



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS
LIBRES MO-MAN009 SEC II EDICIÓN 05 vrs MÉTODO AOCS Ca 5^a-40.**

Juan Luis Arriola Illescas
Asesorado por el Ing. Mario Perez Archila

Guatemala, noviembre de 2008

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS
LIBRES MO-MAN009 SEC II EDICIÓN 05 vrs MÉTODO AOCS Ca 5^a-40.**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

JUAN LUIS ARRIOLA ILLESCAS

ASESORADO POR EL ING. MARIO PEREZ ARCHILA
AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, NOVIEMBRE DE 2008

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	Inga. Glenda Patricia García Soria
VOCAL II	Inga. Alba Maritza Guerrero de López
VOCAL III	Ing. Miguel Ángel Dávila Calderón
VOCAL IV	Br. José Milton De León Bran
VOCAL V	Br. Isaac Sultán Mejía
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivónne Véliz Vargas

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Herbert René Miranda Barrios
EXAMINADOR	Ing. Rodolfo Francisco Espinoza Smith
EXAMINADOR	Ing. Otto Raúl de León de Paz
EXAMINADOR	Inga. Adriana Etelvina Grimaldi
SECRETARIA	Inga. Gilda Marina Castellanos Baiza de Illescas

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación .
titulado:

**VALIDACIÓN DEL MÉTODO DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS
LIBRES MO-MAN009 SEC II EDICIÓN 05 vrs MÉTODO AOCS Ca 5ª-40,**

tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería
Química, el 13 de mayo de 2008.



Juan Luis Arriola Illescas

Guatemala, 25 de Agosto del 2008

Ingeniero William Alvarez.

Director de la Escuela de Ingeniería Química

Facultad de Ingeniería

Universidad de San Carlos de Guatemala

Presente.

Señor Director

Por medio de la presente me dirijo a usted para informarle por medio de la presente que he revisado el trabajo de graduación titulado **"VALIDACION DEL METODO DE DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS LIBRES MO-MAN009 SEC II ED 05, vrs METODO AOCS Ca 5a-40"**

del estudiante Juan Luis Arriola Illescas con carné 92-13119.

Considero que el mismo cumple con los requisitos necesarios para su aprobación debido a que sin duda será un documento de gran utilidad para el sector industrial, como de referencia para estudiantes interesados en el tema.

Atentamente,

Ing Mario Pérez

Colegiado 827

ING. QCO. MARIO PEREZ
COLEGIADO No. 827



**UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

Guatemala, 05 de Noviembre de 2008
Ref. EI.Q.333.2008

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el Acta TG-097-08-B-IF le informo que reunidos los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del informe final del trabajo de graduación, para optar al título de INGENIERO QUÍMICO al estudiante universitario **JUAN LUIS ARRIOLA ILLESCAS**, identificado con carné No. **1992-13119**, titulado: **"VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS LIBRE MO-MAN009 SEC II ED 05, vrs METODO AOCS Ca 5A-40"**, el cual ha sido asesorado por el Ingeniero Químico Mario Pérez, como consta en el Acta.

Habiendo encontrado el referido informe final **satisfactorio**, se procede a recomendarle autorice al estudiante **Arriola Illescas** proceder con los trámites requeridos de acuerdo a normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

Inga. Teresa Lisely de León Arana, M.Sc.

COORDINADORA
Tribunal que revisó el informe final
Del trabajo de graduación



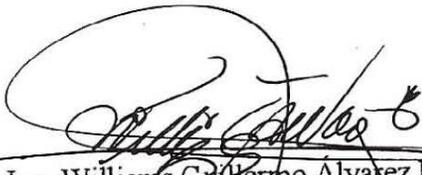
ESCUELA DE
INGENIERIA QUIMICA

C.c.: archivo



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

El Director de la Escuela de Ingeniería Química Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía, M.Sc. Después de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el trabajo de graduación del estudiante **Juan Luis Arriola Illescas** titulado: **“VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS LIBRES MO-MAN009 SEC II EDICIÓN 05 vrs MÉTODO AOCS Ca 5ª-40”**, procede a la autorización del mismo, ya que reúne rigor, coherencia y calidad requeridos.


Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía M.Sc.
DIRECTOR ESCUELA INGENIERÍA QUÍMICA



Guatemala, noviembre de 2,008

C.c.: archivo



El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS LIBRES MO-MAN009 SEC II EDICIÓN 05 vrs MÉTODO AOCS Ca 5^a-40**, presentado por el estudiante universitario **Juan Luis Arriola Illescas**, procede a la autorización para la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.


Ing. Murphy Olympo Paiz Reinos
DECANO



Guatemala, noviembre de 2008

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	V
LISTA DE SÍMBOLOS	VII
GLOSARIO	IX
RESUMEN	XIII
JUSTIFICACIÓN	XV
HIPÓTESIS	XVII
OBJETIVOS	XVII
INTRODUCCIÓN	XIX
1. ANTECEDENTES	1
2. MARCO TEÓRICO	2
2.1 Aceites & Grasas....	2
2.1.1 Cristalización	6
2.1.2 Filtración	7
2.1.3 Reacciones	9
2.1.3.1 Formación de color	9
2.1.3.2 Oxidación	9
2.1.3.3 Polimerización	10
2.1.3.4 Hidrólisis	11
3. MARCO METODOLÓGICO	13
3.1 Universo de trabajo	13
3.2 Medios	13
3.2.1 Recursos humanos	13
3.2.2 Recursos institucionales	13

3.2.3 Recursos materiales	14
3.2.3.1 Equipo	14
3.2.3.2 Reactivos	14
3.3 Preparación de muestras	14
3.4 Proceso de realización de análisis	15
3.5 Procedimiento de análisis por el método MO-MAN009	15
3.5.1 Generalidades	15
3.5.2 Materiales y equipo	16
3.5.2.1 Cristalería	16
3.5.3 Reactivos y soluciones	16
3.5.4 Procedimiento	16
3.5.5 Recomendaciones	17
3.5.6 Cálculos	17
3.6 Determinación de Ácidos Grasos Libres por medio del Método AOCS Ca 5 ^a -40	18
3.6.1 Alcance	18
3.6.2 Generalidades	18
3.6.2.1 Principio del método	18
3.6.2.2 Equipo y materiales	18
3.6.2.3 Reactivos	19
3.6.4 Procedimiento	19
3.7 Diseño experimental	20
3.8 Desarrollo del trabajo de investigación	23
3.8.1 Tablas	23
3.8.2 Gráficas	23
3.8.3 Conclusiones	23
4. RESULTADOS	25

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	31
CONCLUSIONES	37
RECOMENDACIONES	39
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	41
ANEXOS	43

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1	Línea de tendencia de datos de ingreso, según AOCS	25
2	Línea de tendencia de datos de ingreso, según MOMAN	26
3	Línea de tendencia de datos de proceso, según AOCS	26
4	Línea de tendencia de datos de proceso, según MOMAN	27
5	Comparación de datos obtenidos entre ambas metodologías a su ingreso	27
6	Comparación de Valores de correlación entre ambas metodologías a su ingreso	28
7	Comparación de datos obtenidos entre ambas metodologías en proceso	28
8	Comparación de Valores de correlación entre ambas metodologías a su ingreso	29
9	Curva de gasto de titulante (NaOH ml) contra % de ácidos grasos libres obtenidos por la metodología AOCS	49
10	Recta de regresión obtenida de la curva de gasto de titulante (NaOH ml) contra % de ácidos grasos libres obtenidos por la metodología AOCS	49
11	Curva de gasto de titulante (NaOH ml) contra % de ácidos grasos libres obtenidos por la metodología MO-MAN009	50
12	Recta de regresión obtenida de la curva de gasto de titulante (NaOH ml) contra % de ácidos grasos libres obtenidos por la metodología MO-MAN009.	50

TABLAS

I	Toma de muestra según porcentaje de acidez	19
II	Resultados	25
III	Muestreo realizado en diferentes etapas del proceso de fritura con aceite de Oleina de palma obteniendo como resultado:	26
IV	Sumatoria de Tiempos (Seg) en doce análisis	29
V	Composición de ácidos grasos de aceite de Oleina de Palma. Gasto de reactivo en titulación y porcentaje de AGL	43
VI	correspondiente a la metodología AOCS con muestras a la recepción del aceite Gasto de reactivo en titulación y porcentaje de AGL	44
VII	correspondiente a la metodología MOMAN009 con muestras a la recepción del aceite Gasto de reactivo en titulación y porcentaje de AGL	45
VIII	correspondiente a ambas metodologías AOCS y MOMAN009 durante el proceso de fritura.	46
IX	Valores para encontrar recta de regresión; metodología AOCS	47
X	Valores para encontrar Recta de Regresión; Metodología MOMAN009	48
XI	Tiempos de análisis entre ambas metodologías	51

LISTA DE SÍMBOLOS

ml	Mililitros
Ppm	Partes por Millón
cm ²	Centímetros Cuadrados
°C	Grados Celcius
G	Gramos
Min	Minutos
°F	Grados Farenheit
Std	Estándar
W/W	Peso / peso
AOCS	The American Oil Chemist Society
%	Porcentaje
AGL	Ácidos grasos libres
RBD	Refinado, blanqueado y desodorizado
N	Normal (normalidad)
Nm	nanómetros (medida de longitud de onda).
MO-MAN009	Codificación interna de la Empresa, para el análisis de acidez en aceite de palmoleina
NaOH	Hidróxido de Sodio
<i>KOH</i>	Hidróxido de Potasio
SFI	Solid Fat Index

GLOSARIO

- Absorción:** Retención de un aceite o grasa por un alimento que se ha freído. Es deseable que exista cierta cantidad de absorción de grasas para obtener sabor y calidad.
- Aceites y grasas comestibles:** Son productos de origen animal o vegetal cuyos constituyentes principales son glicéridos naturales de los ácidos grasos, conteniendo como componentes menores otros líquidos.
- Ácidos grasos:** Unidad química que ocurre naturalmente, tanto de manera unitaria como combinada, que consisten en átomos fuertemente eslabonados de carbón e Hidrógeno en una estructura tipo cadena. Al final de la cadena hay un grupo ácido reactivo compuesto de carbón Hidrógeno y Oxígeno. Este grupo ácido permite la reacción con el glicerol para ser del ácido graso una unidad fundamental de la molécula de grasa triglecerida.
- Ácidos grasos insaturados** Son ácidos grasos que contienen uno o más enlaces múltiples carbono-carbono

Ácidos grasos libres:	Los ácidos grasos ligados a los monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos pueden liberarse bajo ciertas condiciones para obtener ácidos libres. Tales ácidos son denominados ácidos grasos libres.
Aceite de Palma:	Se obtiene por extracción mecánica del fruto de la palma (<i>Elaeis guineensis</i>) y se puede complementar con extracción por solventes.
Antioxidante:	La presencia de estas sustancias retrasa o interfiere en la reacción de la grasa o aceite ante el Oxígeno. Agregar antioxidante retrasa el desarrollo de la rancidez e incrementa la estabilidad y la vida de anaquel.
Fraccionamiento:	Técnica de cristalización y separación controlada que implican el uso de disolventes, detergentes aprobados o simplemente mediante el prensado en frío, que separa las fracciones suaves y duras de una grasa.
Exactitud:	Se refiere a que tan cercano está el valor calculado o medido del valor verdadero.

Hidrólisis:	Reacción química que implica una descomposición molecular mediante una reacción con agua, en el caso de los aceites se produce un ácido graso y glicerina.
Precisión:	Se refiere a qué tan cercano está un valor individual medido o calculado con respecto a los otros.
Refinación Física:	Proceso de refinación de aceites que se compone de los siguientes pasos: desgomado (tratamiento ácido), decoloración, desodorización.
Titulación	Procedimiento que se emplea para determinar la concentración de una solución, agregando poco a poco una solución a otra.

RESUMEN

El presente trabajo consiste en realizar una validación entre dos metodologías utilizadas para realizar el análisis de Ácidos Grasos libres en aceite; tomando como punto de base la AOCS American Oil Chemistry Society y el método MOMAN009, utilizado en una compañía de Frituras.

Para realizar la validación se tomó como partida que la metodología MOMAN debía de obtener un factor de correlación de 0.998 con respecto a la metodología internacional, es decir, AOCS.

De igual manera se evaluó la eficiencia operativa de ambas metodologías, es decir, el tiempo con el cual se realizaba dichos análisis en una corrida de 12 muestras, obteniendo un promedio aritmético para constatar la diferencia entre las mismas.

Tomando en cuenta lo anterior, se concluirá si se realizará el cambio de la metodología para beneficio de la organización y/o mejora del tiempo de respuesta al realizar el análisis respectivo.

JUSTIFICACIÓN

En la industria de fritura total se utilizan diversos tipos de aceites vegetales desodorizados, tales como el aceite de Girasol, soya y la oleina de palma. Se utiliza más frecuentemente el aceite de Oleina de Palma por ser la materia prima de menor costo; y sobre todo por su estabilidad debido a su menor cantidad de ácidos grasos insaturados que lo conforman.

En la industria de la fritura, conocer el contenido de ácidos grasos libres en los aceites es un indicador de estabilidad del aceite. Por la experiencia se ha tomado como norma el que el porcentaje de acidez al ingresar el aceite a la planta debe de contener como máximo 0.05% de acidez, ya que por arriba de este valor, se disminuye el rendimiento y utilización del mismo dentro del proceso de la planta y por consiguiente existe la probabilidad que afecte la vida de anaquel de los productos fritos. Sin embargo, se tienen diferentes análisis determinantes para la recepción del aceite, tal como, el índice de peróxido, el valor de Anisidina y el índice de yodo entre otros.

Por todo ello, las empresas que trabajan en la elaboración de productos fritos necesitan disponer de métodos adecuados para controlar sus procedimientos de fritura, que les permitan asegurar una calidad sensorial óptima y una buena estabilidad para sus productos. Además, también es interesante que puedan en todo momento evaluar el estado de alteración del medio de fritura graso, para que puedan obtener el máximo rendimiento, pero sin alcanzar niveles excesivos que comprometan la calidad y seguridad del producto frito obtenido. Estos métodos analíticos de control deben ser sencillos y rápidos para que su aplicación pueda realizarse por parte de cualquier tipo de industria, sin excesivos requisitos técnicos, humanos y materiales.

No obstante, estos métodos simplificados suelen presentar el riesgo de permitir sólo un control analítico aproximado, dando lugar a errores cuando no se utilizan adecuadamente. Por esta razón, es necesario conocer como se correlacionarían los resultados de la aplicación de dichos métodos, con los de otros métodos analíticos más complejos, cuyos resultados son más fiables y con mayor capacidad de cualificar el estado de los aceites o productos fritos.

En las industrias aceiteras se utiliza el método recomendado por la AOCS, American Oil Chemistry Society; por lo que es de vital importancia validar el método utilizado por la empresa descrito como MO-MAN009 para garantizar el buen uso, rendimiento y sobre todo para garantizar la calidad de cualquier producto elaborado con el mismo, con el fin de satisfacer las expectativas de los clientes o mercados.

OBJETIVOS

GENERAL:

Validar el método de determinación de ácidos grasos libres MO-MAN009 SEC II Ed 05 utilizando como referencia el método de determinación de ácidos grasos libres Ca 5^a-40 de la AOCS.

ESPECÍFICOS:

1. Evaluar la incertidumbre de los parámetros a y b de la recta de regresión de mínimos cuadrados entre el análisis de determinación de ácidos grasos libres (Acidez) por el método utilizado MO-MAN009 y el análisis de determinación de ácidos grasos libres por medio del método recomendado de la AOCS Ca 5A-40 sin utilizar, obteniendo por lo menos un $R = 0.998$.
2. Evaluar la eficiencia operativa en la cual se lleva a cabo el análisis de acidez por el método MO-MAN009 y el análisis de determinación de ácidos grasos libres por medio del método recomendado de la AOCS Ca 5^a-40 para mejorar el tiempo de respuesta al realizar el mismo.

HIPÓTESIS

La relación entre el análisis de determinación de ácidos grasos libres MO-MAN009 y el análisis de determinación de ácidos grasos libres de la AOCS 5^a-40 tiene un comportamiento lineal para el aceite de Oleina de Palma, obteniendo un $R = 0.998$ de precisión.

INTRODUCCIÓN

En la industria de fritura centroamericana se utiliza el aceite de oleína de palma desodorizado como materia prima para la fritura de diversos productos, debido a su costo, por la disponibilidad del mismo; así como por su estabilidad a la rancidez oxidativa (formación de productos de oxidación) e hidrolítica (formación de AGL).

En el proceso de producción de frituras, las características fisicoquímicas del aceite son indispensables para conservar la calidad de los diferentes productos terminados. La demasía en las condiciones de freído de cualquier aceite o manteca puede producir el deterioro de este, ocasionando reducción de la vida de anaquel de los productos finales.

Uno de los procesos y alteraciones que sufre el aceite durante su proceso, específicamente la Hidrólisis es determinada fundamentalmente por la humedad que tenga el aceite en el momento de su calentamiento o enfriamiento y durante su recepción en planta y su almacenamiento, es decir, cuando pueden existir temperaturas menores de 100°C el agua no se evapora. Durante la fritura la hidrólisis tiene poca incidencia por las altas temperaturas que la caracterizan. Hay también incidencia del agua del alimento pero en menor grado, debido a las temperaturas existentes durante el proceso ésta se elimina como vapor.

Como consecuencia de la hidrólisis hay un incremento de ácidos grasos libres que favorece la auto oxidación del aceite, por lo que la determinación de estos, es con frecuencia, usada como una indicación general de la condición y comestibilidad de los aceites e aquí la importancia de la exactitud de la metodología ya que se tiene una especificación de 0.05% de acidez a su ingreso en planta; además ocurre formación de metilcetonas y lactonas en cantidades reducidas y ocurre disminución del punto de humo del aceite.

Los mono y diglicéridos consecuencia de la propia hidrólisis son emulsionantes y por tanto promueven el proceso.

La realización de un análisis de determinación de ácidos grasos libres por el método de la AOCS; método internacional, exacto y confiable lleva alrededor de cinco minutos y los equipos utilizados para realizar estos análisis son bastante accesibles en nuestro país. Por lo que se presenta la necesidad de validar el método MO-MAN009 utilizado por una industria de fritura, para conocer la calidad del aceite que ingresa o se recibe y el que se utiliza en el proceso, con el fin de tomar decisiones rápidas en cuanto a la recepción y proceso para utilizar, rechazar y corregir cualquier variación que se presente.

Estos resultados son necesarios para tomar decisiones en el proceso de fritura en profundidad, por lo que se hace necesario la utilización del método más exacto y congruente para asegurar la calidad de los diferentes productos.

1. ANTECEDENTES

Es necesario conocer la determinación de ácidos grasos libres (porcentaje de acidez), el índice de peróxido y el color; para estandarizar y/o homologar las características de los diferentes productos a su ingreso, con el fin de minimizar las posibles causas de deterioro de los aceites, ya que dichas características se ven afectadas por variables como la temperatura y la humedad que aceleran dichos procesos de deterioro.

Cuando se tienen problemas de calidad tales como menor vida de anaquel del producto terminado, cambios de sabor, cambios de color, incrustaciones en los equipos, reclamos por los diferentes clientes, pérdida de crunch, entre otros. Es indispensable tener la información más confiable posible para realizar los distintos cambios en los procesos y evitar el uso innecesario de materia prima.

El método Oficial de la AOCS es el Ca 5^a-40 Determinación de Ácidos grasos libres, el cual es un método sencillo de aplicar y su alcance es para la diversidad de los aceites vegetales con la única variable del ácido graso que se encuentre en un mayor porcentaje en su estructura; sin embargo, la misma no se utiliza actualmente debido a la dirección que se tiene sobre utilizar la misma metodología para todas las plantas y la MOMAN es la que se utiliza actualmente dentro del sistema de calidad de la empresa, con el cual se ha regido durante varios años.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Aceites & grasas

“Los aceites y grasas constituyen una de las tres principales clases de productos alimentarios. Las otras son las proteínas y los carbohidratos. Los aceites y grasas son nutrientes esenciales de la dieta humana y son fuente de energía concentrada”.Ref (1). Paterson

Todos los aceites y grasas son predominantemente triésteres del glicerol con ácidos grasos, comúnmente denominados triglicéridos. El término “lípidos” engloba todo e incluye a los triglicéridos, esteroides (incluido el colesterol), fosfatidos, monoglicéridos, diglicéridos, ácidos grasos libres y otros productos.

Los aceites y las grasas son fundamentalmente insolubles en agua, pero solubles en la mayoría de los disolventes orgánicos, como el Hexano, Tetracloruro de carbono, éter de petróleo y éter etílico.

Básicamente, los aceites y las grasas son mezclas de triglicéridos, en donde la molécula de glicerol tiene tres átomos de hidrógeno y tres grupos OH o hidroxilo, destacando que al combinar tres ácidos grasos con una molécula de glicerol, obtenemos un triglicéridos.

Al triglicérido se le llama simple cuando son idénticos todos sus ácidos grasos. Sin embargo, la forma más común de encontrarlo es como triglicérido compuesto o mixto, en la que ácidos grasos diferentes están unidos a la molécula de triglicérido.

La mayoría de los aceites no refinados contienen cantidades relativamente elevadas de ácidos grasos libres. Una cantidad típica para el aceite crudo de palma contiene del 3.0 al 5.0% de ácidos grasos libres. Los aceites y grasas refinados que están listos para el uso en alimentos tienen habitualmente un nivel de ácidos grasos libres inferior al 0.05%.

Regularmente las reacciones químicas más importantes tienen lugar en los puntos de instauración de la cadena de ácidos grasos y en el punto donde los ácidos grasos están unidos a la molécula de glicerol (la unión éster). La hidrólisis es la reacción del agua con una sustancia, como los aceites y grasas; esto se traduce en la separación de algunos de los ácidos grasos a partir del aceite o de la grasa, dando lugar a ácidos grasos libres

La hidrólisis es una reacción que tiene lugar en la unión entre los ácidos grasos y la porción del glicerol. La hidrólisis resulta acelerada por las altas temperaturas y presiones y una excesiva cantidad de agua. Esta reacción es especialmente importante en la preparación de alimentos fritos en profundidad, donde el aceite o la grasa de fritura puede estar a una temperatura de 350°F (176.6°C) y el alimento que se fríe tiene una gran cantidad de agua.

Actualmente existen numerosas fuentes de aceites y grasas que se utilizan en la producción de alimentos. Pueden ser de origen animal o vegetal.

La producción de aceite comestible más grande del mundo es el aceite de soya, aceite de Palma y aceite de colza. (Ref. 1 Paterson).

El aceite crudo de palma es actualmente el segundo aceite de mayor consumo a nivel mundial y el de mayor nivel de exportación.

Malasia e Indonesia son los mayores productores de este aceite, sin embargo cada vez son mas importantes las producciones de los países Sudamericanos, como Colombia y Ecuador y de países Centro Americanos, como Honduras, Costa Rica y Guatemala.

El desarrollo del cultivo de la palma ha sido vertiginoso: se consolidó en su posición actual en menos de 40 años.

El aceite de palma es una sustancia insoluble en agua constituido por ésteres de ácidos grasos que están unidos a una molécula de glicerol.

Los triglicéridos representan más del 94% del peso del aceite de palma. Los componentes menores incluyen ácidos grasos libres (3 a 5.0%), mono y diglicéridos (0.5 a 1.0%), carotenos (500 a 700 ppm), tocoferoles (600 a 1,000 ppm), esteroides (300 a 600 ppm), fosfolípidos (10 a 30 ppm) productos de oxidación, alcoholes grasos, humedad e impurezas sólidas.

Es muy importante entender que el ácido graso adherido al triglicérido es el que define las propiedades de la molécula de aceite o grasa.

Es importante tener presente las etapas en la refinación (purificación) del aceite crudo de palma, ya que cada una de ellas es importante y es preciso llevarlas a cabo eficientemente para obtener un aceite RBD estable, con la menor posibilidad de reversión.

- A. Tratamiento Ácido: La primera etapa en la refinación del aceite de palma es el tratamiento ácido, el objetivo de esta etapa, es acondicionar el fósforo y la partícula metálica para ser adsorbidos posteriormente por la arcilla de blanqueo.
- B. Blanqueo: La segunda etapa en la refinación el aceite de palma es el blanqueo. El objetivo de esta etapa es obtener un aceite RBD estable al eliminarle o destruirle los promotores y los productos de oxidación
- C. Desodorización: La última etapa en la refinación del aceite de palma es la destilación del aceite bajo vacío o desodorización.
El objetivo de esta etapa es obtener un aceite RBD estable al eliminar del aceite los AGL y las sustancias que le dan olor y sabor, obteniéndose también una reducción de los carotenos.

El aceite de palma esta compuesto de 50% de ácidos grasos saturados y 50% de ácidos grasos insaturados. Con esta composición, a temperatura

ambiente el aceite de palma RBD no se puede envasar en botellas o empaquetar en barras.

De hecho a 20°C tiene un SFI de 25% y a 25 °C de 15%.

Es necesario hacerle un tratamiento para cambiarle sus propiedades físicas y obtener una porción que sea de aceite líquido a temperatura ambiente y otra de aceite sólido o semisólido que pueda utilizarse para la fabricación de mantecas o margarinas.

Ese tratamiento es el fraccionamiento en seco que consiste en enfriar el aceite de manera controlada y en filtrarlo para obtener las dos porciones deseadas.

Este proceso no conlleva mermas de aceite, ni requiere de procesos de purificación adicionales.

Como decíamos el objetivo del proceso es la obtención de dos fracciones con diferentes características físicas: una de ellas, la estearina, con alto punto de fusión y otra, la oleína, con bajo punto de fusión. Se obtiene también estabilidad a la oxidación y a la baja temperatura.

Este proceso ofrece ventajas por sus bajos costo de operación frente a la hidrogenación y a la interesterificación, además de nulas pérdidas de aceite y total reversibilidad.

Este proceso puede dividirse en dos etapas. En la primera el aceite es cristalizado debido a un enfriamiento controlado hasta la temperatura de diseño dependiendo de los cristalizadores. En la segunda la mezcla de aceite sólido – líquido es separada por medio de una filtración al vacío o por medio de una filtración con filtros prensa de membranas.

2.1.1 Cristalización.-

Es un proceso semi continuo que tiene tres etapas:

Super -enfriamiento del aceite, Nucleación y Crecimiento del cristal.

Los cristales tienden a aglomerarse, no permanecen aislados.

La forma del cristal y la distribución de su tamaño dependen de cómo es enfriado y agitado el aceite.

Debido a que el aceite es un mal conductor del calor es muy importante mantener con agitación el aceite para que tenga contacto con la superficie de enfriamiento:

la capa de cristales formados puede impedir al aceite tener contacto con la superficie de enfriamiento.

Existen tres pasos de temperatura muy importantes:

1.- el paso por los 40 °C donde conviene llegar suavemente porque empieza a notarse un cambio importante en la viscosidad y turbidez del aceite: ahí empiezan a formarse los núcleos de cristalización. Conviene controlar la cantidad de núcleos formados para no hacer difícil después la separación de las porciones líquida y sólida.

2.- el paso por los 24 °C donde la cristalización es muy intensa, tanto que puede alcanzar a calentar la masa de aceite y perturbar la formación de cristales. Es importante dar un golpe de frío para neutralizar el calor generado por la cristalización.

3.- la estadía en los 20, 18 ó 16°C: a estas temperaturas crece más el cristal e influirá en el rendimiento y estabilidad de la oleína. Esta estadía es muy importante.

2.1.2 Filtración.-

La eficacia del Fraccionamiento en seco no depende sólo de cómo se realiza la cristalización sino también de las condiciones de la filtración.

El aceite de palma cristalizado debe tener un SFI > 25% antes de entrar a filtración.

La estearina una vez seca debe tener un SFI > 50%

La filtración puede realizarse por medio de un filtro de vacío o por medio de un filtro prensa de membranas. Está comprobado que la filtración mediante el filtro de membranas es el método más eficiente de separación de las dos fases en el Fraccionamiento en seco.

La filtros prensas de membranas empezaron a operar de 4 a 8 kg/cm². Actualmente existen filtros que operan a 20 y 30 kgs/cm².

La composición de los micro componentes del aceite de palma RBD a la salida del proceso de fraccionamiento no se distribuyen de forma igual en las dos fases:

Con la oleína migran (más) los carotenos, ácidos grasos libre y tocoferoles. Con la estearina migran (más) los metales y los fosfolípidos

La fritura por inmersión es un método muy importante de cocinado, ya que es rápido, práctico y los alimentos fritos por inmersión son generalmente apetecibles por su sabor y textura. En el proceso industrial de alimentos, el método de fritura en profundidad se emplea en una amplia gama de alimentos, los cuales son en último término vendidos a cadenas de supermercados y otros vendedores independientes.

La fritura por inmersión es económica, ya que todo el calor se concentra en una pequeña unidad y hay poco desperdicio de gas o electricidad.

La fritura por inmersión es un proceso de cocinado que implica la transferencia directa de calor del aceite caliente al alimento frío. El aceite o grasa se calienta directamente por elementos eléctricos de calentamiento o por una llama de gas dentro de tubos que van a través o alrededor del recipiente.

El calor es regulado por termostatos, los cuales envían calor eléctrico o de gas al aceite de fritura para mantener la temperatura deseada. Cuando el alimento frío se introduce en el aceite caliente ocurren varias cosas:

1. El calor continúa transfiriéndose incluso después de que el alimento es cocinado y retirado del recipiente o freidor.
2. La temperatura de la grasa decrece y el termostato manda una señal para producir energía calorífica adicional hasta poner de nuevo el aceite a la temperatura fijada.
3. La humedad del alimento comienza a formar vapor, que se elimina mediante un burbujeo que desciende gradualmente a medida que el alimento va cocinándose.
4. Se produce un deseable dorado o caramelizado de la superficie del alimento.
5. El alimento absorbe aceite durante el proceso de freído, normalmente del 4 al 30% del peso final del alimento frito es aceite absorbido. En la mayoría de los alimentos, la mayor proporción de este aceite absorbido tiende a acumularse cerca de la superficie del alimento frito. Este aceite añade una textura deseable al alimento y le proporciona una calidad comestible satisfactoria.
6. Se producen cambios en el aceite de fritura a medida que se va utilizando.

2.1.3 Reacciones:

Los aceites empleados en la fritura por inmersión experimentan gradualmente ciertos cambios químicos durante su uso, siendo los más importantes:

2.1.3.1 Formación de color:

Todos los alimentos que se fríen aportan sustancias (por ejemplo, azúcares, almidones, proteínas, fosfatos, compuestos de azufre y metales traza) que se acumulan en el aceite durante el proceso de fritura. Estos materiales extraídos se doran y/o reaccionan con el aceite y causan el oscurecimiento del mismo.

La velocidad de formación de color en el aceite es diferente según cada alimento, tal es el caso de los componentes que contienen proteínas causan el oscurecimiento a una velocidad más alta que el almidón. La velocidad de oscurecimiento o cualquier otro cambio en las características del aceite de fritura dependen de manera considerable de la velocidad de renovación del aceite en el freidor.

2.1.3.2 Oxidación:

El oxígeno del aire reacciona con el aceite de la freidora provocando la oxidación, que suele ser un proceso relativamente lento. Cuanto mayor sea la temperatura, más rápida será la velocidad de oxidación. Por lo tanto, es importante que la temperatura del aceite de fritura no sea más elevada de la necesaria para realizar el trabajo de fritura. Otros factores que afectan la velocidad de oxidación son:

- La velocidad a la cual el aceite es absorbido por el alimento desde el sistema y reemplazada por aceite nuevo.
- La cantidad de área superficial del aceite que se encuentra expuesta al oxígeno.
- La presencia de metales como el cobre y el latón que aceleran la oxidación.
- La presencia de antioxidantes a alta temperatura, tales como la metil silicona, que retarda la oxidación
- La calidad del aceite que se utiliza.

2.1.3.3 Polimerización

Una oxidación excesiva va a menudo acompañada de una polimerización. Cuando los aceites y grasas sufren el calentamiento en el proceso de fritura en profundidad, se forman varios productos de descomposición. Algunos de estos productos son esencialmente volátiles a las temperaturas de fritura y tienen escasa responsabilidad en el desarrollo de polímeros.

Entre ellos se encuentran peróxidos, monoglicéridos y diglicéridos, aldehídos, cetonas, y ácidos carboxílicos.

Estas grandes moléculas o polímeros, pueden resultar pegajosas.

Cuando se produce la formación de pegotes generalmente aparecen en los laterales de la freidora. La polimerización puede también tener como resultado la formación de espuma.

2.1.3.4 Hidrólisis:

Es la reacción del agua del alimento con el aceite de fritura para formar ácidos grasos libres. La proporción de hidrólisis o ácidos grasos libres formados depende de los siguientes factores:

- La temperatura del aceite de fritura.

A mayor temperatura, más elevada es la velocidad de producción de ácidos grasos libres.

- La velocidad de renovación del aceite es también importante.
- El número de ciclos de calentamiento/enfriamiento de los aceites.
- La cantidad de agua liberada en el aceite.

A mayores cantidades de agua más rápido es el cambio.

A mayor cantidad de migajas y partículas quemadas procedentes del alimento y acumuladas en el sistema de fritura, mayor velocidad de desarrollo de ácidos grasos libres. Por lo tanto, la filtración correcta y frecuente es importante para mantener este efecto bajo mínimos. La calidad de los aceites juega un papel menor en la reacción de hidrólisis que en la formación de color, oxidación y polimerización.

También se observan otros cambios físicos como el desarrollo de olor y sabor.

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1 Universo de trabajo

El tamaño de la muestra a analizar se definió de acuerdo al 10% de ingresos de aceite en un mes, es decir, 30 Muestras de aceite de oleina de palma RBD del proveedor.

3.2 Medios

3.2.1 Recursos humanos

Juan Luis Arriola Illescas (investigador)

Ing. Mario Perez (Asesor)

3.2.2 Recursos Institucionales

Laboratorio de Control de Calidad Productos Alimenticios Rene, S.A.

Biblioteca Universidad de San Carlos de Guatemala.

3.2.3 Recursos materiales.

3.2.3.1 Equipo

- Termómetro
- Pipeta de 5 ml.
- Balanza analítica, marca Mettler Toledo, modelo S204
- Bureta Digital de 25 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Estufa o Hot Plate.
- Probeta de 50 ml.

3.2.3.2 Reactivos

- Alcohol Isopropilico
- Solución indicadora de Fenolftaleína al 1% en alcohol al 95%
- Solución valorada de Hidróxido de Sodio 0.1N

3.3 Preparación de las muestras

Se captó 30 muestras de aceite RBD, (aprox. 500 ml), al recibir 30 ingresos por parte del proveedor, es decir, una muestra por ingreso.

Para realizar el análisis la temperatura de la muestra no sobrepasó los 65°C.

3.4 Proceso de realización de análisis

Se elaboró un análisis de la muestra por cada una de los métodos AOCS Ca 5^a-40 y el MO-MAN009 respectivamente

Al tener completos los resultados por ambos métodos se hizo una correlación de los resultados de el método AOCS Ca 5^a-40 contra los resultados de el MO-MAN009 de cada muestra y se obtuvo la ecuación de la curva la cual se utilizó para calcular el porcentaje de ácidos grasos.

3.5 Procedimiento de análisis por el método MO-MAN009.

3.5.1 Generalidades

Fundamento: el índice de acidez es una medida del grado, al cual se han descompuesto los glicéridos del aceite por acción de la lipasa o por alguna otra causa. La descomposición acelerada por el calor (Temperatura) y la luz, se expresa generalmente como porcentaje de ácidos grasos calculados en términos del ácido oleico; es el número de miligramos de NaOH necesarios para neutralizar la acidez libre de un gramo de muestra.

Este método es aplicable a aceites crudos, desgomados, refinados, blanqueados y desodorizados .

3.5.2 Materiales y equipo.

3.5.2.1 Cristalería.

- Termómetro
- Pipeta de 5 ml.
- Balanza Analítica.
- Bureta de 25 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Estufa o Hot Plate.
- Probeta de 50 ml.

3.5.3 Reactivos y soluciones

- Alcohol Isopropilico
- Solución indicadora de Fenolftaleína al 1% en alcohol al 95%
- Solución valorada de Hidróxido de Sodio 0.1N

3.5.4 Procedimiento

La muestra debe estar enteramente líquida y bien mezclada, en un erlenmeyer de 250 ml, pesar 28.2 g en el caso de Aceite sin utilizar y 14.1 g para aceite usado (ya utilizado).

En un matraz por separado, neutralizar el alcohol con NaOH 0.1N adicionando de 2 – 4 gotas de Fenolftaleina, como indicador, adicionar Hidróxido de sodio hasta la aparición de un color rosa (el color debe de persistir por 30 segundos).

Añadir 50 ml de alcohol neutralizado a la muestra y dos gotas de indicador, calentar en baño de maría agitando ocasionalmente.

Titular con NaOH 0.1N agitando vigorosamente hasta la aparición de color rosa.

3.5.5 Recomendaciones.

No calentar la muestra arriba de 65°C ya que se puede evaporar el alcohol.

Debido a que la titulación debe ser en caliente es conveniente el uso de guantes de tela para prevenir quemaduras.

3.5.6 Cálculos.

El porcentaje de ácidos grasos libres se calcula multiplicando los mililitros de álcali utilizados por el factor correspondiente, en el caso de aceite nuevo o sin utilizar 0.1 y para aceite usado 0.2

3.6 Determinación de ácidos grasos libres por medio del método AOCS Ca 5^a-40

3.6.1 Alcance

Aplicable a todos los aceites crudos y refinados, aceites marinos y grasas animales. Este método determina los ácidos grasos libres existentes en la muestra.

3.6.2 Generalidades

3.6.2.1 Principio del método.

Los ácidos grasos libres son expresados frecuentemente en términos de valor ácido tomado como porcentaje de ácidos grasos libres.

El valor ácido es definido como el número de miligramos de KOH (Hidróxido de Potasio) necesarios para neutralizar 1 gramo de muestra.

3.6.2.2 Equipo y materiales

Vaso de precipitado de 250 ml o botellas de muestra de aceite de 4 – 8 onzas.

Balanza analítica

Probeta de 100 ml.

Bureta de 25 ml.

Estufa o Hot Plate

3.6.2.3 Reactivos

Alcohol Etilico al 95%.

Solución indicadora de Fenolftaleina al 1% en alcohol al 95%

Solución de Hidróxido de Sodio.

3.6.4 Procedimiento

La muestra debe de ser mezclada y totalmente líquida antes de pesarla.

No debe de calentarse la muestra por arriba de 10°C del punto de fusión de la misma.

Dependiendo del rango de porcentaje de ácidos grasos la muestra se toma de acuerdo a la tabla I.

Tabla I			
Toma de muestra según porcentaje de acidez			
Acidez (%)	Muestra (g)	Alcohol (mL)	Concentración de Alkali
0.00 - 0.2	56.4 - 0.2	50	0.1 N
0.2 - 1.0	28.2 - 0.2	50	0.1 N
1.0 - 30.0	7.05 - 0.05	75	0.25 N
30.0 - 50.0	7.05 - 0.05	100	0.25 o 1.0 N
50.0 - 100	3.525 - 0.001	100	1.0 N

El peso designado de la muestra se debe de colocar en el Erlenmeyer.

Se debe de agregar la cantidad especificada de alcohol neutralizado y 5 gotas de indicador

Titular con la solución estándar de Hidróxido de Sodio, agitar vigorosamente hasta que aparezca una coloración rosa permanente, el cual debe de persistir por lo menos 30 segundos.

3.7 Diseño experimental:

Con los datos obtenidos del porcentaje de acidez por el método AOCS y los datos del porcentaje de Acidez obtenidos por el método MO-MAN009 se hizo un análisis de regresión lineal simple para el obtener un modelo de la forma siguiente:

$$\hat{y} = a + bx \quad (\text{ec. 1})$$

$$\mu_{Y|X} = \alpha + \beta x \quad (\text{ec. 2})$$

Donde **Y** es el porcentaje de ácidos grasos libres y **X** es el gasto obtenido en la titulación.

Las estimaciones de los coeficientes de regresión se obtuvieron utilizando las fórmulas:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n y_i - b \sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (\text{ec. 3})$$

$$b = \frac{n \sum_{i=1}^n x_i y_i - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) \left(\sum_{i=1}^n y_i \right)}{n \sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2} \quad (\text{ec. 4})$$

Se calculó los intervalos de confianza para α , β , y $\mu_{x/y}$ utilizando las fórmulas:

$$b - \frac{t_{\alpha/2} S}{\sqrt{S_{xx}}} < \beta < b + \frac{t_{\alpha/2} S}{\sqrt{S_{xx}}}, \quad (\text{ec. 5})$$

Que representó la incertidumbre en el valor de la pendiente de la ecuación encontrada.

$$a - \frac{t_{\alpha/2} S \sqrt{\sum_{i=1}^n x_i^2}}{\sqrt{nS_{xx}}} < \alpha < a + \frac{t_{\alpha/2} S \sqrt{\sum_{i=1}^n x_i^2}}{\sqrt{nS_{xx}}}, \quad (\text{ec. 6})$$

Que representó la incertidumbre en el valor de la pendiente de la ecuación encontrada.

$$\hat{y}_0 - t_{\alpha/2} S \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{(x_0 - \bar{x})^2}{S_{xx}}} < \mu_{Y|x_0} < \hat{y}_0 + t_{\alpha/2} S \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{(x_0 - \bar{x})^2}{S_{xx}}}, \quad (\text{ec. 7})$$

Que representó la incertidumbre en el valor de Y para cada valor de X en la ecuación encontrada.

Donde :

$$S_{xx} = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^n x_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n x_i\right)^2}{n} \quad (\text{ec. 8})$$

$$S_{yy} = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 = \sum_{i=1}^n y_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n y_i\right)^2}{n} \quad (\text{ec. 9})$$

$$S_{xy} = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) = \sum_{i=1}^n x_i y_i - \frac{\left(\sum_{i=1}^n x_i\right)\left(\sum_{i=1}^n y_i\right)}{n} .$$

(ec. 10)

Se calculó el coeficiente de correlación utilizando la fórmula:

$$r^2 = \frac{S_{xy}^2}{S_{xx} S_{yy}} = \frac{SSR}{S_{yy}} , \quad (\text{ec. 11})$$

3.8 Desarrollo del trabajo de investigación:

3.8.1 Se elaboraron las siguientes tablas

Tabla con los datos originales para el método de AOCS y otra para el método de MO-MAN009 donde se encontrará los resultados de los porcentajes de acidez y gasto de la titulación para cada muestra.

Tabla con los datos calculados para el método de AOCS y otra para el método MO-MAN009, necesarios para encontrar los valores de las ecuaciones de la 1 a la 11.

Tabla para el método de AOCS y otra para el método de MO-MAN009 con los datos obtenidos de las ecuaciones encontradas para cada secuencia de datos originales.

Tabla con los datos de las variaciones de la variable Y para cada X en cada ecuación obtenida por el método de Mínimos Cuadrados.

3.8.2 Se elaboraron las siguientes gráficas:

Gráfica de la acidez del aceite de oleina de palma del MO-MAN009 y otra para el método AOCS relacionando los datos obtenidos.

Gráfica para la acidez del aceite de oleina de palma por el método MO-MAN009 y otra para la acidez del aceite de oleina de palma para el método de AOCS con los datos obtenidos de las ecuaciones encontradas por el método de Mínimos Cuadrados.

3.8.3 Conclusiones:

- 3.8.3.1 Conclusión sobre la validación del método MO-MAN009 y presentando las curvas obtenidas para ambos métodos.

- 3.8.3.2. Conclusiones sobre la incertidumbre de la pendiente y el intercepto para cada ecuación obtenida por el método de Mínimos cuadrados.
- 3.8.3.2 Conclusiones sobre los hallazgos encontrados durante la realización de los métodos de análisis.

4. RESULTADOS

El muestreo realizado a los diferentes ingresos de aceite de Oleina de palma y al aceite utilizado en el proceso de frituras da como resultado

Tabla II Resultados

	A	B	R ²	R
AOCS		0.1001	0.9981	0.999049
MO-MAN	0.0009	0.0977	0.9754	0.987623

Figura 1. Línea de tendencia de datos de ingreso, según AOCS

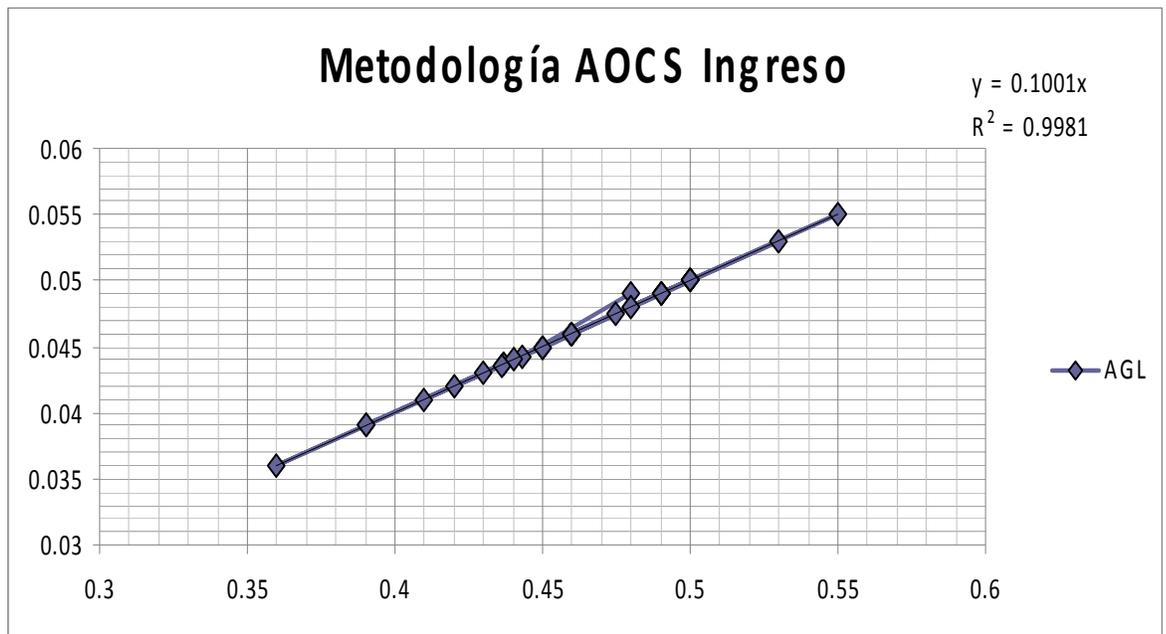


Figura 2. Línea de tendencia de datos de ingreso, según MOMAN

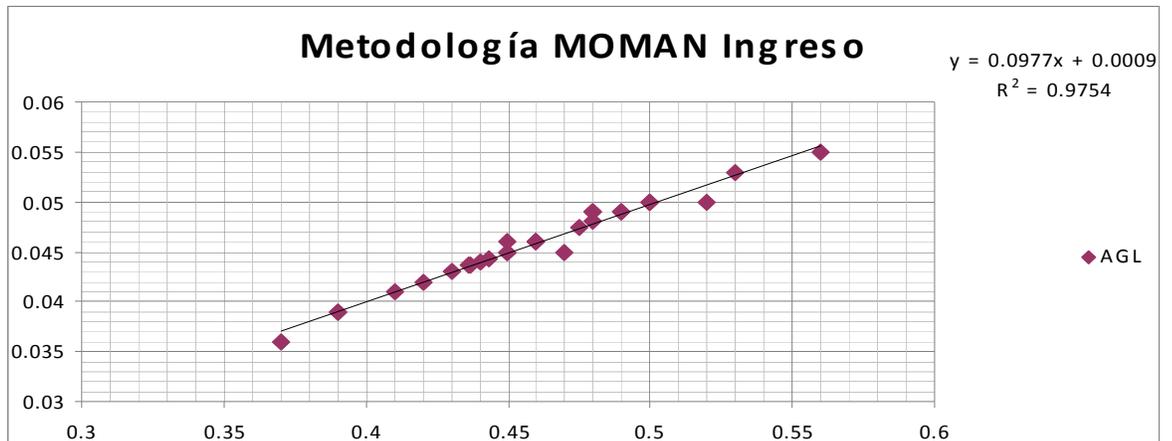


Tabla III Muestreo realizado en diferentes etapas del proceso de fritura con aceite de Oleina de palma obteniendo como resultado:

	A	B	R²	R
AOCS	- 0.0021	0.101	0.9982	0.999099
MO-MAN	0.0037	0.099	0.9895	0.994736

Figura 3. Línea de tendencia de datos de proceso, según AOCS

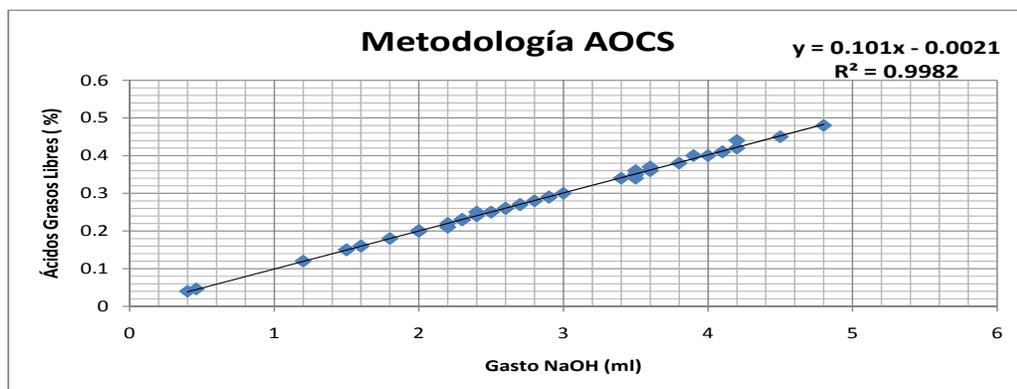
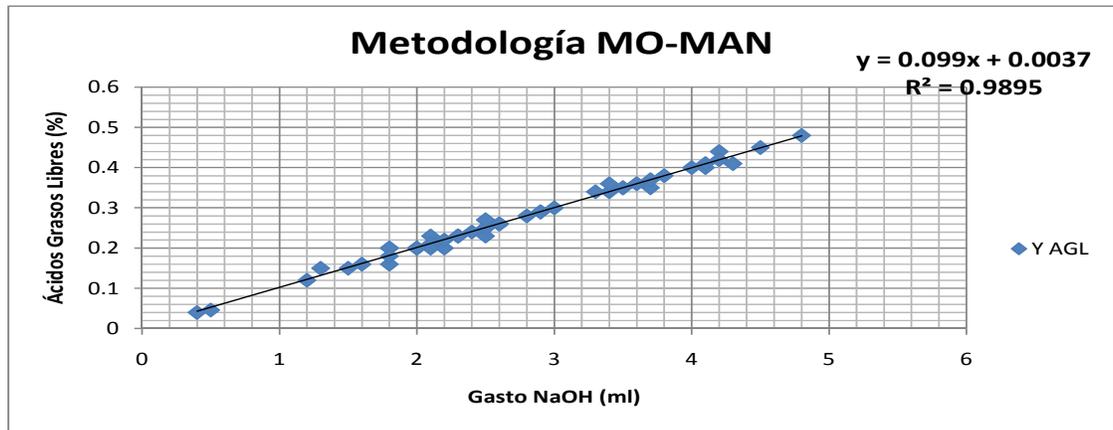


Figura 4. Línea de tendencia de datos de proceso, según MOMAN



Para obtener mayor información sobre la validación de ambas metodologías se realizó una comparación entre la dispersión de ambas metodologías, así como la correlación entre los dos métodos.

Figura 5. Comparación de datos obtenidos entre ambas metodologías a su ingreso

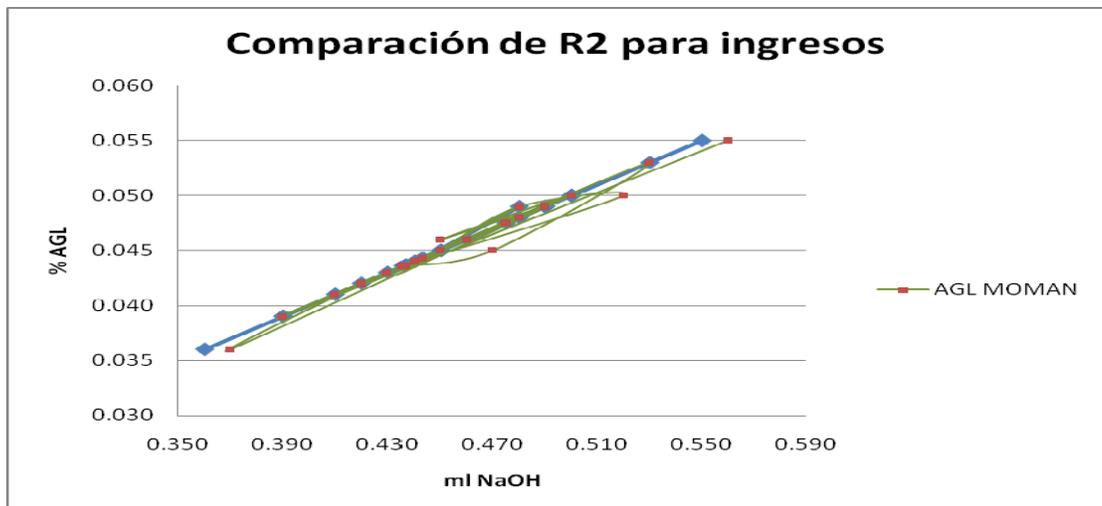


Figura 6. Comparación de Valores de correlación entre ambas metodologías a su ingreso

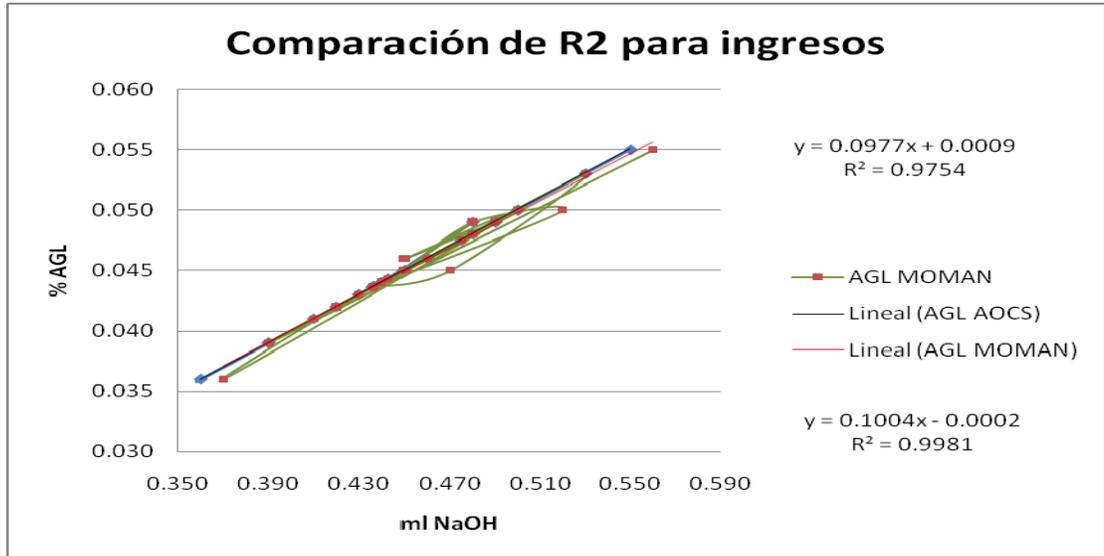


Figura 7. Comparación de datos obtenidos entre ambas metodologías en proceso

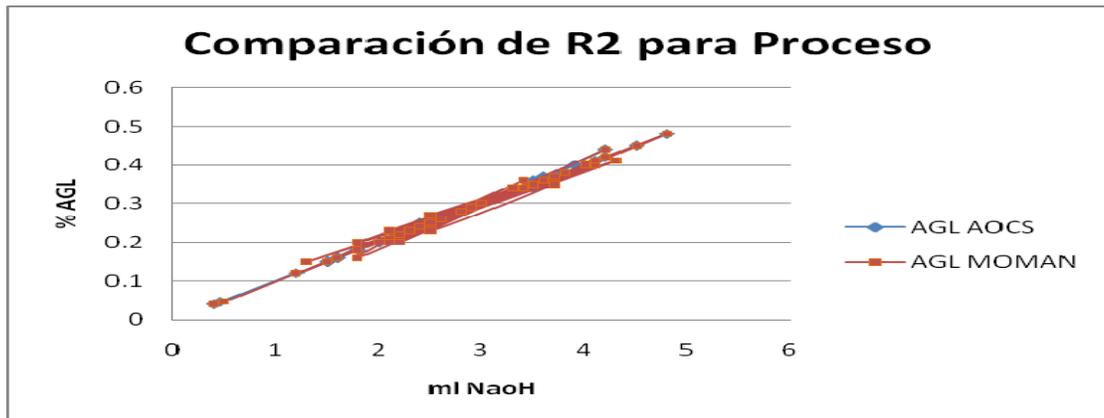
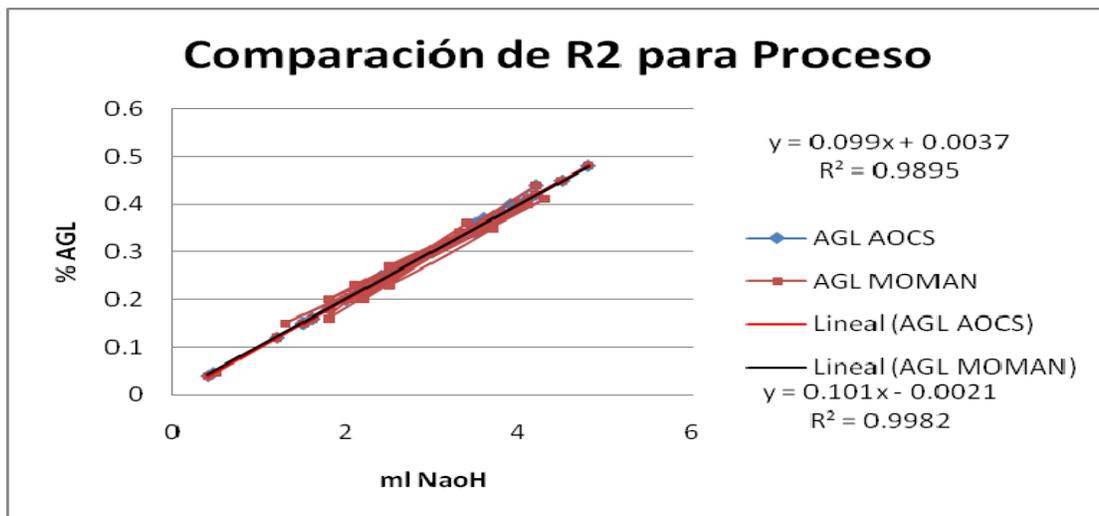


Figura 8. Comparación de Valores de correlación entre ambas metodologías a su ingreso



Los resultados de la diferente toma de tiempo en cada análisis se encuentran en las tablas VII en el anexo de este trabajo.

Tabla IV

Sumatoria de Tiempos (Seg) en doce análisis	
AOCS	2280
MO-MAN	3724
Diferencia	1444
Promedio	120.33

5 DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Se realizó el análisis de acidez desde dos perspectivas, la primera tomando en consideración el ingreso de materia prima y su baja cantidad de ácidos grasos libres en la misma, esto con el objetivo de asegurar que la metodología abarcará los diferentes rangos posibles, y la segunda analizando el proceso en sí, obteniendo valores desde 0.02 a 0.5% de ácidos grasos libres.

El valor de las R obtenidas para ambas metodologías indican un comportamiento lineal; por lo que ambas metodologías se pueden utilizar; sin embargo, no se llegó al objetivo de alcanzar un 0.998 de coeficiente de correlación de la hipótesis, el cual se fijó para tomar como validada la metodología MOMAN con respecto al AOCS.

Para llevar a cabo la presente validación se tomó al inicio las 30 muestras que se mencionó en el universo de trabajo; sin embargo; dado que la mayoría de resultados eran muy similares, debido a la especificación de ingreso, que es de $\leq 0.05\%$ de ácidos grasos libres, al graficar dichos valores se obtuvo una recta con R de 0.999, indicando una independencia entre las variables, como era de esperarse, a partir de ello se utilizaron muestras tanto de recepción, como del proceso en sí, ya que existen cambios en el aceite durante el proceso de la fritura, por ejemplo, “ La Hidrólisis, en la que a partir de la presencia de agua y calor que producen la ruptura del enlace éster de los triglicéridos, los cuales se descomponen en monoglicéridos y diglicéridos, apareciendo ácidos grasos libres; también la influencia de presencia de humedad al calentar o enfriar el aceite a temperaturas inferiores a 100°C , y durante los períodos de fritura, ya que el

agua no se evapora, completamente y existe condensación en la tapa de la freidora. Como consecuencia de la hidrólisis el punto de humo (temperatura a la que aparece humo en la superficie del aceite) decrece, aparecen olores y sabores indeseables, e incluso puede darse cierta saponificación y aumento de la acidez del aceite o grasa calentada, debido a esto se aumento la cantidad de muestras para que la validación fuera más exacta y precisa.

Para Evaluar la eficiencia operativa en el análisis de acidez. Se realizo una medición de tiempo individual para un total de doce muestras, las cuales corresponden al 22% de la totalidad de análisis evaluados y dado que se pretende una mejora en el tiempo de análisis, se logro evidenciar que la diferencia de aplicar ambas metodologías es de aproximadamente de dos minutos por análisis. En un día promedio se realizan aproximadamente cincuenta análisis de acidez. A partir de ello se evidencia una holgura de 1 hora con 40 minutos.

En la validación se evaluaron ambas metodologías para encontrar, la linealidad del sistema. Por tal motivo se llevó a cabo una comparación de métodos analíticos por gravimetría para la cuantificación de ácidos grasos libres en aceite de oleina de palma. Ambos métodos analíticos resultaron ser sencillos, además de específicos y lineales en el rango de concentración evaluado. Tomando muestras en toda la cadena de producción en donde se utiliza aceite, es decir, desde su ingreso y en el proceso mismo.

La primera parte del análisis consiste en el análisis de 29 muestras de aceite a su ingreso, de los cuales se obtuvo:

Para la metodología AOCS se obtuvo la siguiente ecuación lineal:

$$\% \text{ AGL} = 0.1001X \quad (1)$$

Obteniendo un coeficiente de correlación (r) fue igual a 0.9990

Para la metodología MO-MAN se obtuvo la siguiente ecuación lineal

$$\%AGL = 0.0009 + 0.0977X \quad (2)$$

Obteniendo un coeficiente de correlación (r) fue igual a 0.9876

La segunda parte del análisis consiste en el análisis de 54 muestras de aceite para poder realizar el calculo respectivo de acuerdo al porcentaje de ácidos grasos libres obtenidos, de acuerdo a estos resultados se realizo el análisis de regresión lineal, de los cuales se obtiene:

Para la Metodología AOCS se obtuvo la siguiente ecuación lineal:

$$\% AGL = -0.0021 + 0.101X \quad (3)$$

Obteniendo un coeficiente de correlación (r) fue igual a 0.9990

Para la Metodología MO-MAN se obtuvo la siguiente ecuación lineal

$$\%AGL = 0.0037 + 0.099X \quad (4)$$

Obteniendo un coeficiente de correlación (r) fue igual a 0.9947

Al comparar las ecuaciones 1 y 2; así como 3 y 4 se observa que las cuatro rectas prácticamente coinciden con una pendiente de aproximada de 0.1, lo cual es una indicación de que los datos están descritos por una relación lineal y los valores de A, es decir, 0.0009, -0.0021 y 0.0037 son muy pequeños para alterar la curva; al comparar los valores de correlación r, se observa que son similares al igual que los valores de A y B correspondientes; con esta información podemos indicar que ambas metodologías, es decir AOCS y MO-

MAN009 son similares para ser utilizadas indistintamente, sin embargo dependerá de la precisión, exactitud y respaldo con el cual se quiera contar para afrontar reclamos o poder comparar los diferentes productos que producen otras compañías y se encuentran dentro del mercado Guatemalteco

De las ecuación (2 y 4) no se logró alcanzar el valor de R propuesto en la Hipótesis; como sabemos, en las diferentes metodologías gravimétricas existen errores que se deben de incluir, tales como la cantidad de indicador a utilizar, precisión del equipo a utilizar para realizar el análisis, la balanza utilizada, la heterogeneidad del material de prueba y de la variación en las etapas de tratamiento químico del análisis, los cuales se observan fácilmente en la dispersión de los análisis, pero una de las principales causas por las cuales existe esta dispersión es a que se tomó muestra desde el ingreso de materia prima y en el proceso correspondiente, por lo que se obtuvo valores dentro de un rango aproximado de 0.02 a 0.5.

El efecto de ejecución se explica por las variaciones cotidianas en el sistema analítico, como el cambio de analista, el lote de reactivo, el recalibrado de los instrumentos, manteniendo las condiciones ambientales controladas a una temperatura de 22°C y una humedad relativa aproximada de 60%

También es importante para el analista tener en cuenta el modo en que varía el rendimiento de un método en función de la concentración del analito. En la mayoría de casos, la dispersión de los resultados aumenta con la concentración y la recuperación puede diferir sustancialmente a altas y bajas concentraciones. Por tanto, la incertidumbre de la medición asociada a los resultados a menudo depende de estos dos factores y de otros factores dependientes de la concentración.

Con respecto al aprovechamiento del tiempo y la mejora en entrega de los resultados se tiene que de acuerdo a la metodología realizada se tendrá un mayor o menor tiempo invertido, es decir, existe una diferencia de aproximadamente dos minutos de diferencia entre ambas metodologías, siendo la más efectiva la de AOCS Lo que permite eficientar la operación y realizar una mayor cantidad de análisis y/o realizar otras actividades.

Este tiempo permite tomar la mejor decisión para el proceso o ingreso de materia prima en un menor tiempo, asegurando la menor cantidad de desperdicios y mejorando la operación, dichos resultados se pueden observar en el anexo, tabla XI.

CONCLUSIONES

1. Existe linealidad para ambas metodologías en el rango comprendido entre 0.02 y 0.5% de AGL.
2. No se valida la metodología MOMAN009, debido a que no se alcanzó el objetivo propuesto, ya que el valor obtenido fue de 0.987 para resultados al ingreso y 0.994 para resultados de proceso, comparando con el 0.998 requerido.
3. Los resultados se ven afectados de acuerdo a la experiencia y precisión del equipo utilizado para la medida del titulante y por ende, el resultado obtenido.
4. La metodología AOCS, es dos minutos más rápida de ejecutar que la metodología MO-MAN009; en un día de 50 análisis, se tiene como mejora en el tiempo de realización de los mismos una hora con 40 minutos.
5. La metodología MOMAN009 es más exacta y sensible para concentraciones altas de AGL, es decir, en proceso, esto debido a que se tiene menor dispersión de datos contra la metodología AOCS.
6. La metodología MOMAN009 proporciona ventaja al proveedor debido a que es menos sensible en el análisis de AGL en concentraciones bajas.
7. Al comparar gráficamente las dispersiones y los valores de la correlación se observa que los resultados son bastante reproducibles entre ambas metodologías.

RECOMENDACIONES:

1. Realizar el cambio de metodología con el objetivo de ser más exacto y preciso en todo el rango analizado, es decir, desde 0.02 hasta 0.5% de AGL, además de utilizar una menor cantidad de tiempo para la realización del análisis respectivo.
2. Utilizar la metodología MOMAN009, en caso necesario, en el rango de proceso, esto debido a la menor dispersión de resultados obtenidos en comparación con la metodología AOCS.
3. Utilizar siempre el equipo de medición calibrado, cristalería clase "A" para obtener mayor exactitud en los resultados reduciendo la variabilidad del método.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

(1)

H.B.W. Patterson. **Bleaching and Purifying Fats and Oils, Theory and Practice.** American Oil Chemists' Society, Champaign, Illinois 1992, Pp. 14 a 29, 149 a 153.

(2)

Official Methods and Recommended Practices Of The AOCS, The American Oil Chemists' Society, 2003-2004 Methods Additions and Revisions.

(3)

Juan Maldonado Correa,"Criterios en la Calidad en la Refinación de aceite de Soya", **Soya, Producción de aceite crudo y Pasta, Asociación Americana de la Soya México y Centroamérica,** 1999, Pp. 52 a 68.

(4)

A.E. Bailey, **Bailey's Industrial Oil And Fat Products (6ª Ed),** Interscience Publishers, Inc., New York 1951, s.n.

(5)

Harold Egan, Ronald Kirk, Ronald Sawyer **Análisis Químico de los Alimentos de Pearson (1ª Ed),** Compañía Editorial Continental, S.A de C.V., Inc., México 1991, s.n.

(6)

Ronald E. Walpole / Raymond H, Myers, **Probabilidad y Estadística**, Editorial McGraw-Hill, Cuarta Edición (Tercera Edición en Español), Julio 1992. Pp. 373 a 417.

(7)

Robert H Perry, **Manual del Ingeniero Químico**, Editorial McGrae-Hill, Sexta Edición, Octubre de 1993. Pp. 2-85 a 2-120.

(8)

Murray R. Spiegel, **Probabilidad y Estadística**, Editorial McGraw-Hill, Primera Edición (Segunda Edición en Español), Marzo 1991. Pp. 258 a 268.

(9)

Ralph A. Burns, **Fundamentos de Química**, Editorial Prentice Hall, Segunda Edición , 1996. Pp. A.28.

Sitios en Internet consultados:

1. <http://www.monografias.com/trabajos27/regresion-simple/regresionsimple.shtml>
2. <http://www.aulafacil.com/cursoestadistica/lecc-13-est.htm>
3. <http://www.mitecnologico.com/main/conceptosbasicos>
4. <http://www.fismat.via.mx/examen/servicios/laboratorios/fisica/pdf-practicas/manuales/mangraf.ppt>

Fecha de Consulta, Agosto 15, 2008

ANEXOS

Tabla V. Composición de ácidos grasos de aceite de Oleina de Palma.

Ácido Graso	Rango posible (%)	Composición típica a IV 56.1 / 60.6 (%)
C<14	0.1 – 0.5	
C14:0	0.9 – 1.4	
C16:0	37.9 – 41.7	40
C16:1	0.1 – 0.4	
C18:0	4.0 – 4.8	
C18:1	40.7 – 43.9	42
C18:2	10.4 – 13.4	
C18:3	0.1 – 0.6	
C20:0	0.2 – 0.5	

Ref 4 Bayle Pp 346.

Tabla VI. Gasto de reactivo en titulación y porcentaje de AGL correspondiente a la metodología AOCS con muestras a la recepción del aceite

AOCS			
X		XY	X ²
Gasto	AGL		
0.480	0.049	0.024	0.230
0.443	0.044	0.020	0.196
0.437	0.044	0.019	0.191
0.450	0.045	0.020	0.203
0.530	0.053	0.028	0.281
0.430	0.043	0.018	0.185
0.360	0.036	0.013	0.130
0.500	0.050	0.025	0.250
0.480	0.048	0.023	0.230
0.410	0.041	0.017	0.168
0.490	0.049	0.024	0.240
0.460	0.046	0.021	0.212
0.440	0.044	0.019	0.194
0.500	0.050	0.025	0.250
0.490	0.049	0.024	0.240
0.450	0.045	0.020	0.203
0.450	0.045	0.020	0.203
0.500	0.050	0.025	0.250
0.390	0.039	0.015	0.152
0.550	0.055	0.030	0.303
0.390	0.039	0.015	0.152
0.460	0.046	0.021	0.212
0.460	0.046	0.021	0.212
0.490	0.049	0.024	0.240
0.460	0.046	0.021	0.212
0.500	0.050	0.025	0.250
0.420	0.042	0.018	0.176
0.436	0.044	0.019	0.190
0.475	0.048	0.023	0.226

Tabla VII. Gasto de reactivo en titulación y porcentaje de AGL correspondiente a la metodología MOMAN009 con muestras a la recepción del aceite

MOMAN009			
X		XY	X ²
Gasto	AGL		
0.480	0.049	0.000	0.230
0.443	0.044	0.000	0.196
0.437	0.044	0.000	0.191
0.470	0.045	0.000	0.221
0.530	0.053	0.000	0.281
0.430	0.043	0.000	0.185
0.370	0.036	0.000	0.137
0.500	0.050	0.000	0.250
0.480	0.048	0.000	0.230
0.410	0.041	0.000	0.168
0.490	0.049	0.000	0.240
0.460	0.046	0.000	0.212
0.440	0.044	0.000	0.194
0.520	0.050	0.000	0.270
0.480	0.049	0.000	0.230
0.450	0.045	0.000	0.203
0.450	0.045	0.000	0.203
0.500	0.050	0.000	0.250
0.390	0.039	0.000	0.152
0.560	0.055	0.000	0.314
0.390	0.039	0.000	0.152
0.460	0.046	0.000	0.212
0.460	0.046	0.000	0.212
0.490	0.049	0.000	0.240
0.450	0.046	0.000	0.203
0.500	0.050	0.000	0.250
0.420	0.042	0.000	0.176
0.436	0.044	0.000	0.190
0.475	0.048	0.000	0.226

Tabla VIII. Gasto de reactivo en titulación y porcentaje de AGL correspondiente a ambas metodologías AOCS y MOMAN009 durante el proceso de fritura

	X	Y		X	Y		X	Y		X	Y
	Gasto AOCS	AGL		Gasto MO-MAN	AGL		Gasto AOCS	AGL		Gasto MO-MAN	AGL
1	4.2	0.44		4.2	0.44	34	2	0.2		1.8	0.2
2	2.9	0.29		2.9	0.29	35	3.8	0.38		3.8	0.38
3	2.8	0.28		2.8	0.28	36	2.6	0.26		2.6	0.26
4	2	0.2		1.8	0.2	37	2.2	0.22		2.2	0.22
5	2.3	0.23		2.5	0.23	38	4	0.4		4.1	0.4
6	3.5	0.35		3.7	0.35	39	4.1	0.41		4.1	0.41
7	2.4	0.25		2.5	0.25	40	2.6	0.26		2.6	0.26
8	1.5	0.15		1.3	0.15	41	3.6	0.37		3.7	0.37
9	2.4	0.24		2.4	0.24	42	2	0.2		2	0.2
10	2.5	0.25		2.5	0.25	43	2	0.2		2.1	0.2
11	2.3	0.23		2.1	0.23	44	4.8	0.48		4.8	0.48
12	3.5	0.35		3.5	0.35	45	1.6	0.16		1.6	0.16
13	2.7	0.27		2.5	0.27	46	1.2	0.12		1.2	0.12
14	2.5	0.25		2.5	0.25	47	3.4	0.34		3.3	0.34
15	3.5	0.36		3.6	0.36	48	2	0.2		2	0.2
16	2.9	0.29		2.9	0.29	49	3.9	0.4		4	0.4
17	4.1	0.41		4.3	0.41	50	1.5	0.15		1.5	0.15
18	2	0.2		2	0.2	51	4.2	0.42		4.2	0.42
19	4.5	0.45		4.5	0.45	52	1.8	0.18		1.8	0.18
20	2.3	0.23		2.3	0.23	53	0.46	0.046		0.5	0.046
21	1.6	0.16		1.8	0.16	54	0.4	0.04		0.4	0.04
22	3.6	0.36		3.6	0.36						
23	3.5	0.34		3.4	0.34						
24	3	0.3		3	0.3						
25	2.7	0.27		2.5	0.27						
26	2.6	0.26		2.6	0.26						
27	3.5	0.35		3.5	0.35						
28	2	0.2		2.2	0.2						
29	2.2	0.21		2.1	0.21						
30	2.3	0.23		2.3	0.23						
31	3.6	0.36		3.4	0.36						
32	2.3	0.23		2.3	0.23						
33	2.9	0.29		2.9	0.29						

Tabla IX. Valores para encontrar recta de regresión; metodología AOCS

	X	Y	XY	X ²
	Gasto AOCS	AGL		
1	4.2	0.44	1.848	17.640
2	2.9	0.29	0.841	8.410
3	2.8	0.28	0.784	7.840
4	2	0.2	0.4	4.000
5	2.3	0.23	0.529	5.290
6	3.5	0.35	1.225	12.250
7	2.4	0.25	0.6	5.760
8	1.5	0.15	0.225	2.250
9	2.4	0.24	0.576	5.760
10	2.5	0.25	0.625	6.250
11	2.3	0.23	0.529	5.290
12	3.5	0.35	1.225	12.250
13	2.7	0.27	0.729	7.290
14	2.5	0.25	0.625	6.250
15	3.5	0.36	1.26	12.250
16	2.9	0.29	0.841	8.410
17	4.1	0.41	1.681	16.810
18	2	0.2	0.4	4.000
19	4.5	0.45	2.025	20.250
20	2.3	0.23	0.529	5.290
21	1.6	0.16	0.256	2.560
22	3.6	0.36	1.296	12.960
23	3.5	0.34	1.19	12.250
24	3	0.3	0.9	9.000
25	2.7	0.27	0.729	7.290
26	2.6	0.26	0.676	6.760
27	3.5	0.35	1.225	12.250
28	2	0.2	0.4	4.000
29	2.2	0.21	0.462	4.840
30	2.3	0.23	0.529	5.290

	X	Y	XY	X ²
	Gasto AOCS	AGL		
31	3.6	0.36	1.296	12.960
32	2.3	0.23	0.529	5.290
33	2.9	0.29	0.841	8.410
34	2	0.2	0.4	4.000
35	3.8	0.38	1.444	14.440
36	2.6	0.26	0.676	6.760
37	2.2	0.22	0.484	4.840
38	4	0.4	1.6	16.000
39	4.1	0.41	1.681	16.810
40	2.6	0.26	0.676	6.760
41	3.6	0.37	1.332	12.960
42	2	0.2	0.4	4.000
43	2	0.2	0.4	4.000
44	4.8	0.48	2.304	23.040
45	1.6	0.16	0.256	2.560
46	1.2	0.12	0.144	1.440
47	3.4	0.34	1.156	11.560
48	2	0.2	0.4	4.000
49	3.9	0.4	1.56	15.210
50	1.5	0.15	0.225	2.250
51	4.2	0.42	1.764	17.640
52	1.8	0.18	0.324	3.240
53	0.46	0.046	0.02116	0.212
54	0.4	0.04	0.016	0.160

Tabla X. Valores para encontrar Recta de Regresión; Metodología MOMAN009

X	Y	XY	X ²
Gasto MO-MAN	AGL		
4.2	0.44	1.848	17.640
2.9	0.29	0.841	8.410
2.8	0.28	0.784	7.840
1.8	0.2	0.36	3.240
2.5	0.23	0.575	6.250
3.7	0.35	1.295	13.690
2.5	0.25	0.625	6.250
1.3	0.15	0.195	1.690
2.4	0.24	0.576	5.760
2.5	0.25	0.625	6.250
2.1	0.23	0.483	4.410
3.5	0.35	1.225	12.250
2.5	0.27	0.675	6.250
2.5	0.25	0.625	6.250
3.6	0.36	1.296	12.960
2.9	0.29	0.841	8.410
4.3	0.41	1.763	18.490
2	0.2	0.4	4.000
4.5	0.45	2.025	20.250
2.3	0.23	0.529	5.290
1.8	0.16	0.288	3.240
3.6	0.36	1.296	12.960
3.4	0.34	1.156	11.560
3	0.3	0.9	9.000
2.5	0.27	0.675	6.250
2.6	0.26	0.676	6.760
3.5	0.35	1.225	12.250
2.2	0.2	0.44	4.840
2.1	0.21	0.441	4.410
2.3	0.23	0.529	5.290

X	Y	XY	X ²	
Gasto MO-MAN	AGL			
31	3.4	0.36	1.224	11.560
32	2.3	0.23	0.529	5.290
33	2.9	0.29	0.841	8.410
34	1.8	0.2	0.36	3.240
35	3.8	0.38	1.444	14.440
36	2.6	0.26	0.676	6.760
37	2.2	0.22	0.484	4.840
38	4.1	0.4	1.64	16.810
39	4.1	0.41	1.681	16.810
40	2.6	0.26	0.676	6.760
41	3.7	0.37	1.369	13.690
42	2	0.2	0.4	4.000
43	2.1	0.2	0.42	4.410
44	4.8	0.48	2.304	23.040
45	1.6	0.16	0.256	2.560
46	1.2	0.12	0.144	1.440
47	3.3	0.34	1.122	10.890
48	2	0.2	0.4	4.000
49	4	0.4	1.6	16.000
50	1.5	0.15	0.225	2.250
51	4.2	0.42	1.764	17.640
52	1.8	0.18	0.324	3.240
53	0.5	0.046	0.023	0.250
54	0.4	0.04	0.016	0.160

Figura 9. Curva de gasto de titulante (NaOH ml) contra % de ácidos grasos libres obtenidos por la metodología AOCS

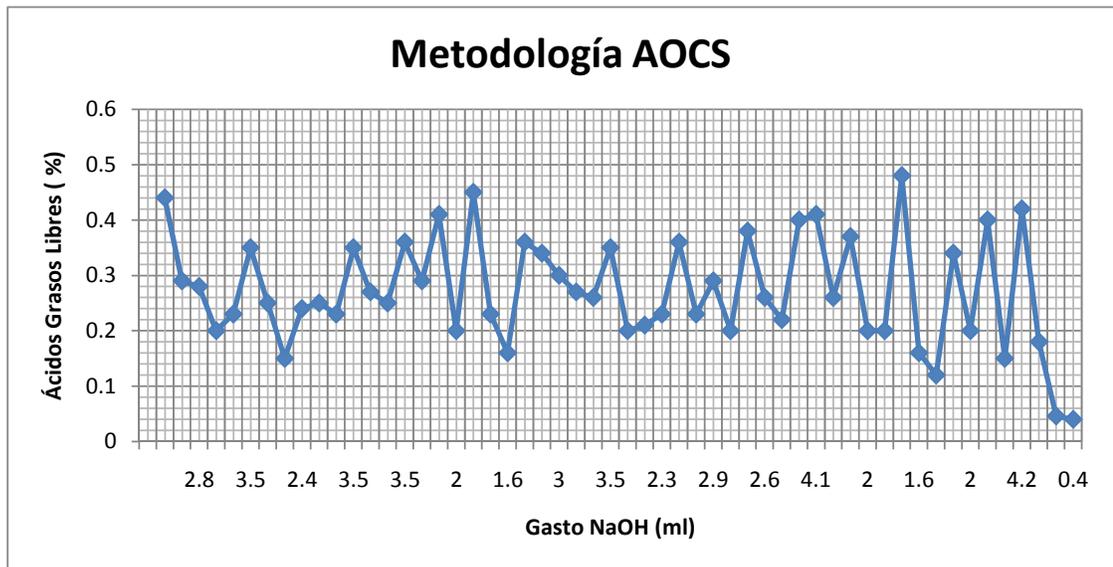


Figura10. Recta de regresión obtenida de la curva de gasto de titulante (NaOH ml) contra % de ácidos grasos libres obtenidos por la metodología AOCS

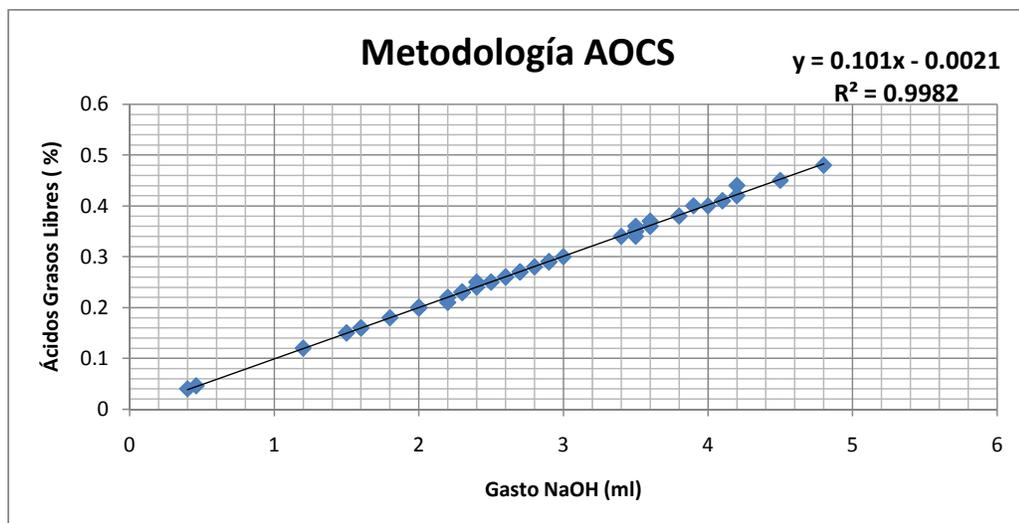


Figura 11. Curva de gasto de titulante (NaOH ml) contra % de ácidos grasos libres obtenidos por la metodología MO-MAN009

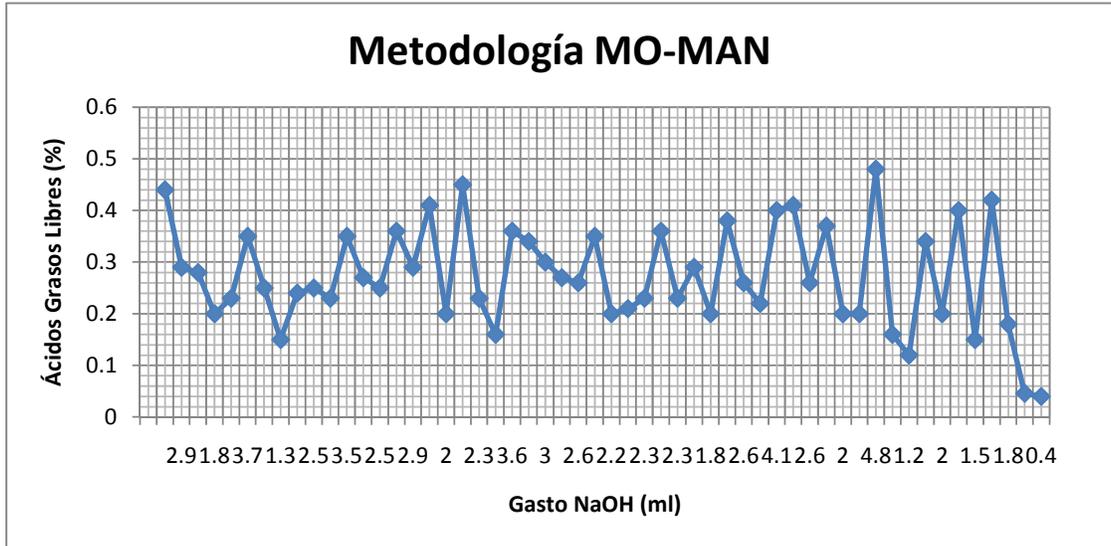


Figura 12. Recta de regresión obtenida de la curva de gasto de titulante (NaOH ml) contra % de ácidos grasos libres obtenidos por la metodología MO-MAN009.

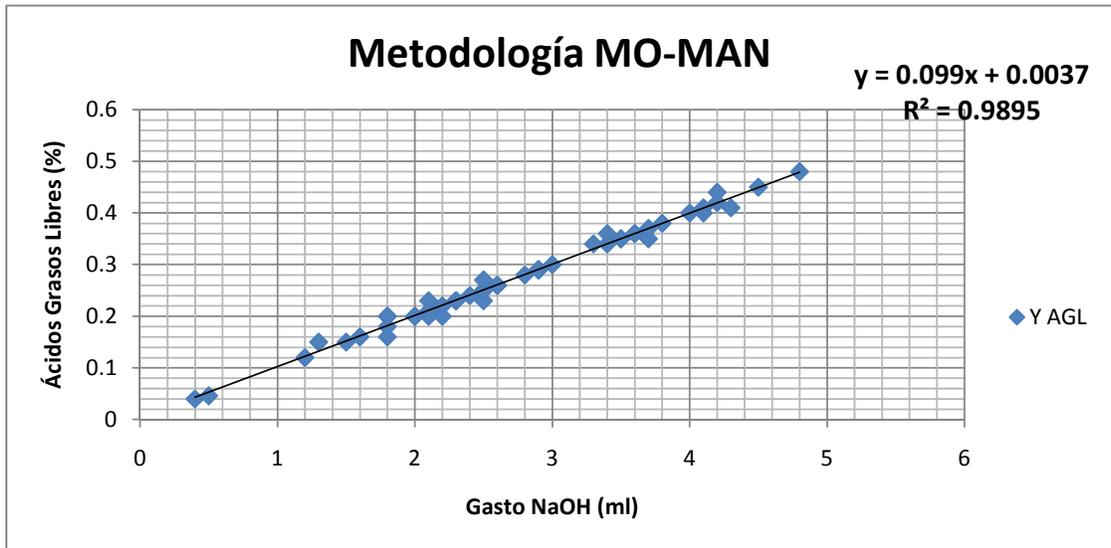


Tabla XI. Tiempos de análisis entre ambas metodologías

Muestra	1		2		3		4	
Método	AOCS	MOMAN	AOCS	MOMAN	AOCS	MOMAN	AOCS	MOMAN
Tiempo (seg)	185	325	200	315	193	311	184	300

Muestra	5		6		7		8	
Método	AOCS	MOMAN	AOCS	MOMAN	AOCS	MOMAN	AOCS	MOMAN
Tiempo (seg)	180	325	188	307	194	305	195	307

Muestra	9		10		11		12	
Método	AOCS	MOMAN	AOCS	MOMAN	AOCS	MOMAN	AOCS	MOMAN
Tiempo (seg)	202	313	189	309	179	299	191	308