pyrex
1 Varilla de agitación		Pyrex
5 Erlenmeyers	250 ml	Pyrex

VII. 3.3)Reactivos

Reactivo	Especificaciones
Hidróxido de sodio	99.998% Grado Reactivo
Metanol	99.9 + Grado Cromatográfico
Trifluoruro de boro	Al 20% en Metanol (complejo) p. Síntesis
n-Hexano	Grado Cromatográfico
Cloruro de sodio	Grado Reactivo
Sulfato de sodio anhidro	Grado Reactivo

VII. 3.4) Estándares y Muestras

Soluciones de estándares (ésteres metílicos de ácidos grasos) :

Acido Undecanoico	11:0	Metil Undecanoato
Acido Láurico	12:0	Metil Laurato
Acido Tridecanoico	13:0	Metil Tridecanoato
Acido Mirístico	14:0	Metil Miristato
Acido Pentadecanoico	15:0	Metil Pentadecanoato
Acido Palmítico	16:0	Metil Palmitato
Acido Heptadecanoico	17:0	Metil Heptadecanoato
Acido Estearico	18:0	Metil Estearato
Acido Nonadecanoico	19:0	Metil Nonadecanoato
Acido Eicosanoico	20:0	Metil Eicosanoato
Acido Heneicosanoico	21:0	Metil Heneicosanoato

Soluciones de Acidos Insaturados

Acido Oleico	18:1
Acido Linoleico	18:2

Muestras que se analizaron:

- Aceite comercial de girasol
- Aceite comercial de maíz
- Aceite comercial de oliva
- Aceite comercial de canola
- Manteca vegetal comercial

VII. 4) METODOLOGIA:

Se utilizó el procedimiento estándar de operación desarrollado en la Unidad de Análisis Instrumental, el cual se basa en el método descrito en el AOAC No. 28060 (3, 19)

VII 4.1) Preparación de solución patrón de ácidos grasos:

De las soluciones de estándares al 10% se tomó 1ml de cada una, se agregó a un balón aforado de 25ml y se llevó hasta la marca con hexano; esta solución se inyectó al cromatógrafo para verificar que los picos correspondientes a los patrones se pudieran identificar y fueran de un tamaño apropiado.

VII 4.2) Preparación de la muestra:

- Se pesó 1.0g de aceite vegetal o manteca vegetal en un balón de 25ml
- Se añadió 4.5 ml de hidróxido de sodio 0.5N en metanol, se calentó y agitó ocasionalmente hasta que las fases desaparecieran. (5 minutos aproximadamente)
- Se dejó enfriar a temperatura ambiente, se agregó 3.5ml de solución de trifluoruro de boro en metanol al 20% y se agitó suavemente.
- Se agregó 4ml de n-hexano y se agitó ocasionalmente por 5 minutos.
- Se agregó solución saturada de cloruro de sodio hasta la marca de aforo del balón.
- Se transvasó la capa superior (solvente + ácidos grasos) a un vial de 4ml que contuviera 0.5g de sulfato de sodio anhidro, se tapó bien con papel aluminio y se colocó tapón. Se inyectaron de 0.5 a 2 microlitros en un cromatógrafo de gases.

VII 4.3) Condiciones cromatográficas:

Columna capilar utilizada	Supelcowax 10TM 30m x 0.53 mm x 1µm
No. de Mc Reynolds	x' y' z' u' s' 305, 551, 360, 562, 484
Temperatura inicial del horno	100 ° C
Isoterma inicial	2 min
Rampa de temperatura	5°C/min
Temperatura final del horno	220°C
Tiempo de temperatura final	Varía según la sustancia analizada
Flujo de nitrógeno	5ml /min
Temperatura del inyector	250°C
Temperatura del detector	250°C
Cantidad de muestra inyectada	Tentativamente 0.2 µl

NOTA: originalmente se utilizaba una columna de tipo Dietilenglicol succinato (DEGS) al 12%, pero se optó por la capilar pues ésta permite una mayor resolución en la separación de los componentes.

Las condiciones cromatográficas presentadas, podían variar de acuerdo a la muestra y la resolución presentada por los cromatogramas.

VII. 5) DISEÑO DE LA INVESTIGACION

Se consultó la norma COGUANOR NGO 34073 " Aceites y Grasas comestibles. Toma de muestras" . Aunque en realidad esta norma está dirigida al análisis de control de calidad interno de fábrica, en este trabajo no se realizó muestreo estadístico, sino únicamente se trabajó muestreo no probabilístico por cuota.

Todos los análisis se hicieron por duplicado, repitiéndose las condiciones de ensayo para cada muestra.

Inicialmente se obtuvieron los cromatogramas de los estándares de ácidos grasos. Posteriormente se hicieron las saponificaciones y derivatizaciones para obtener los ésteres metílicos de ácidos grasos de cada uno de los aceites vegetales a analizar, los cromatogramas obtenidos se compararon contra los presentados por los estándares mencionados.

En el caso de las mantecas vegetales, se obtuvieron los cromatogramas de grasa de pollo, vacuna y porcina, posteriormente se compararon los obtenidos con los de las muestras comerciales.

VII. 5.1) Toma de muestra:

El procedimiento de toma de muestra utilizada en este estudio, tuvo la norma COGUANOR sólo como consulta, tomándose en cuenta la siguiente aseveración que se encuentra en tal norma: “ Para la extracción de muestras de cuerpos grasos es muy difícil dar instrucciones que prevean todas las condiciones y circunstancias que debe afrontar la persona encargada de esta operación, y en la mayoría de los casos deben prevalecer la experiencia y el criterio personales”.

- Se tomó como muestra, un envase de la presentación comercial mínima de los aceites en estudio (oliva, girasol, canola, maíz), así como también de la manteca vegetal, tomando en cuenta que el muestreo fue representativo, de acuerdo, al número de marcas presentes en el mercado.
- Se tomaron 25 ml del aceite en estudio directamente del frasco comercial.
- Con ayuda de una pipeta Pasteur plástica se pesó en balanza analítica la cantidad necesaria de aceite en un balón aforado de 25ml.
- La muestra de manteca vegetal a pesar para el estudio se tomó directamente del recipiente.
- Se prosiguió como lo establecido en el procedimiento [pag. 19]

VIII. RESULTADOS

Para establecer la composición de los ácidos grasos en los aceites vegetales de canola, maíz, oliva y girasol, así como en las mantecas vegetales se calcularon los porcentajes de los ácidos grasos cuyos picos fueran bien definidos y además que contaran con área significativa.

A continuación un ejemplo de los cálculos hechos:

Aceite de Maíz Marca 1 A:

<u>Acido Graso</u>	<u>Area en el Cromatograma</u>
Acido Palmítico	79.4468
Acido Oleico	217.2047
Acido Linoleico	<u>398.6176</u>
AREA TOTAL	695.2691

Porcentaje de cada ácido graso:

Acido Palmítico	$(79.4468/695.2691) (100) = 11.42676 \approx 11.43\%$
Acido Oleico	$(217.2047/695.2691) (100) = 31.24037 \approx 31.24\%$
Acido Linoleico	$(398.6176/695.2691) (100) = 57.33285 \approx 57.33\%$

Posteriormente, se calculó el promedio de cada uno de los duplicados hechos por marca de aceite y grasa sólida, y el resultado se comparó con los valores aceptables para cada ácido graso en las normas, así como también los reportados en la literatura. En las tablas de resultados se indica la fuente utilizada como referencia para cada tipo de aceite debido a la falta en algunos casos de especificaciones tanto en COGUANOR o Codex Alimentarius.
(Pags. 24 - 28)

TABLA 1: Porcentaje de area de los ácidos grasos del Aceite de Maíz

MARCAS 1, 2, 3, 4

ACIDO GRASO	Muestra 1ª %	Muestra 1B %	Muestra 2A %	Muestra 2B %	Muestra 3A %	Muestra 3B %	Muestra 4A %	Muestra 4B %
Acido Palmítico (16:0)*	11.43	11.17	15.30	16.23	12.87	13.44	13.17	11.60
Acido Oleico (18:1)	31.24	30.02	36.11	36.26	32.09	31.47	32.46	31.38
Acido Linoleico (18:2)	57.33	58.81	48.58	47.50	55.04	55.08	54.36	57.00

* Las anotaciones como 16:0 indican que el ácido graso tiene 16 átomos de carbono y 0 insaturaciones.

TABLA 1 A : Promedio de porcentajes por marca de Aceite de Maíz

En paréntesis los valores aceptados por la norma COGUANOR NGO 34 124

MARCA	C 16:0 (8 - 19%)	C 18:1 (19 - 50%)	C 18:2 (34 - 62%)
1(Nac.)	11.30%	30.63%	58.07%
2(Nac.)	15.76%	36.18%	48.04%
3(imp.)	13.16%	31.78%	55.06%
4(imp.)	12.38%	31.92%	55.68%

Nac. = Aceite Nacional
 Imp. = Aceite Importado

TABLA 2: Porcentaje de area de los ácidos grasos del Aceite de Girasol

MARCAS: 1, 2, 3 y 4

ACIDO GRASO	MARCAS: 1, 2, 3 y 4							
	Muestra 1A %	Muestra 1B %	Muestra 2A %	Muestra 2B %	Muestra 3A %	Muestra 3B %	Muestra 4A %	Muestra 4B %
Acido Palmítico (16:0)	12.73	14.02 *	10.40	9.87	9.08	8.70	5.54	6.04
Acido Oleico (18:1)	24.33	23.81	28.06	28.15	26.70	27.52	30.10	29.27
Acido Linoleico (18:2)	62.93	62.17	61.53	61.97	64.22	63.77	64.36	64.70

TABLA 2 A: Promedio de porcentajes por marca de Aceite de Girasol

En paréntesis los valores aceptados según Codex Alimentarius (Codex Stan 23-1981)
No existe norma COGUANOR DE ESPECIFICACIONES DE ACEITE DE GIRASOL

MARCA	C 16:0 (3.0 - 10%)	C 18:1 (14 - 35%)	C 18:2 (55 - 75%)
1 (Nac.)	13.37% *	25.13%	62.55%
2 (Nac.)	10.13% *	28.10%	61.75%
3 (Nac.)	8.89%	27.11%	63.99%
4 (Imp.)	6.04%	26.53%	64.53%

Nac. = Aceite Nacional

Imp. = Aceite Importado

* Valores fuera de los límites aceptables por Codex Alimentarius

Tabla 3: Porcentaje de area de los ácidos grasos del Aceite de Oliva

MARCAS: 1, 2, 3 y 4

ACIDO GRASO	Muestra 1A %	Muestra 1B %	Muestra 2ª %	Muestra 2B %	Muestra 3A %	Muestra 3B %	Muestra 4A %	Muestra 4B %
Acido Palmítico (16:0)	13.47	17.53	14.80	12.77	15.04	16.94	20.01	16.36
Acido Oleico (18:1)	74.85	67.71	73.90	78.11	75.61	73.42	64.52	67.69
Acido Linoleico (18:2)	11.67	14.76	11.30	9.11	9.35	9.64	15.46	15.98

TABLA 3 A: Promedio de porcentajes por marca de Aceite de Oliva

En paréntesis los valores aceptados según Codex Alimentarius (Codex Stan 33-1981)
No existe norma COGUANOR con especificaciones para aceite de Oliva.

MARCA	C16:0 (7.5 - 20.%)	C18:1 (55 - 83%)	C18:2 (3.5 - 21%)
1 (Imp.)	15.50%	71.28%	13.21%
2 (Imp.)	13.78%	76.00%	10.20%
3 (Imp.)	16.00%	74.51%	9.49%
4 (Imp.)	18.18%	66.10%	15.72%

mp. = Aceite Importado

TABLA 4: Porcentaje de area de los ácidos grasos del Aceite de Canola

MARCAS: 1 y 2

ACIDO GRASO	Muestra 1A %	Muestra 1B %	Muestra 2A %	Muestra 2B %
Acido Palmítico (16:0)	5.42	4.18	5.96	6.26
Acido Oléico (18:1)	63.92	64.44	62.00	62.39
Acido Linoleico (18:2)	20.89	21.02	21.28	21.34
Acido Linolénico (18:3)	9.76	10.41	10.76	9.95

TABLA 4 A: Promedio de porcentajes por marca de Aceite de Canola

En paréntesis los valores reportados para aceite de canola estándar en literatura , específicamente en un estudio elaborado por K. Warner y T. L. Mounts en 1993, titulado "FRYING STABILITY OF SOYBEAN AND CANOLA OILS WITH MODIFIED FATTY ACID COMPOSITIONS". No existe norma de especificaciones en COGUANOR ni en el Codex Alimentarius

MARCA	C16:0 (4.3%)	C18:1 (60.5%)	C18:2 (20.8%)	C18:3 (10.1%)
1 (Imp.)	4.80%	64.18%	20.95%	10.08%
2 (Imp.)	6.11%	62.19%	21.34%	10.35%

Imp. = Aceite Importado

TABLA 5: Porcentaje de area de los ácidos grasos de las Mantecas Vegetales

MARCAS: 1 y 2

ACIDO GRASO	Muestra 1A %	Muestra 1B %	Muestra 2A %	Muestra 2B %
Acido Palmítico (16:0)	20.87	18.04	24.22	28.22
Acido Oleico (18:1)	58.80	44.91	65.19	58.02
Acido Linoleico (18:2)	9.55	25.31	10.59	13.76
Acido Araquídico (20:0)	10.77	11.74		

TABLA 5 A: Promedio de porcentajes por marca de Mantecas Vegetales

En paréntesis los valores reportados para mantecas vegetales estándar en literatura, específicamente en un estudio elaborado por Jamil M.A., Nazer C. Y., et.al. en 1985, titulado "PYROLISIS-GC. ANALYSIS AS AN IDENTIFICATION METHOD OF FATS AND OILS". No existe norma de especificaciones en COGUANOR ni en el Codex Alimentarius

MARCA	C16:0 (24.9%)	C18:0 (15.2%)	C18:1(43.3%)	C18:2 (10.5%)
1 (Nac.)	19.45%	*	51.85%	17.43%
2 (Imp.)	26.22%	*	61.60%	12.17%

Nac. = Manteca Vegetal Nacional
Imp. = Manteca Vegetal Importada

• No fue posible calcular el porcentaje de éste ácido, debido a que los picos de los ácidos esteárico y oleico no se separaron bien.

IX. DISCUSION DE RESULTADOS:

Los tiempos de retención correspondientes a los ácidos grasos en los cromatogramas obtenidos de las muestras, presentaron ciertas variaciones al compararlos con los de los patrones, debido a que el cromatógrafo no estuvo constantemente encendido, lo que obligaba prácticamente a reajustar condiciones en cada uso. Sin embargo, se pudo observar reproducibilidad entre los perfiles correspondientes a cada aceite. Se tomó en cuenta, para poder hacer las comparaciones contra los valores de la literatura, los porcentajes de los ácidos con mayores proporciones de área y que presentaran picos bien definidos, en cada uno de los aceites analizados (pag. 22).

En el caso de los aceites de maíz, girasol y oliva, se pudo observar variación en las proporciones de los ácidos grasos entre las distintas marcas de un mismo tipo de aceite. Los que más variación presentaron fueron el oleico [C 18:1] y el palmítico [C 16:0], lo que posiblemente se deba a la variedad y procedencia de la semilla que se utiliza para elaborar las distintas marcas de cada aceite, así como a la región de origen(1). En cuanto al aceite de canola, únicamente se analizaron las dos marcas que se expenden en Guatemala como "Canola Pura", ambas son importadas y no se observaron variaciones considerables. Al igual que en los otros aceites, los ácidos grasos que más variaron fueron el palmítico y el oleico. Este aceite presentó un pico adicional que es el ácido linolénico [C 18:3], se estimó así, a pesar de no haber contado con el estándar de este ácido, porque su porcentaje de área coincide con la cantidad establecida en la literatura para el mismo (21), además el tiempo de retención se encuentra entre el del ácido linoleico [C 18:2] y el nonadecanoico [C 19:0], ácidos presentados en los cromatogramas de ácidos grasos estándar (Cromatogramas 11 y 12 en Anexos).

La presencia del ácido linolénico en los cromatogramas del aceite de canola (Cromatogramas 11 y 12 en Anexos), confirma una característica particular de este aceite, su alta capacidad termolábil, lo que hace que confiera a las comidas sabor a pescado(5). En los cromatogramas de algunas marcas de aceites de maíz, oliva y canola, a pesar de hacer varias pruebas cambiando las condiciones establecidas del cromatógrafo, se observaron picos que no se definieron bien, porque la columna utilizada no permitía la separación isomérica necesaria. Estos a pesar de ser integrados por el cromatógrafo, no fueron tomados en cuenta, sino únicamente los picos identificables por su buena definición y área significativa. Las variaciones presentadas por los aceites, indicadas anteriormente, no se consideraron como adulteración puesto que los porcentajes de ácidos grasos se encontraban dentro de los rangos permisibles. Los valores de los ácidos palmítico, oleico y linoleico en la manteca vegetal importada, presentaron buena correspondencia con los valores reportados en literatura, aunque no fue visible el pico de ácido esteárico [C 18:0], lo que también sucedió con la manteca vegetal nacional, posiblemente debido a que la fuente vegetal con que son elaborados estos productos es variable. Otra posible razón por la que el ácido esteárico no pudo observarse fue porque al estar el ácido oleico en gran proporción en ambas muestras y debido a la cercanía en que se encuentran ambos picos en el perfil cromatográfico, el de mayor proporción haya cubierto al pico de menor proporción. La manteca vegetal nacional presentó un pico adicional de ácido araquídico [C 20:0], además de varios picos no bien definidos, que al igual que en el aceite de canola pueden ser isómeros de otros ácidos.

Las mantecas vegetales generalmente provienen de hidrogenaciones de aceites puros o mezclados con otros aceites cuya capacidad de hidrogenarse hará que los porcentajes de los ácidos grasos que los constituyen sean muy variados, de tal forma que es difícil establecer rangos o por lo menos estos rangos tendrían que ser muy amplios, a esto se debe que los valores sean tan distintos en la tabla de resultados correspondiente (1,14) (Tabla 5 pag. 28). Para poder determinar si la manteca vegetal estaba adulterada con grasa animal se obtuvieron los perfiles cromatográficos de las grasas vacuna, porcina y de pollo para comparar visualmente contra los de las mantecas comerciales. Los perfiles cromatográficos de las grasas animales presentan ácidos grasos de más de 21 átomos de carbono, lo que los hace ser característicos (1,11,14). El proceso de preparación de muestra de las grasas animales, presentó problemas en cuanto a la toma de su peso y manipulación, esto debido a su consistencia, además sus perfiles cromatográficos presentaron varios picos grandes no muy bien definidos (Cromatogramas 15,16,17 en Anexos), por lo que habría que utilizar una columna de diferente polaridad para lograr mejor separación entre isómeros de ácidos grasos provenientes de grasas complejas. Después de obtenidos los perfiles cromatográficos de las grasas animales y comparar visualmente contra los de las mantecas vegetales, no se observaron adulteraciones en las mantecas analizadas.

X. CONCLUSIONES

X. 1) Por medio de la Cromatografía de Gases con Columna Capilar se observó que no había presencia de adulteraciones en los aceites vegetales comestibles comercializados en el país provenientes de una sola fuente vegetal (canola, maíz, girasol y oliva).

X. 2) Los porcentajes de ácidos grasos de los aceites de maíz y oliva se encontraron todos dentro de los rangos establecidos en COGUANOR y Codex Alimentarius.

X. 3) En el caso del aceite de girasol los porcentajes de ácido palmítico [C16:0] fueron ligeramente más elevados que los reportados en la literatura, específicamente en las marcas 1 y 2 que son nacionales (envasados bajo marcas nacionales), sin embargo los otros ácidos sí estuvieron en los rangos aceptados.

X. 4) Los porcentajes de ácido palmítico [C 16:0] y oleico [C 18:1], de las dos marcas de aceite de canola analizadas, fueron mayores a los reportados en literatura. La marca 1 fue la que dio valores más cercanos a los reportados.

X. 5) Se comparó la información proporcionada por el perfil cromatográfico de ácidos grasos de las mantecas vegetales con los perfiles de la grasa vacuna, porcina y de pollo y se infirió que las mismas no presentaban adulteración con grasa animal, ya que en los correspondientes cromatogramas los ácidos grasos mayores a 21 átomos de carbono característicos no aparecían (1,11).

XI. RECOMENDACIONES:

XI. 1) El perfil cromatográfico de ácidos grasos obtenido por el método de Cromatografía de Gases con Columna Capilar es aplicable al análisis de detección de adulteraciones en aceites vegetales (maíz, girasol, canola y oliva), además es sencillo y requiere poca cantidad de muestra ($\pm 0.5g$).

XI. 2) Al utilizar los perfiles cromatográficos de grasas animales, como base para detectar adulteraciones en las grasas sólidas (mantecas vegetales), sería recomendable utilizar menos de 0.5g de muestra y fundirla para facilitar la preparación de muestras.

XI. 3) Para detectar la presencia de adulteraciones en grasas sólidas (mantecas vegetales), emplear columna capilar tipo alfa-Dex 120, pues la ciclodextrina permetilada incrustada en una fase estacionaria de polaridad intermedia, permite incluso la separación enantiomérica de moléculas pequeñas y de isómeros configuracionales (3).

XII. REFERENCIAS

- 1.- Rubinson, J.F. ; **“INTEGRATION OF GC/MS INSTRUMENTATION INTO THE UNDERGRADUATE LABORATORY: SEPARATION AND IDENTIFICATION OF FATTY ACIDS IN COMMERCIAL FATS AND OILS”**; Journal of Chemical Education, Vol. 74 No. 9 September 1997. Pp: 1106 – 1107.
- 2.- Thobany, M. and Diosady, L. ; **“PILOT-SCALE TWO-PHASE EXTRACTION OF CANOLA”**; Journal of the American Oil Chemists’ Society, Vol 74 No. 3 1997. Pp: 201 – 206
- 3.- ANAQUI, **“CATALOGO DE PRODUCTOS PARA LA INDUSTRIA QUIMICA”**, 1997.
- 4.- Técnica de determinación del Instituto de Nutrición Para Centroamérica y Panamá, INCAP. Laboratorio de Composición de Alimentos. Revisión No.1, Fecha: 22/2/96.
- 5.- Warner, K. and Mounts, T. ; **“FRYING STABILITY OF SOYBEAN AND CANOLA OILS WITH MODIFIED FATTY ACID COMPOSITIONS”** ; Journal of the American Oil Chemists’ Society, Vol. 70 No. 10 October 1993. Pp: 983 – 988
- 6.- Folleto de Congreso Internacional de Grasas y Aceites, organizado por la Food and Agriculture Organization (Organización de Alimentos y Agricultura) , FAO, 1993.

- 7.- Quigley, M.; **"THE CHEMISTRY OF OLIVE OIL"**; Journal of Chemical Education, Vol. 69 No. 4, April 1992. PP: 332-335.
- 8.- Bohinski, R.C.; **"BIOQUIMICA"**; 5ta. Edición, Editorial Addison-Wesley Iberoamericana. México 1991, pp: 420.
- 9.- Argueta, M. A. ; **"USO DEL ACEITE VEGETAL COMESTIBLE DESECHADO POR UNA INDUSTRIA ALIMENTARIA EN LA PREPARACION DE JABON"**; EGI-Q, Doc. No. 82, 1991. PP: 6
- 10.- Toledo, I. P. ; **"DETERMINACION DE COLESTEROL EN MARGARINAS Y MANTECAS VEGETALES"**; Tesis Químico Farmacéutico; Guatemala Abril 1990. PP: 9
- 11.- Boyd, R.N., Morrison, R.T. ; **"QUIMICA ORGANICA"**; 5ta. Edición, Editorial Addison Wesley Iberoamericana. México 1990, pp: 1243-1244
- 12.- Farines, M., et.al. ; **"ANALYSIS OF THE TRIGLYCERIDES OF SOME VEGETABLE OILS"**; Journal of Chemical Education, Vol. 65 No. 5 May 1988. PP: 464-466.
- 13.- Solomon, E.P., et.al. ; **"BIOLOGIA"**; 1era. Edición, Editorial INTERAMERICANA. México 1987, pp: 788.

14.- Kincs, F. R. ; **"MEAT FAT FORMULATION"**; Bakery/Food Processor R&D, Bunge Edible Oil Corporation; Journal of American Oil Chemists Society (JAOCS), No. 4 April 1985. PP: 815-818.

15.- Nazer, J.M., et.al.; **"PYROLISIS-GC ANALYSIS AS AN IDENTIFICATION METHOD OF FATS AND OILS"**; Journal of Food Science, Vol. 50, 1985. PP: 1095-1100.

16.- Heinzen, C. and Moyna, P.; **"GAS CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF FATTY ACID COMPOSITIONS"**; Journal of Chemical Education ; Vol. 62, No.5 May 1985. PP: 449-450

17.- Strocchi, A. ; **" FATTY ACID COMPOSITION AND TRIGLYCERIDE STRUCTURE OF CORN OIL, HYDROGENATED CORN OIL AND CORN OIL MARGARINE"**; Journal of Food Science; Vol. 47, 1981. PP: 36-38.

18.- Benavides, J.R. ; **"DETERMINACION DE ESTEROLES EN MATERIAS GRASAS"**; Tesis de Químico, Guatemala 1978.

19.- Cover, R.E.; **"THE IDENTIFICATION OF VEGETABLE OILS"**; Journal of Chemical Education, No. 45, No. 2, 1968. PP: 120-121.

20.- Official Methods of Analysis AOAC **" FATTY ACIDS IN OILS AND FATS"**; 14TH Edition

21.- NORMAS COGUANOR CONSULTADAS:

- NGO 34124 : Aceite Comestible de Maíz
- NGO 34076: Mantecas hidrogenadas comestibles.
- Codex Alimentarius Stan 23-1981 (11.9): Aceite Comestible de Girasol.
- Codex Alimentarius Stan 25-1981 (11.12): Aceite Comestible de Maíz
- Codex Alimentarius Stan 33-1981 (11.15-11.19): Aceite Comestible de Oliva

XIII. ANEXOS:

A continuación se presentan los cromatogramas de los ácidos grasos estándar saturados listados en la página 17, comprendidos del ácido undecanoico [C 11:0] hasta el ácido eneicosanoico [C 21:0]. (pag. 39 y 40).

Los cromatogramas de los ácidos oleico [C 18:1] y linoleico [C 18:2], se presentan en las páginas 41 y 42. El estándar del ácido linolénico [C 18:3], no fue posible obtenerlo. Debido a la poca cantidad que se necesitaba se intentó adquirirlo solicitándolo a varias empresas privadas, sin embargo no lo tenían.

24.11 14.9314 T 0.5113
 26.42 13.6623 T 0.4679
 28.97 14.7539 T 0.5853

6 PEAKS > AREA/HT REJECT

N 3 13:35 8/04/07

TH08 3 MODIFIED

N 4 C 4 S 16:56 0/04/07

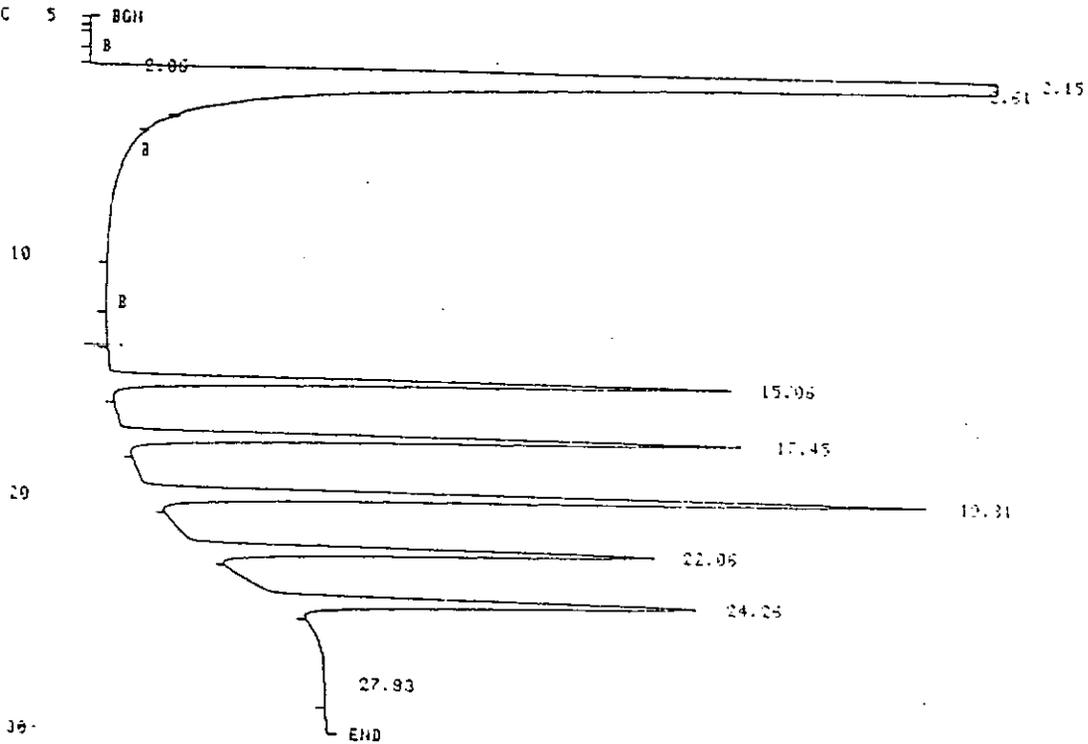
TH08 9 MODIFIED

N 5 13:18 0/04/07

N 5 18:18 0/04/07

TH08 9 MODIFIED

3 C 5



36- END
 RUN 5 18:18 0/04/07

METHOD 9 MODIFIED CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
2.06	2132.0248	T	74.4341
2.15	596.7324	T	20.3753
2.61	36.8783	T	1.2274
15.05	16.7998	U	0.5717
17.45	17.6641	U	0.5911
19.31	23.3773	U	0.7955
22.06	16.1302	T	0.5509
24.26	23.9753	T	0.8158
27.33	16.6855	T	0.5678

9 PEAKS > AREA/HT REJECT

18:58 0/04/07

Cromatograma No. 1

Estándar de Acidos Saturados

De arriba a abajo los picos son:

- Acido Láurico (C 12:0)
- Acido Tridecanoico (C 13:0)
- Acido Mirístico (C 14:0)
- Acido Pentadecanoico (C 15:0)
- Acido Palmítico (C 16:0)

N 6 23:03 0/04/09

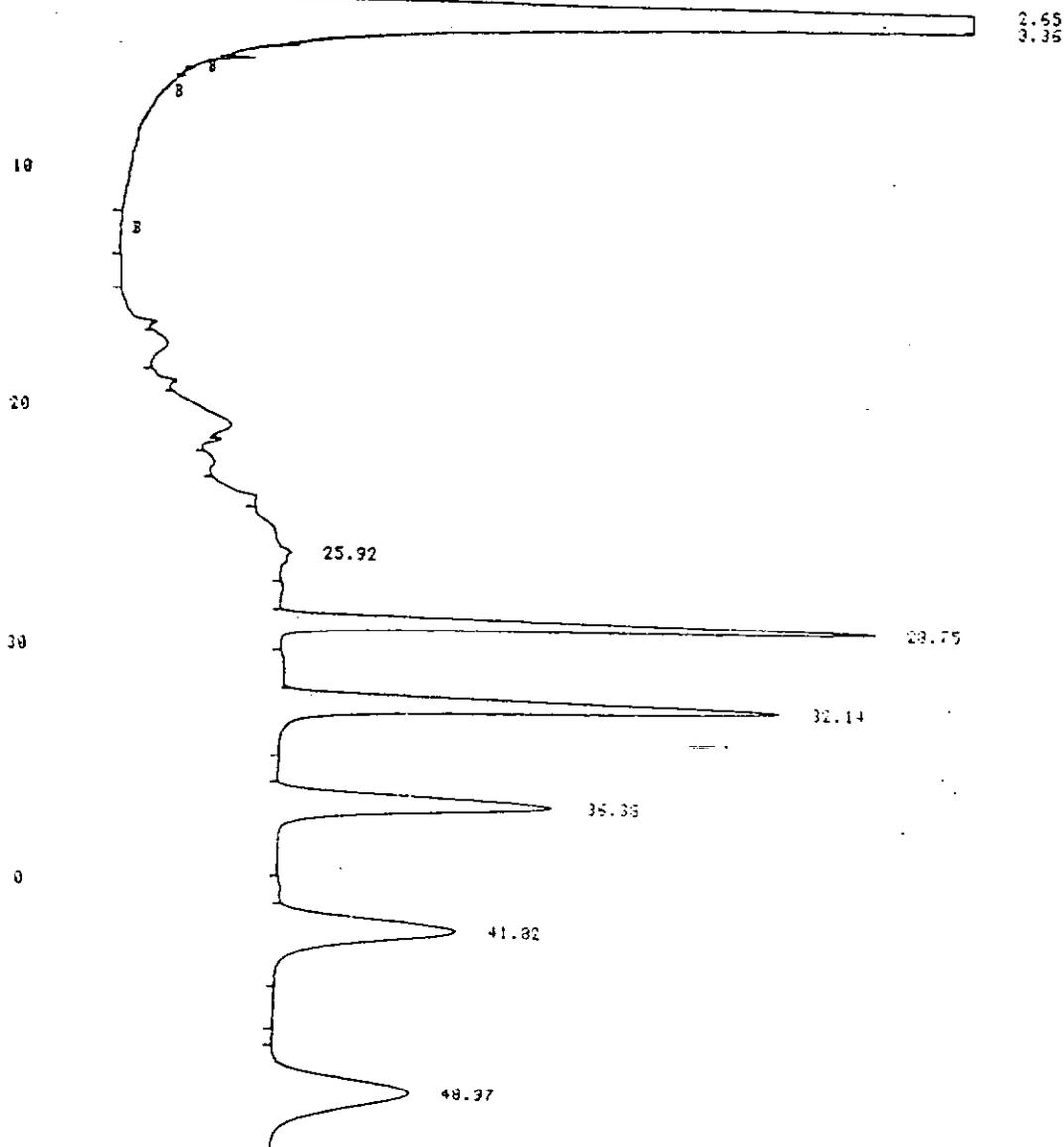
4 6 23:03 0/04/09

METHOD 9 MODIFIED

-40-

4 C. 5

BGN



RUN 6 23:03 0/04/09

METHOD 9 MODIFIED

CALCULATION: 1

RT	AREA	BC	AREA %
2.65	3537.4432	T	96.1875
3.35	23.4167	T	0.6261
25.92	17.4271	T	0.4653
28.75	21.8181	T	0.5833
32.14	25.6953	T	0.6870
36.38	23.1219	T	0.6162
41.82	17.5098	T	0.4681
10.97	13.5942		0.3634

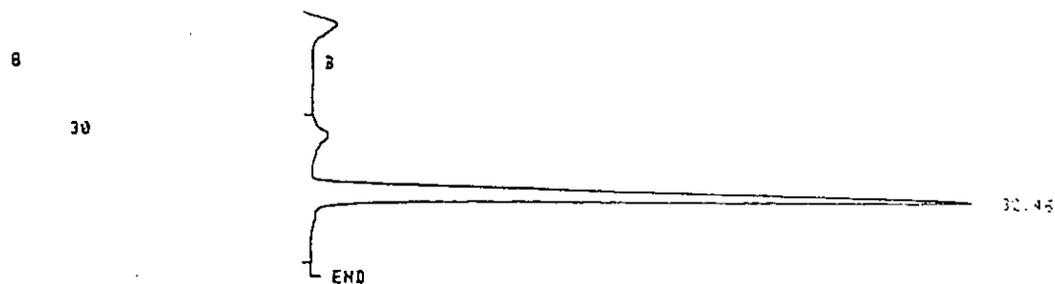
3 PEAKS > AREA/WT REJECT
0:03 0/04/10

Cromatograma No. 2

Estándar de Acidos Saturados

De arriba a abajo los picos son:

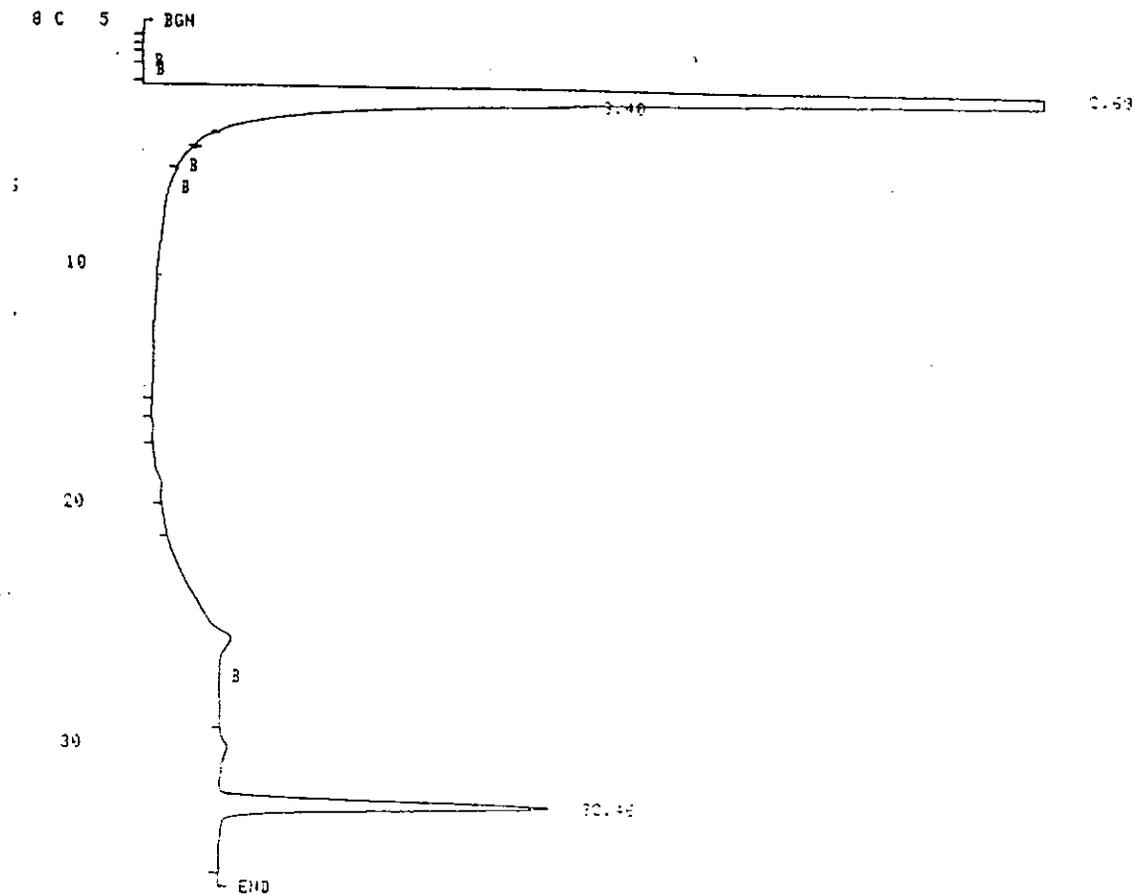
- Acido Heptadecanoico (C 17:0)
- Acido Estearico (C 18:0)
- Acido Nonadecanoico (C 19:0)
- Acido Eicosanoico o araquídico (C 20:0)
- Acido Eneicosanoico (C 21:0)



N 1 11:09 0/04/10

THOD 9 MODIFIED

8 C 5 BGM



RUN 1 11:09 0/04/10

METHOD 9 MODIFIED CALCULATION: 1

RT	AREA	BC	AREA %
2.63	2373.1523	T	98.9325
3.40	18.9216	T	0.6474
32.45	15.1149	U	0.5139

3 PEAKS > WREAPHT REJECT

Cromatograma No. 3

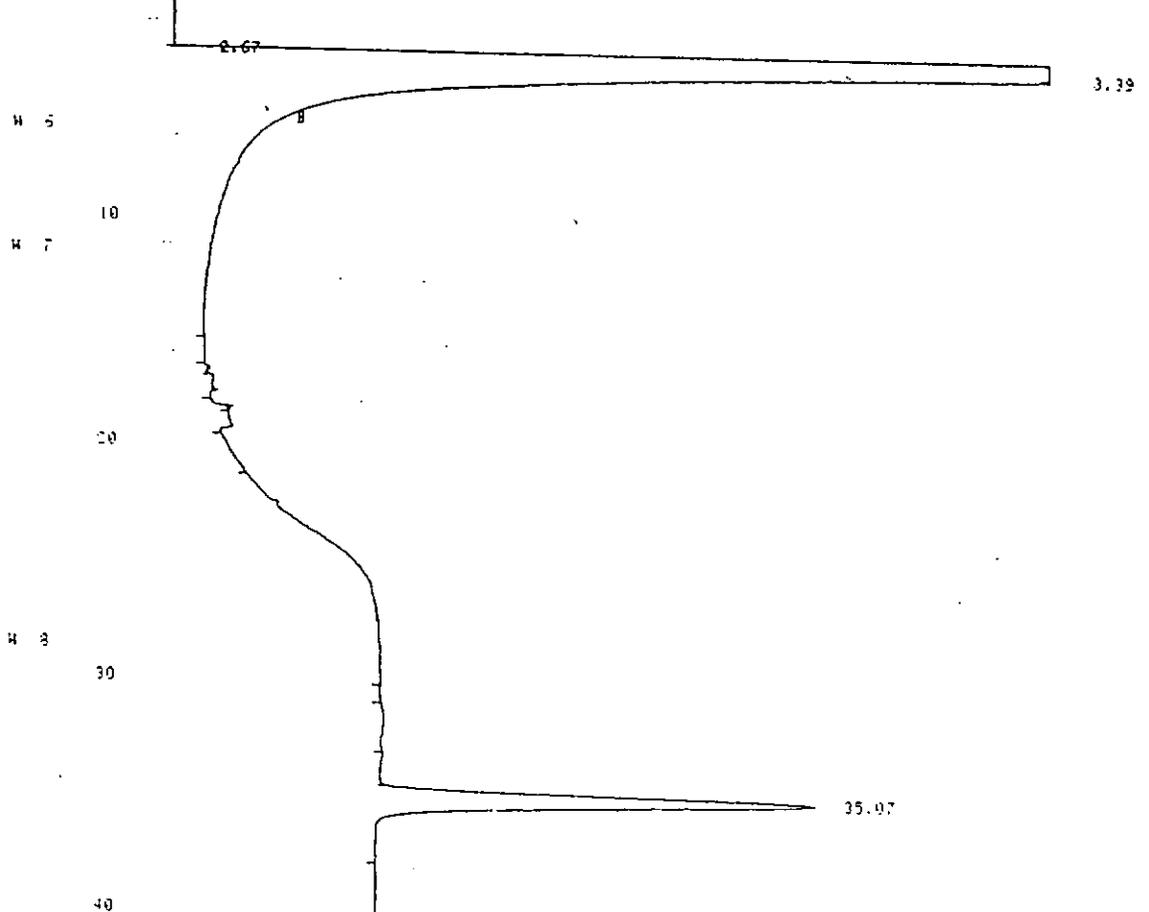
Estándar de Acido Insaturado

Acido Oleico (C-18:1)

RUN 4 2:44 0/04/09

METHOD 9 MODIFIED

A 4 C 5 BGN



RUN 4 2:44 0/04/09

METHOD 9 MODIFIED

CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
2.67	3553.7420	T	98.3528
3.39	27.8686		0.7239
35.07	13.1342	U	0.3661

3 PEAKS > AREA/HT REJECT

Cromatograma No. 4

Estándar de Acido Insaturado

Acido Linoleico (C:18:2)

En las páginas siguientes se presentan los cromatogramas más representativos de los 32 cromatogramas obtenidos para las cuatro marcas de aceite vegetal (maíz, girasol, canola y oliva) y las dos marcas de manteca vegetal estudiadas, cada uno de los cromatogramas tiene una descripción que indica "De arriba a abajo", esto indica que se nombran los ácidos comenzando por el segundo pico presente de arriba a abajo, el primer pico grande que aparece al inicio del cromatograma es el del disolvente hexano (C_6H_{14}).

Además en las páginas 54 a 56, se presentan los cromatogramas de las grasas vacuna, porcina y de pollo. En estos se observan los picos presentes de ácidos grasos con más de 21 átomos de carbono en su estructura, los cuales no se encontraron en las mantecas vegetales analizadas.

METHOD 9 MODIFIED

A 32 C 5

BGN

3:00 -44-

H 6

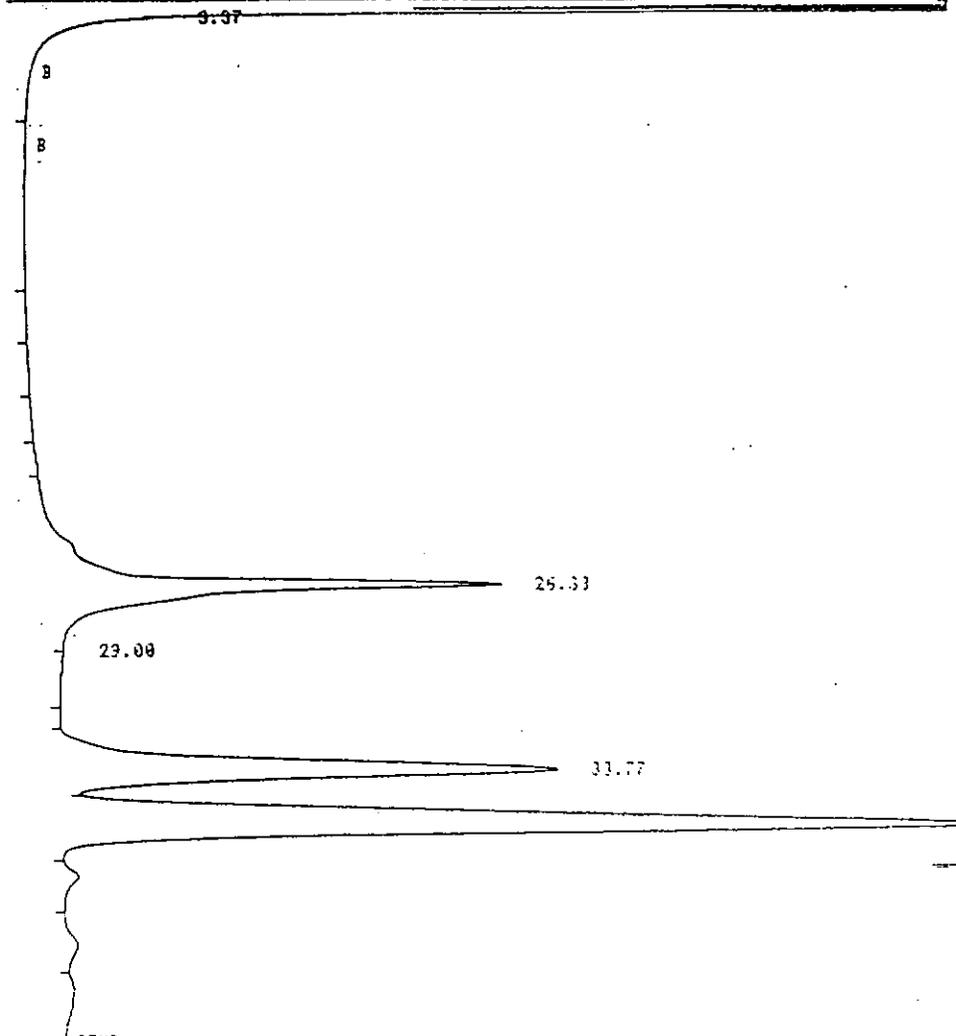
H 7

10

20

30

40



RUN 3 21:02 0/04/08

METHOD 9 MODIFIED CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
2.63	2220.9552	T	63.3315
2.80	499.1031	T	14.2321
3.09	85.6186	T	2.4414
3.37	22.7005		0.6473
26.33	53.2303	T	4.6545
29.00	12.3036	T	0.3508
33.77	163.9783	T	4.8470
35.99	332.9831	T	9.4951

3 PEAKS > AREA/HT REJECT

RUN 3 21:51 0/04/08

RUN 4 21:51 0/04/08

Cromatograma No. 5

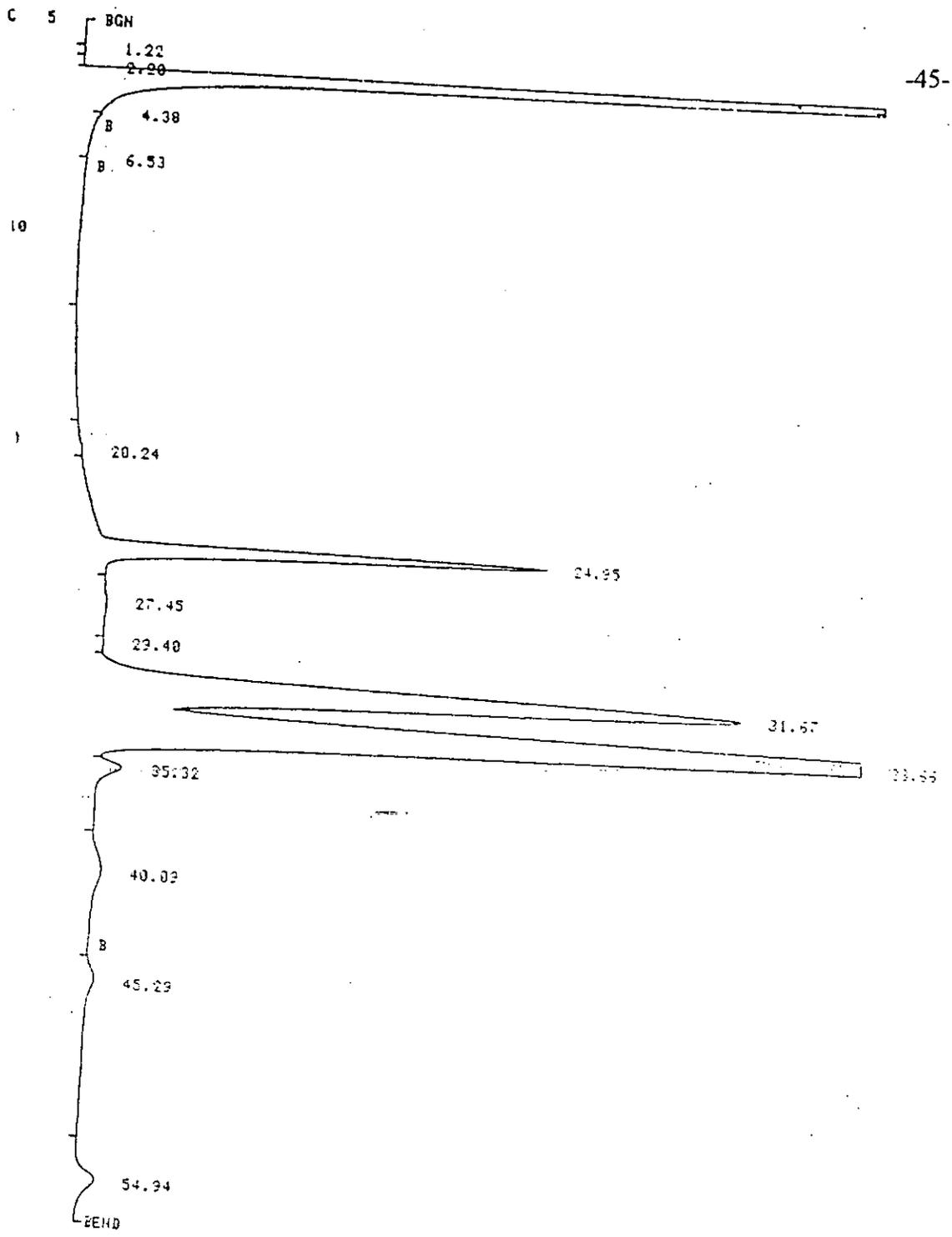
Aceite de Maíz (Marca 1B)

De arriba a abajo los picos son:

Acido Palmítico (C 16:0)

Acido Oleico (C 18:1)

Acido Linoleico (C 18:2)



4 0:25 0/04/08

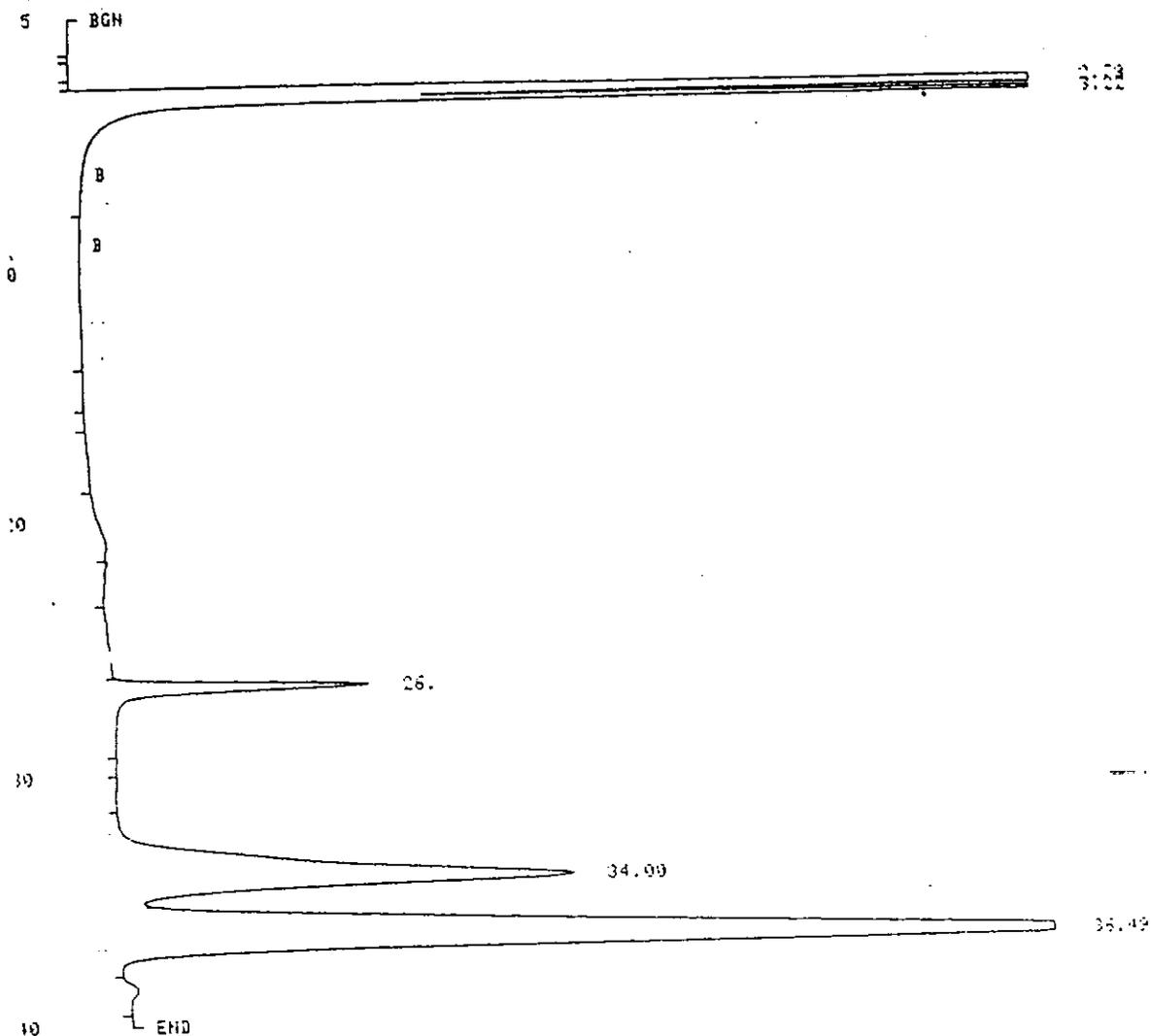
MODIFIED CALCULATION: %

	AREA	SC	AREA %
0	3851.1622	T	73.7056
1	126.0009	T	3.0437
5	120.0379	T	2.8927
5	30.5145	T	0.7371
2	281.0609	T	6.7824
3	491.8831	T	11.8822
3	21.2599	T	0.5135
1	17.7385		0.4285

AKS > AREA/HT REJECT
:25 0/04/08

Cromatograma No. 6
Aceite de Maíz (Marca 3 B)
 De arriba a abajo los picos son:
 Acido Palmítico (C 16:0)
 Acido Oleico (C 18:1)
 Acido Linoleico (C 18:2)

9 MODIFIED



RUN 12 9:04 0/04/09

METHOD 9 MODIFIED CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
2.78	3014.9571	T	80.5855
3.22	119.8636	T	3.2806
26.40	36.8662	T	0.9344
34.00	178.5932	T	4.7688
36.42	394.7407	U	10.5406

5 PEAKS > AREA/HT REJECT

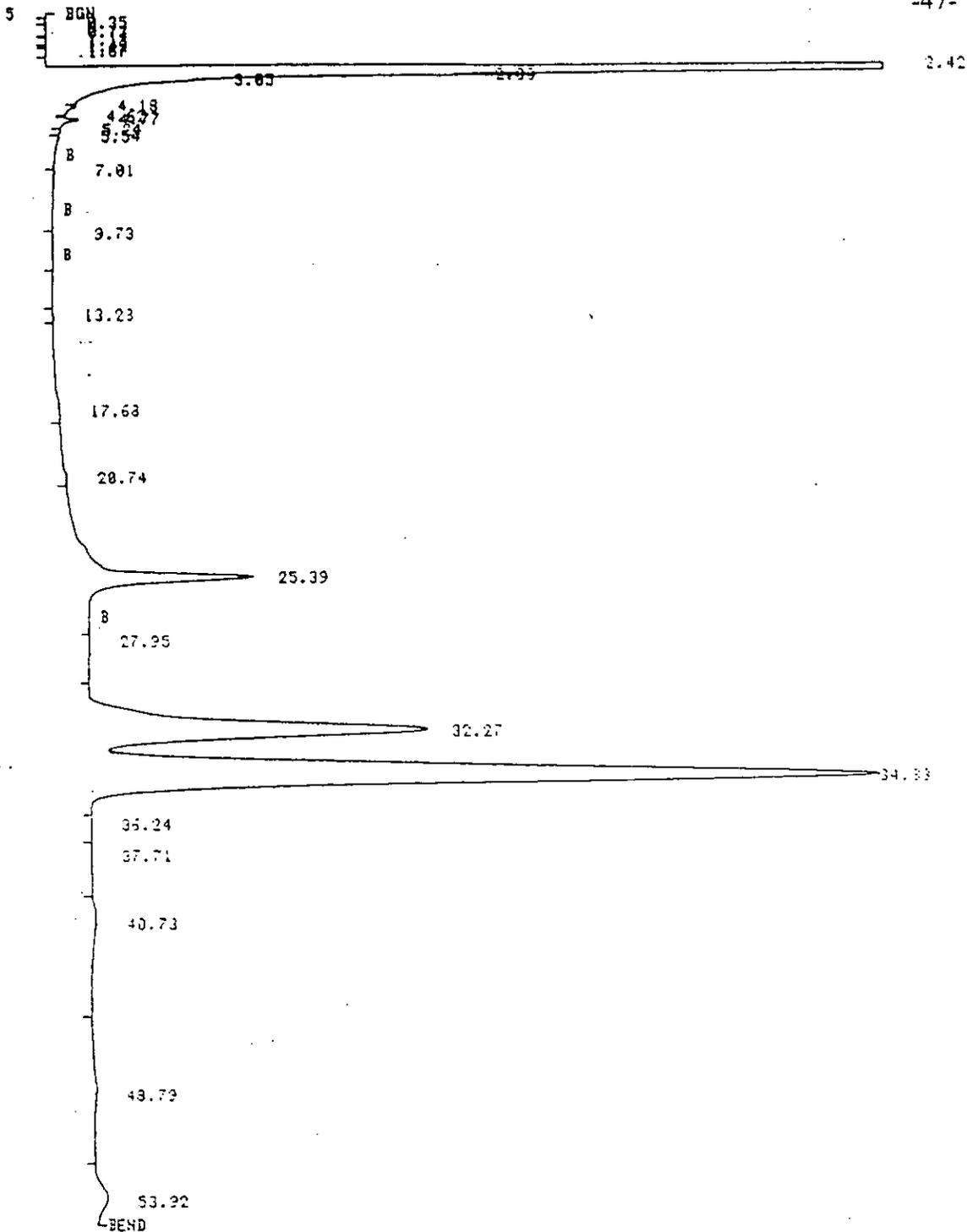
Cromatograma No. 7

Aceite de Girasol (Marca 3 A)

De arriba a abajo los picos son:

- Acido Palmítico (C 16:0)
- Acido Oleico (C 18:1)
- Acido Linoleico (C 18:2)

MODIFIED



IN 7 3:33 0/04/08

METHOD 9 M CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
2.42	2783.7436	T	84.3152
2.83	27.1300	T	0.8217
3.05	26.0463	T	0.7833
4.33	42.1734	T	1.2773
25.27	124.0752	T	3.7580
34.33	298.4228	T	9.0387

6 PEAKS > AREA/HT REJECT

Cromatograma No. 8

Aceite de Girasol (Marca 4 B)

De arriba a abajo los picos son:

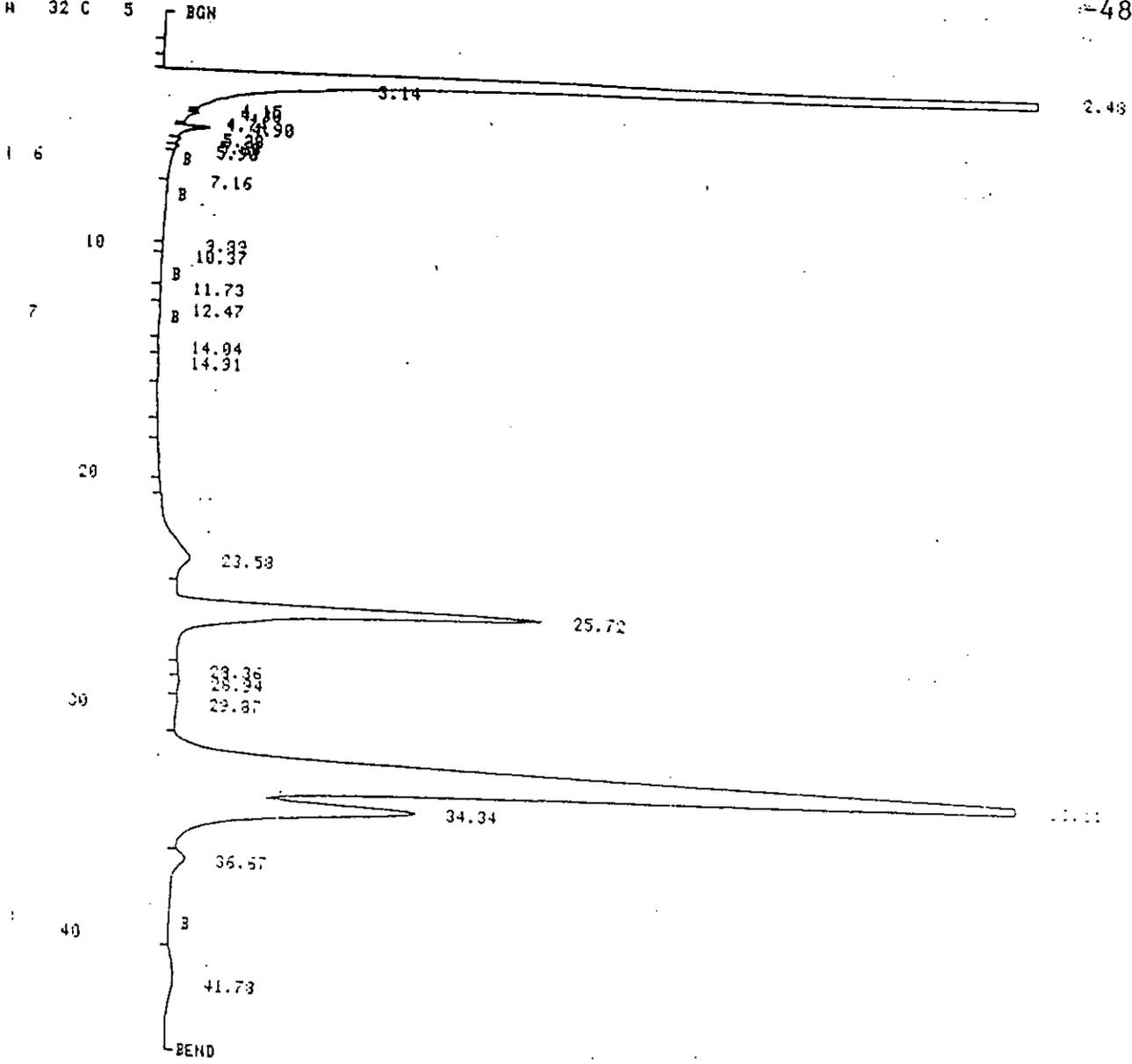
- Acido Palmítico (C 16:0)
- Acido Oleico (C 18:1)
- Acido Linoleico (C 18:2)

RUN 10 6 PEAKS > AREA/HT REJECT
 6:27 0/04/08

METHOD 9 MODIFIED

H 32 C 5

-48-



RUN 10 6:27 0/04/08

METHOD 9 MODIFIED

CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
2.43	3345.5689	T	84.4653
3.14	28.4521	T	0.7183
23.58	18.1504	T	0.4582
25.72	99.6760	T	2.5165
33.11	395.9776	T	9.7220
34.34	83.9527	T	2.1195

6 PEAKS > AREA/HT REJECT

Cromatograma No. 9

Aceite de Oliva (Marca 3 A)

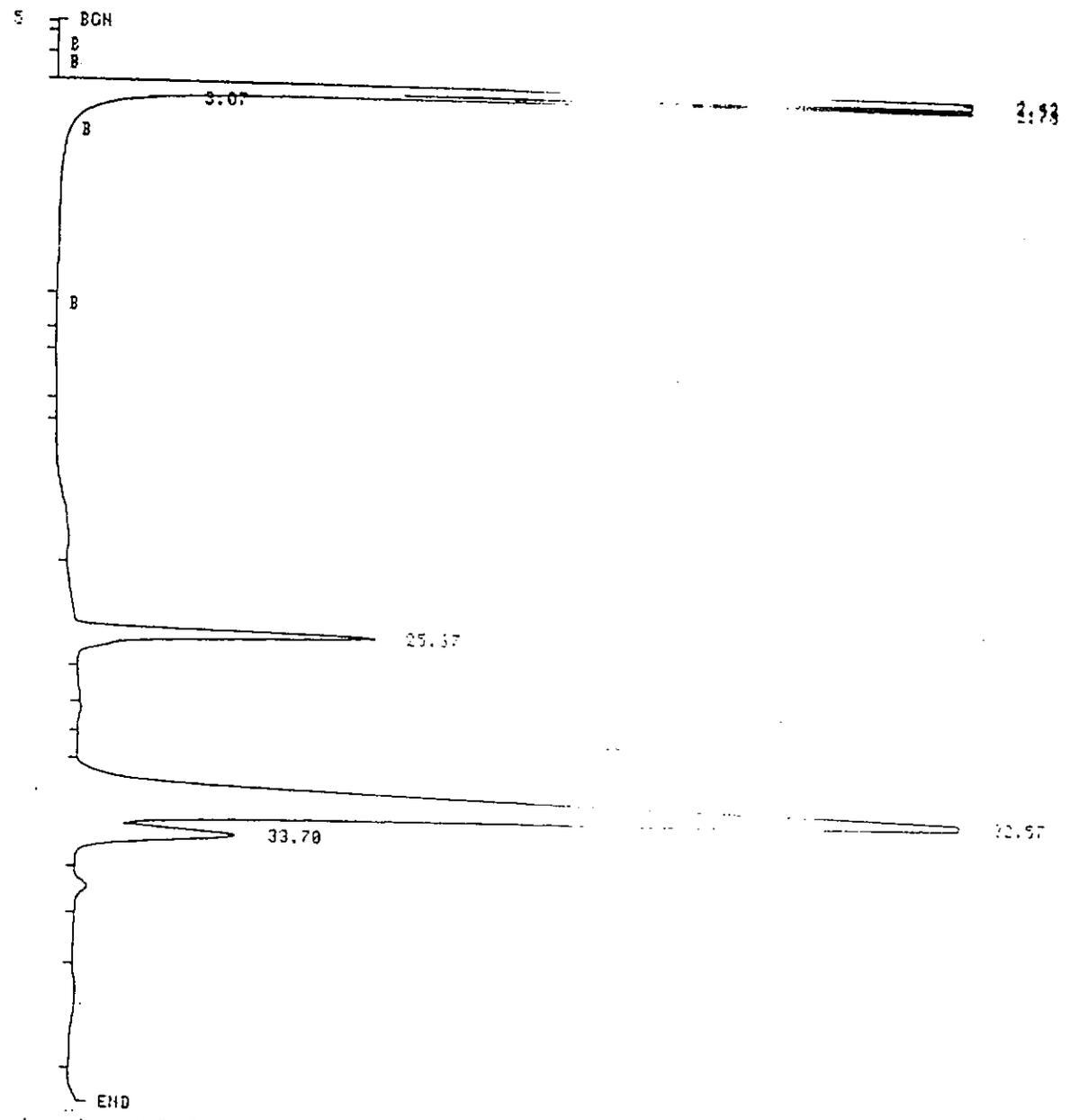
De arriba a abajo los picos son:

- Acido Palmítico (C 16:0)
- Acido Oleico (C 18:1)
- Acido Linoleico (C 18:2)

13:32 0/04/08

MODIFIED 0/04/08

MODIFIED



1 1 13:32 0/04/08

MOD 9 MODIFIED

CALCULATION:

	AREA	BC	AREA %
42	1595.8345	T	63.9127
53	363.5001	T	14.5580
73	57.2553	T	2.6239
07	13.7332		0.5500
37	58.5554	T	2.7436
57	345.2061	T	13.8254
70	42.6998	T	1.7101

PEAKS > AREA/HT REJECT

Chromatograma No. 10

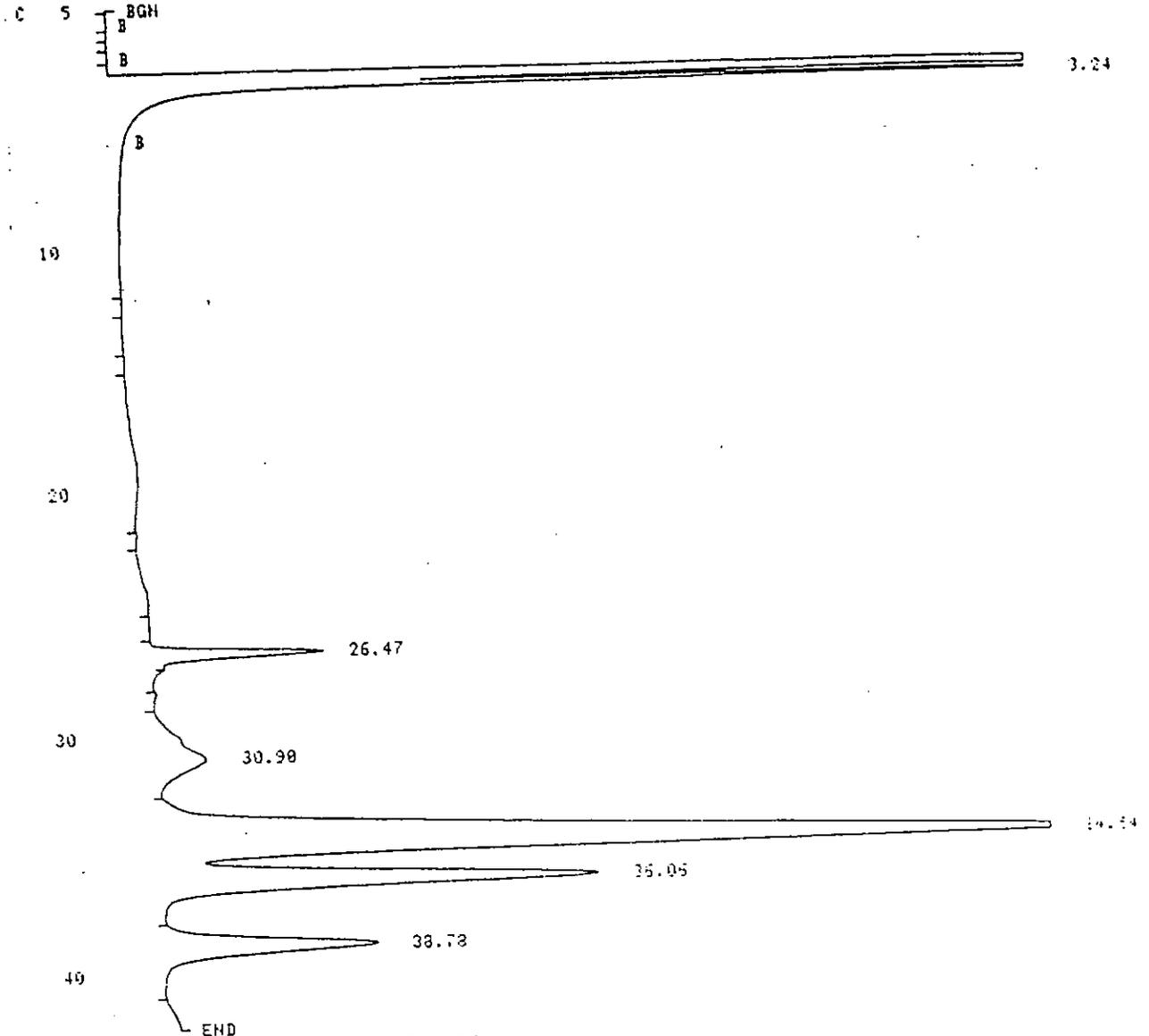
Aceite de Oliva (Marca I B)

De arriba hacia los picos son:

- Acido palmítico (C 16:0)
- Acido Oleico (C 18:1)
- Acido linoleico (C 18:2)

10 7 PEAKS > AREA/HT REJECT
 10 7:30 0/04/09
 10 7:30 0/04/09

DD 9 MODIFIED



RUN 10 END 7:30 0/04/09

RT	AREA	BC	AREA %
2.77	3179.9120	T	82.9963
3.24	85.7142		2.2126
26.47	24.1132	T	0.6224
30.90	32.0520	T	0.8273
34.54	370.9330	T	9.5753
36.06	121.1253	T	3.1267
38.73	53.9896	V	1.5495

7 PEAKS > AREA/HT REJECT

Cromatograma No. 11

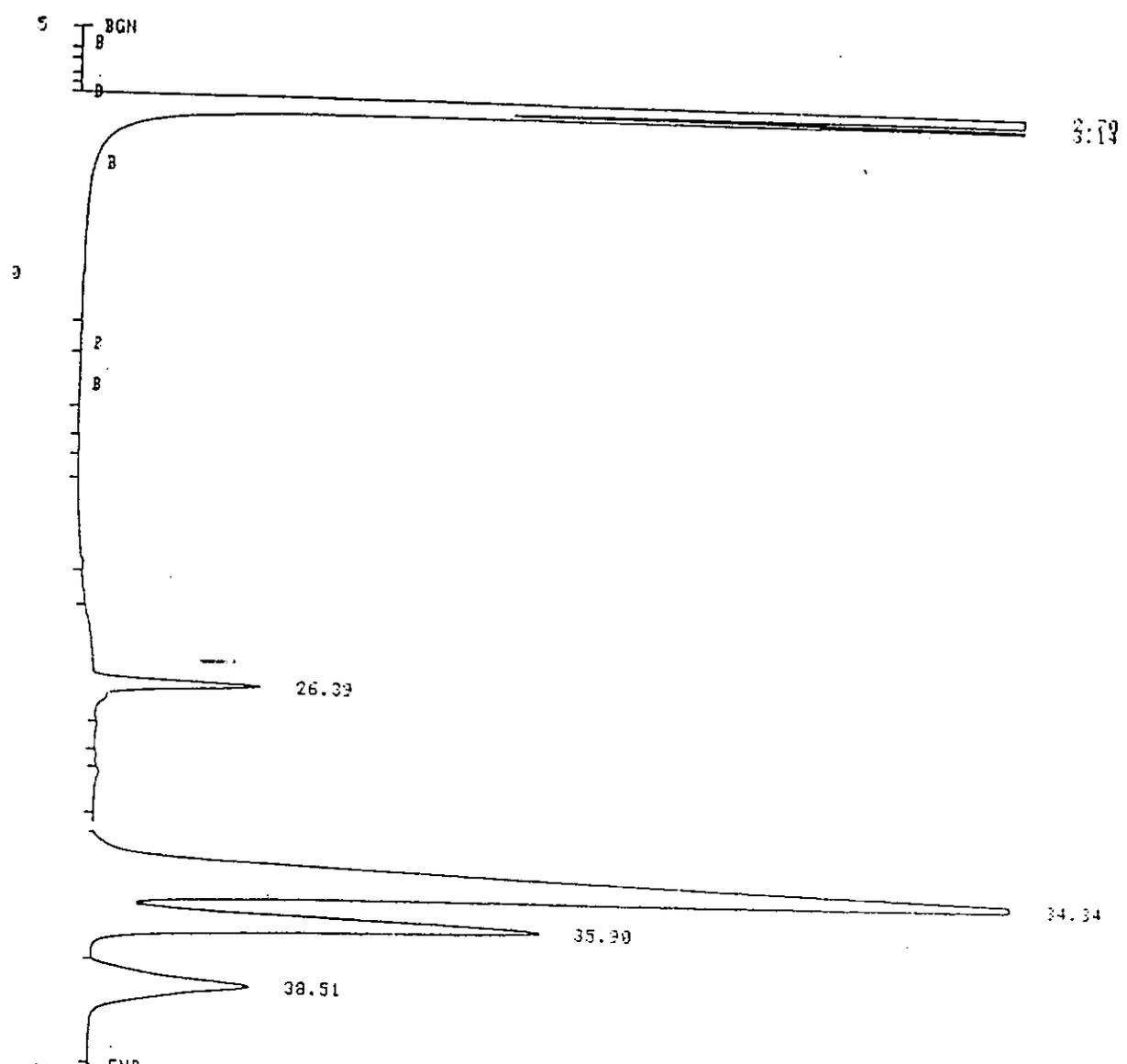
Aceite de Canola (Marca I B)

De arriba a abajo los picos son:

- Acido Palmítico (C 16:0)
- Acido Oleico (C 18:1)
- Acido Linoleico (C 18:2)
- Acido Linolénico (C 18:3)

3:38 8/04/03

MODIFIED



END 3:38 8/04/03

THOD 9 MODIFIED CALCULATION: 2

T	AREA	BC	AREA %
2.70	3139.4302	T	82.3369
3.14	189.8216		2.8341
1.39	35.9842	T	0.9286
1.34	358.4980	T	9.2517
1.90	122.9647	T	3.1733
1.51	57.1606	T	1.4751

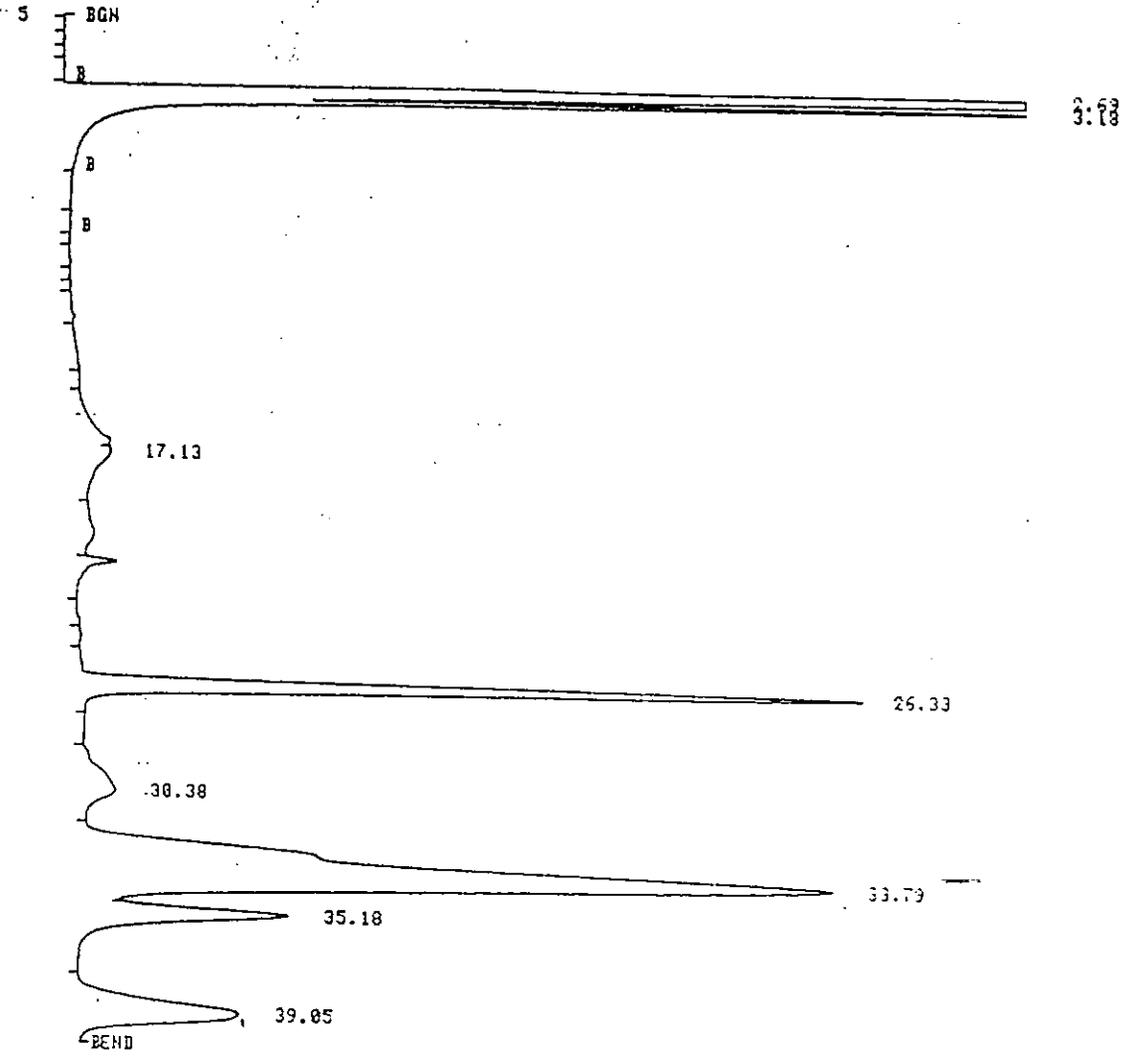
PEAKS > AREA/HT REJECT

Cromatograma No. 12

Aceite de Canola (Marca 2 B)

De arriba a abajo los picos son:

- Acido Palmítico (C 16:0)
- Acido Oleico (C 18:1)
- Acido Linoleico (C 18:2)
- Acido Linolénico (C 18:3)



N 11 2:55 0/04/10

THOD 9 MODIFIED CALCULATION: %

T	AREA	BC	AREA %
2.69	3219.8249	T	83.2430
3.18	76.7433		1.9840
7.13	16.5556	T	0.4280
5.33	111.0434	T	2.8708
3.38	22.7930	T	0.5892
3.79	312.8806	T	8.0089
5.18	58.8115	U	1.5136
1.05	57.3268		1.4820

PBAK10 > 0/04/10 SUBJECT
3:40 0/04/10

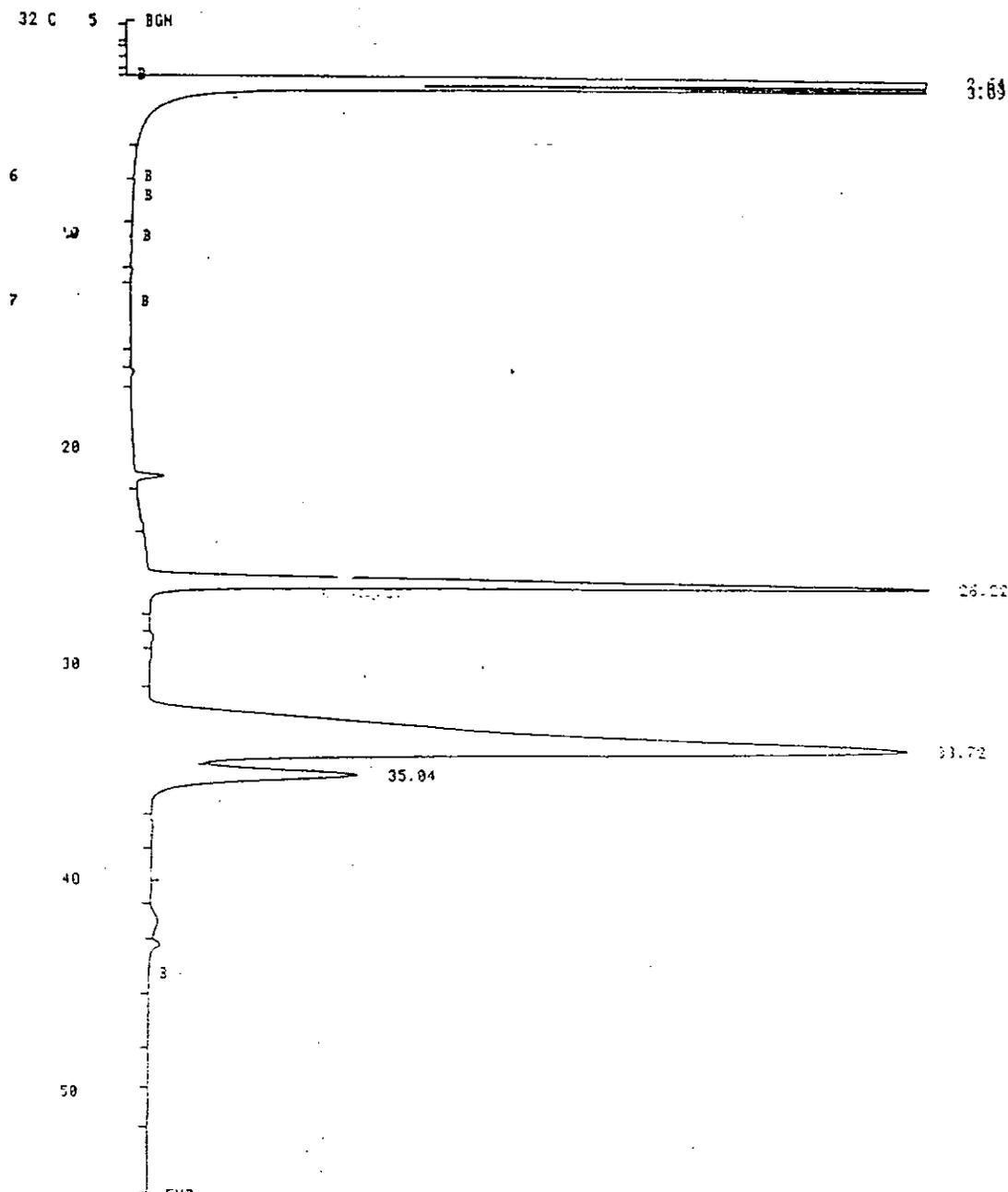
Cromatograma No. 13

Manteca Vegetal Nacional (Marca 1 A)

De arriba a abajo los picos son:

- Acido Palmítico (C 16:0)
- Acido Oleico (C 18:1)
- Acido Linoleico (C 18:2)
- Acido Araquídico (C 20:0)

32 C 5



RUN 7 0:03 0/04/10

METHOD 9 MODIFIED CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
2.54	3100.4889	T	81.4977
3.89	113.5891	T	2.8017
25.22	155.0484	T	3.8243
33.72	417.3494	T	10.2940
35.04	67.7913	T	1.6721

5 PEAKS > AREA/HT. REJECT.

Cromatograma No. 14

Manteca Vegetal Importada (Marca 2 A)

De arriba a abajo los picos son:

- Acido Palmítico (C 16:0)
- Acido Oleico (C 18:1)
- Acido Linoleico (C 18:2)

5000
S
B

-54-

10

10

3

25.00

27.53

29.63

50.00

50.33

Cromatograma No. 15

GRASA VACUNA

BEND

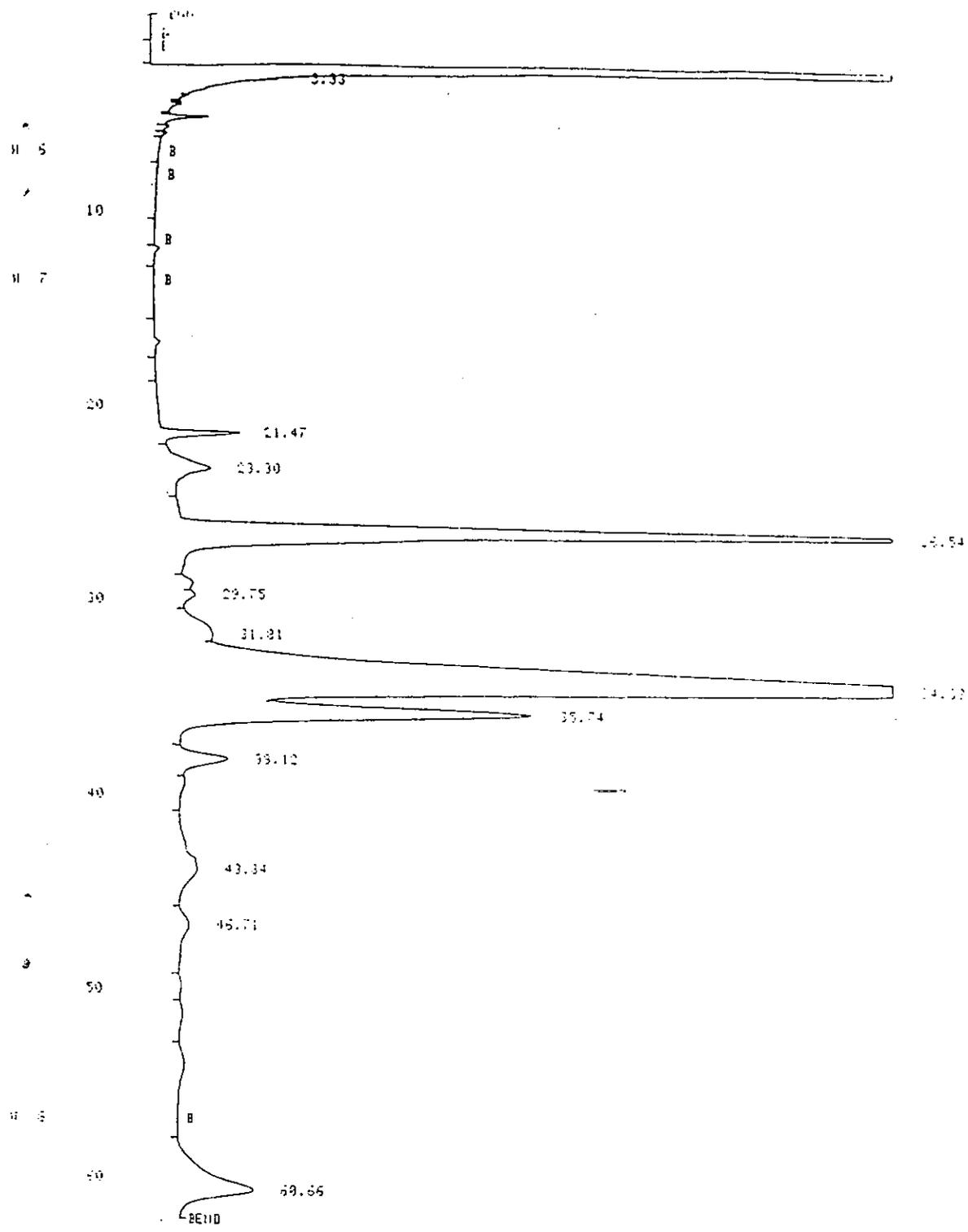
JN 4 3:17 0/04/10

METHOD 9 MODIFIED CALCULATION: %

RT	AREA	BC	AREA %
2.53	3809.0249	T	94.5990
3.33	21.5303		0.5347
6.00	53.0109	T	1.4407
7.58	35.8535	T	0.8904
9.63	19.2913	T	0.4791
10.02	21.2808	T	0.5285
20.33	61.5804		1.5273

7 PEAKS > AREA/HT REJECT

3:29 0/04/10



RUN 4 10:33 0/04/08

METHOD 9 MODIFIED CALCULATION: 1

RT	AREA	BC	AREA %
2.52	3123.0739	T	72.5035
3.33	22.5936	T	0.5130
21.47	13.9273	T	0.3133
23.30	22.1473	T	0.6618
26.54	254.9385	T	6.0158
29.75	12.0482	T	0.2735
31.91	30.7473	T	0.6981
34.33	567.0413	T	12.6755
35.74	141.1622	T	3.2053
38.12	25.5091	T	0.5792
43.84	37.5299	T	0.8521
46.71	17.0158	T	0.3863
49.66	49.3345	T	1.1213

Cromatograma No. 16
GRASA PORCINA

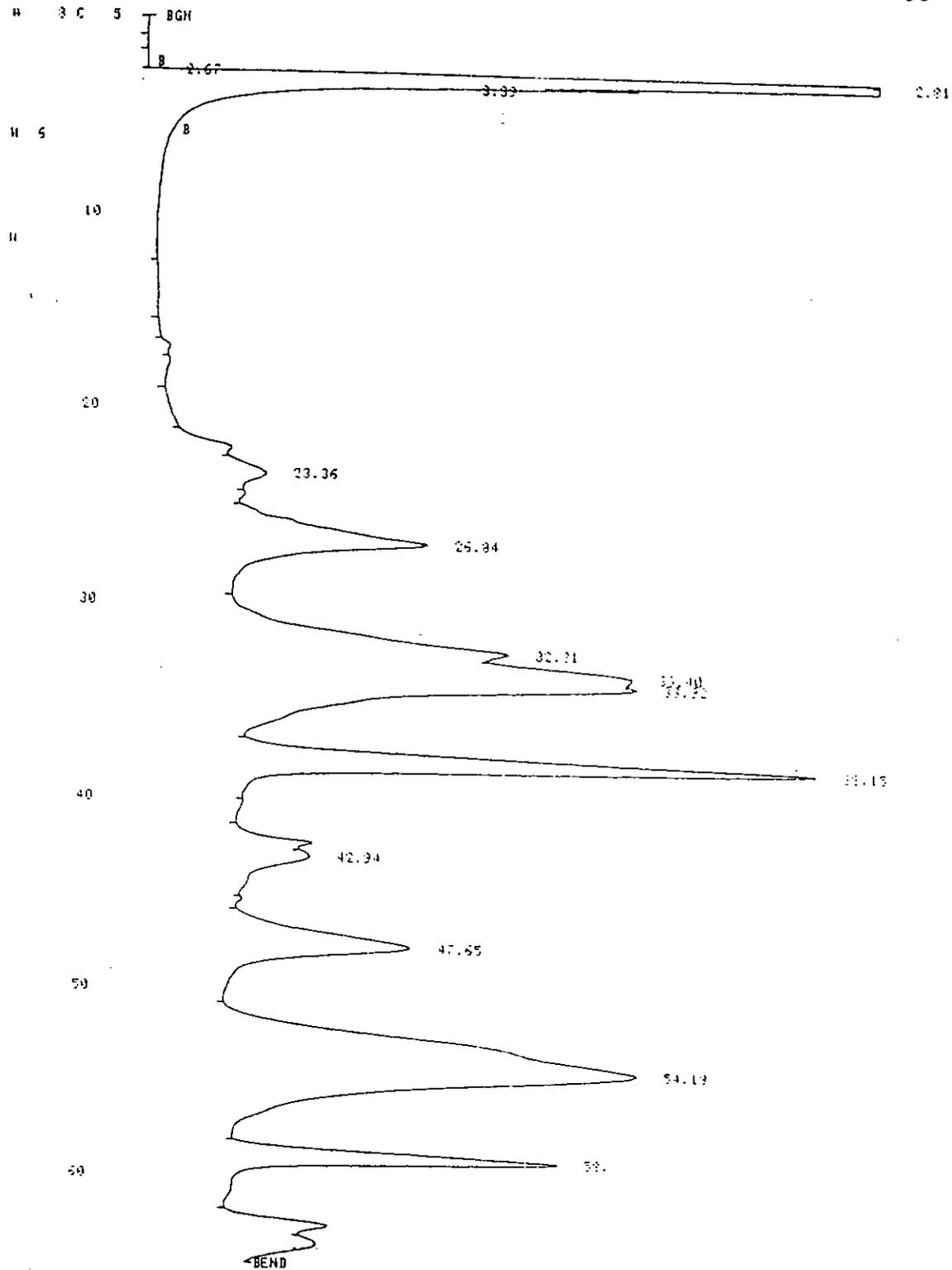
13 PEAKS > AREA/HT REJECT

RUN 1 4:54 0/04/10

METHOD 9 MODIFIED

-56-

W 3 0 5



RUN 1 4:54 0/04/10

METHOD 9 MODIFIED

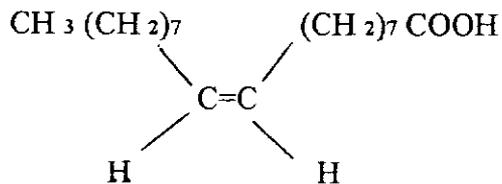
CALCULATION: %

Cromatograma No. 17

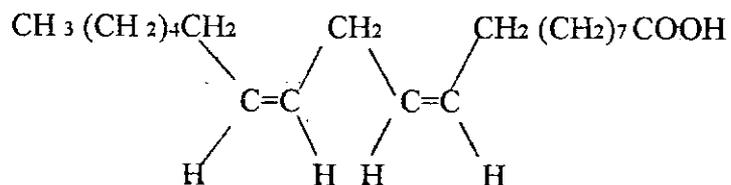
GRASA DE POLLO

RT	AREA	BC	AREA %
2.97	2035.6145	T	67.0214
2.81	458.2053	T	14.6651
3.32	17.0688	T	0.5462
23.36	15.3901	T	0.4924
26.94	59.4776	T	1.9032
32.31	56.1571	T	1.7970
33.40	52.1355	T	1.6633
33.92	61.8806	T	1.9801
33.15	70.3802	T	2.2521
42.94	19.8052	T	0.6337
47.65	43.3775	T	1.3860
54.18	142.9454	T	4.5742

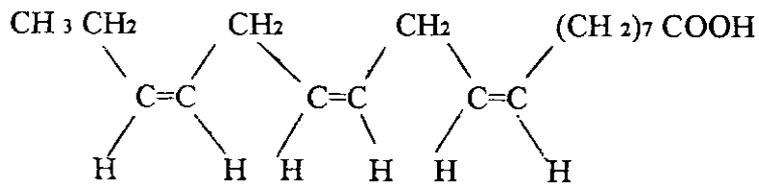
ACIDOS GRASOS ESENCIALES



Acido cis -Oleico

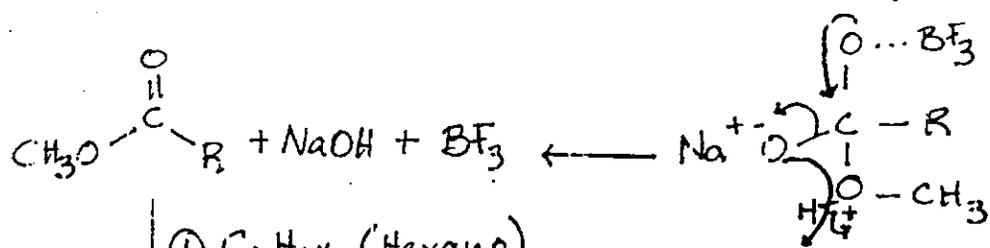
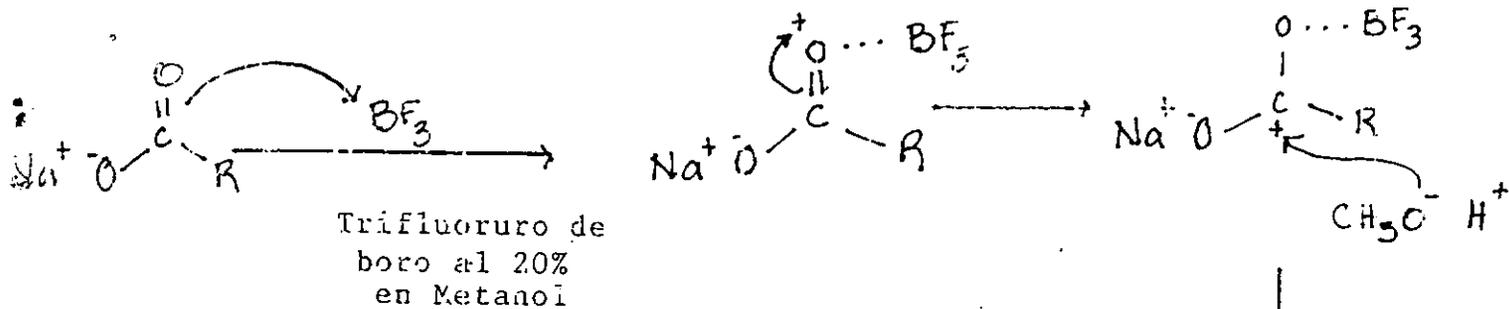
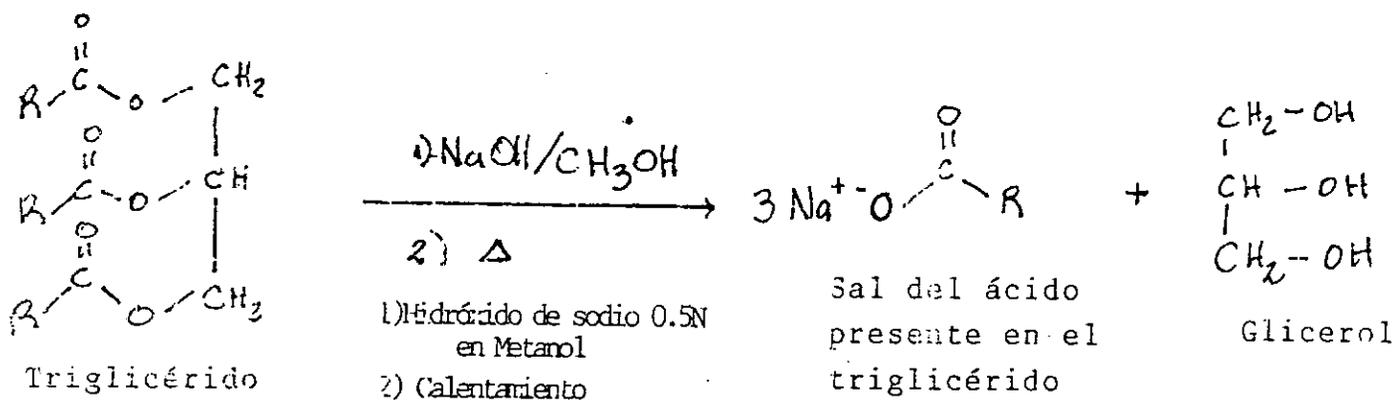


Acido cis - Linoleico

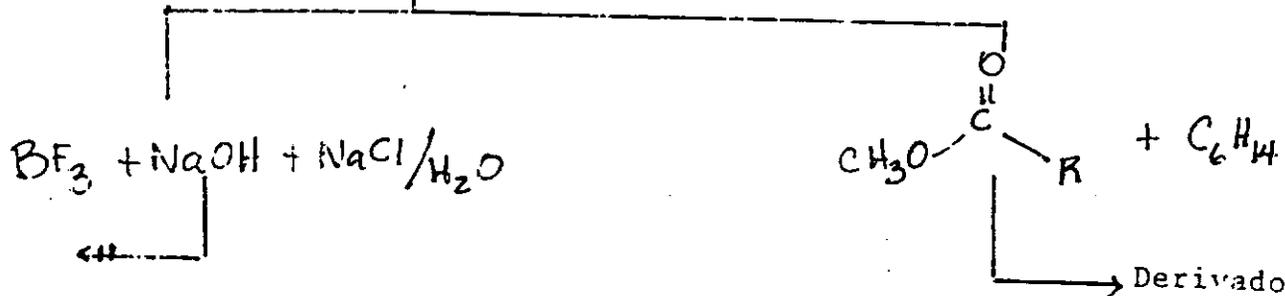


Acido cis - Linolénico

POSIBLE MECANISMO PARA LA OBTENCION DEL DERIVADO METILADO DE LOS ACIDOS GRASOS DE LAS GRASAS ANALIZADAS

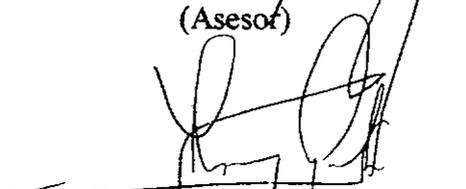


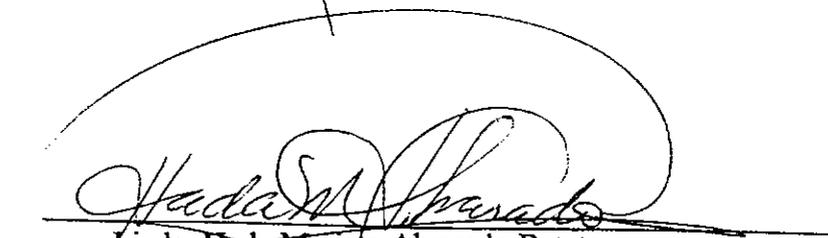
- ① C₆H₁₄ (Hexano)
- ② NaCl/H₂O




Br. Edgar Federico Gudiel Villatoro
(Estudiante)


Lic. José Roberto Behavides Sosa
(Asesor)


Lic. Rony Estuardo Ayala Jiménez
(Director Escuela de Química)


Licda. Hada Marieta Alvarado Beteta
(Decana de la Facultad)