



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

**“ LIMITACIONES DE LA CROMATOGRAFIA DE GASES
EN LA CARACTERIZACION DE GRASAS DE LECHE ”**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

Q U I M I C O

P R E S E N T A:

Silvia Rosalia Ramos Cataño



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

CONTENIDO

I.-	Introducción y generalidades	2
II.-	Descripción de la técnica empleada	
	a) Generalidades del método seleccionado,	6
	b) Descripción de reacciones efectuadas en el método	7
	c) Preparación de ésteres metílicos	10
	d) Condiciones Cromatográficas	12
III.-	Bases para la determinación de adulterantes	
	a) Composición en ácidos grasos de grasas auténticas de leche de vaca	16
	b) Adulterantes más comunes	18
	c) Tratamiento matemático de datos para la estimación cuantitativa de adulterantes	19
IV.-	Confirmación de adulteración con aceites vegetales vía identificación de esteroides	
	a) Introducción	31
	b) Condiciones de operación	33
	c) Preparación de la muestra	34
V.-	Parte experimental	
	a) Cromatogramas, tabla de datos e interpretaciones	35
VI.-	Conclusiones	78
VII.-	Bibliografía	86

1.- INTRODUCCION

La cromatografía de gases en los últimos 15 años ha venido substituyendo parcialmente a las técnicas tradicionales de análisis de grasas y aceites a nivel industrial y de investigación.

En México, todavía no se acepta ésta técnica - como norma oficial en peritajes legales y en operaciones de compra-venta de ácidos grasos, ya que las comisiones generadoras de normas están integradas en su mayoría por comerciantes, industriales y representantes del sector salud, que limitan las pruebas a determinaciones simples para el control de calidad sin mayor preocupación por el grado de autenticidad.

En múltiples controversias entre laboratorios, ésta técnica se acepta como base para el dictamen y caracterización de grasas y aceites comestibles y - también para otro tipo de productos tales como los de la industria de tensoactivos y de lubricantes.

Para mostrar rápidamente lo anterior, si tuviéramos en nuestras manos una mezcla de aceite de ajonjolí o maíz y por otra parte un aceite de girasol, observaríamos que los análisis tradicionales - como: el índice de Iodo, el de saponificación, el punto de fusión, etc., no muestran ninguna diferencia importante entre los dos productos. Sin embargo, por cromatografía de gases, actualmente considerada como una de las técnicas más confiables y precisas para la separación y análisis de mezclas complejas, se obtendrían diferencias apreciables.

Así, el objetivo de éste trabajo es el de realizar un estudio a nivel práctico del análisis de grasas de leche, contribuyendo con esto a la divulgación de la técnica y al mejor conocimiento de sus

bondades y limitaciones.

Además se presenta como análisis complementario para la caracterización del origen de la grasa, la determinación de Esteroles (componente que se encuentran en la materia insaponificable), siendo el β - Sitosterol componentes característicos de los aceites vegetales y el Colesterol, de las grasas animales; ya que se presentan casos en los cuales la cuantificación única de los ácidos grasos individuales no aporta información suficiente para concluir inequívocamente la caracterización de mezclas de diferentes orígenes, sobre todo en los casos de aceites vegetales hidrogenados.

Se obtuvieron valores promedio de 30 muestras de leche de procedencia confiable, ya que las vacas fueron ordeñadas en presencia del Director General de Bufete Químico, S.A., lugar donde se desempeñó el presente trabajo.

En una sección aparte se dan los valores de los ácidos grasos a partir de los cuales se obtuvieron los valores promedio que más adelante se presentan en una tabla que nos servirá como base para dar el dictamen de la caracterización de la grasa.

CAPITULO II

DESCRIPCION DE LA TECNICA EMPLEADA

a).- GENERALIDADES DEL METODO SELECCIONADO

Al estar trabajando con muestras de grasas y aceites, lo mínimo que debemos saber de ellos es su composición, para que en determinado momento podamos realizar variantes al análisis y así tener una serie de alternativas que nos permitan establecer una conclusión con respecto a su origen, es por eso que a continuación se dará un bosquejo de lo que son las mismas.

(3)

Sabemos que los principales constituyentes de las grasas (si su estado físico es sólido) y aceites (si su estado físico es líquido) son los siguientes: diglicéridos, triglicéridos, ácidos grasos libres, glicerina, restos de tejidos animales y vegetales-respectivamente-carotenos y materia insaponificable (que es menos de un 1% en grasas de leche y en la que se encuentran los esteroides). Siendo los ácidos grasos los componentes que presentan una relación cuantitativa constante para cada tipo de grasa, por lo que casi podríamos afirmar que estos valores representan la huella digital de la misma.

El análisis de una grasa o aceite puros es relativamente sencillo, pero cuando se trata de mezclas entre ellos, ya nos empezamos a tropezar con problemas para su identificación.

Estas grasas, llamadas también "grasas butíricas" (ya que el ácido graso cuya presencia origina este nombre es el ácido "butírico" o butanoico) presentan ácidos saturados e insaturados, siendo éstos últimos muy importantes para detectar si una grasa ha sido adulterada con aceites extraños.

Para poner más objetivo esto, observamos que - en los aceites vegetales los porcentajes de ácidos palmítico, oleico y linoleico son los principales - componentes, así como los ácidos palmítico, esteárico y oleico lo son en las grasas animales, indicando que si una grasa animal -como la leche de vaca- fuera adulterada con un aceite vegetal, claramente se observaría un aumento en el porcentaje de ácido linoleico pudiendo disminuir en algunos casos, el - palmítico o el esteárico.

Existen aceites en los cuales el porcentaje de un ácido graso denota apreciablemente su presencia, como lo sería la del aceite de oliva que contiene - ácido oleico hasta en un 80%; o el cártamo, que contiene hasta un 80% de linoleico; o el coco, que contiene hasta un 50% de láurico.

Aunque oficialmente no se acepta la cromatografía de gases para determinar la autenticidad de una grasa, en transacciones comerciales se está utili--zando cada vez con mayor frecuencia para detectar - adulteraciones.

b).- DESCRIPCION DE REACCIONES EFECTUADAS EN -
EL METODO SELECCIONADO.

Los análisis tradicionales de grasas consistían en la obtención de ciertos índices ⁽⁴⁾ (Iodo, saponificación, acetilo, Kirschner, Polenske, Reichert - Meissel, etc.) que comparados con los valores correspondientes de los aceites puros, no representaban problemas llevarlos a cabo.

Cuando se observa la posibilidad de adulterar un aceite auténtico con otro más económico (para fines comerciales) ya se empiezan a afrontar dificultades para la realización del análisis. Para afrontar éstas, después de revisar la bibliografía, ⁽⁸⁾ nos topamos con dos métodos de análisis que se complementan para dar un buen veredicto de caracterización, a saber:

- a) Análisis de ácidos grasos, y
- b) Análisis de esteroides (siendo el colesterol cuando se trata de una grasa animal y el β -Sitosterol cuando es un aceite vegetal)

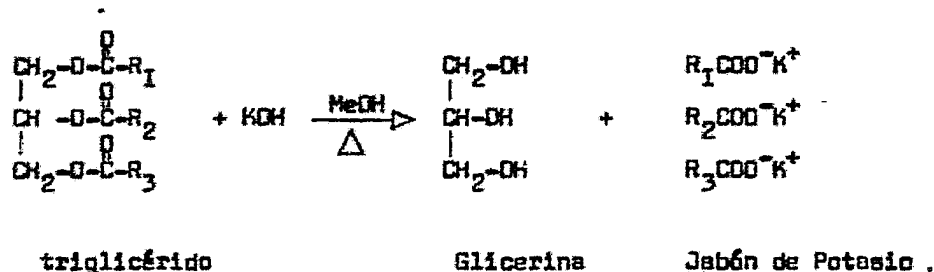
El fundamento del método de análisis de ácidos grasos se basa en su extracción y su conversión a ésteres metílicos, ya que los ácidos grasos libres presentan inconveniente en su análisis directo debido a su baja presión de vapor (cualidad esencial para su separación por la técnica de cromatografía de gases).

Para evaluar el grado de confiabilidad y precisión de la cromatografía de gases en la cuantificación de ésteres metílicos se procedió a efectuar las siguientes reacciones con las condiciones cromatográficas especificadas a 30 auténticas grasas de

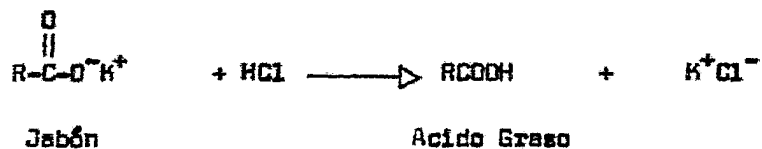
leche de vaca para obtener una tabla representativa_ y actual de la composición en ácidos grasos, ya que las tablas generales e internacionales que comunmen_ te se presentan en la literatura no son aplicables_ a todos los lugares y problemas con los cuales nos tropezamos en la práctica.

REACCIONES EFECTUADAS

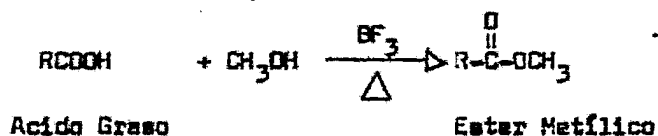
a) Saponificación :



b) Hidrólisis :



c) Esterificación :



c) PREPARACION DE ESTERES METILICOS

Para llevar a cabo el análisis, se optó por el método de esterificación con trifluoruro de boro - (BF_3) (10-14%)⁽¹⁾ en metanol, ya que es el método recomendado por las siguientes organizaciones:

AOCS: American Official Chemical Society

ASTM: American Society for Testing Materials

AOAC: Association of Official Analytical Chemists

También se pueden obtener los ésteres butílicos y propílicos; y se pueden emplear otras técnicas - aceptables como lo son: Metilación con metóxido de sodio (CH_3ONa) o con diazometano (C_2N_2), aunque estas son menos usadas y se recomiendan más para ácidos resínicos y ácidos aromáticos y diácidos.

Para la extracción de la grasa el método a elegir dependerá del producto lácteo que se nos presente, es decir, si se trata de una leche, un queso, - una mantequilla, una crema, un chocolate, etc., por lo que ese paso lo dejaremos a elección del analista, aunque se recomienda usar las técnicas que para cada uno de éstos productos recomienda el .AOAC.

- 1.- Para la saponificación: Ponga aproximadamente - 0.15 g. de grasa en un matraz erlenmeyer y adicione 40 ml. de solución metanólica al 15% de - Hidróxido de Potasio; caliente a reflujo hasta que los glóbulos de grasa desaparezcan o hasta formación de espuma (jabón), señal de que la saponificación se ha completado.
- 2.- Para la hidrólisis: Acidifique con H_2SO_4 (1:2) o HCl (1:1) en caliente empleando como indicador anaranjado de metilo y agitando enérgicamente. (En éste paso se puede emplear un condensa

dor de reflujo para evitar pérdidas de los ácidos ligeros). Enfríe la solución y pase a un embudo de separación, agregue el pentano o éter de petróleo y extraiga la grasa agitando con movimiento de rotación (para evitar formación de emulsiones). Drene la fase acuosa. Lave el extracto orgánico con agua saturada de NaCl hasta que esté libre de ácidos inorgánicos probando con una gota de anaranjado de metilo la capa acuosa descartada.

- 3.- Para la esterificación: Ponga el extracto en otro matraz erlenmeyer y lleve casi a sequedad. Agregue 5 ml. de BF_3 y ponga a reflujo aproximadamente 5 minutos hasta que aparezcan gotitas de grasa (tener cuidado en éste paso, los ésteres más volátiles pueden ser perdidos si el calentamiento es elevado).

Después de enfriar, pase el contenido del matraz a un embudo de separación; lave el matraz con 10 ml. de pentano o éter de petróleo e incorpórelos al embudo de separación. Agite y deje separar capas, drene la capa inferior (acuosa) y descártela. Lave la capa orgánica con la solución de NaCl y descarte ésta nuevamente.

La capa etérea puede filtrarse a través de Na_2SO_4 anhidro, lavando el filtro con pentano para recuperar los ésteres que se hubieran adsorbido en el Na_2SO_4 .

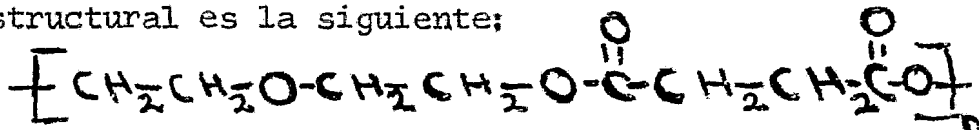
A la capa etérea que contiene a los ésteres metílicos, se le evapora el éter a temperatura ambiente con corriente de aire o N_2 seco hasta reducir su volumen a 1.0 ml. De aquí se podrán tomar de 0.5 a 1.0 μl para inyectar al cromatógrafo.

d).- CONDICIONES CROMATOGRÁFICAS

Conforme a la bibliografía revisada ⁽⁵⁾ y ⁽⁷⁾ se encontró que -en forma general- existen dos tipos de columnas para el análisis de ácidos grasos:

- a) Columnas Polares.- Generalmente contiene silicomas (aunque de estas también las hay no polares) como fase líquida, en las cuales el orden de aparición de componentes va en orden creciente de peso molecular y en orden decreciente de insaturación, de tal forma que el ácido oleico aparece antes que el ácido esteárico.
- b) Columnas Semipolares.- Cuya fase líquida está formada por ésteres insaturados, como lo son:
- Succinato de Butano diol (BDS)
 - Tereftalato de polietilén glicol 20 M (FFAP)
 - Succinato de dietilén glicol (DEGS)

Esta última fase es la más trabajada actualmente y con la que se realizó éste trabajo. Su forma estructural es la siguiente:



La elección de las condiciones se realiza de tal forma que se obtenga una resolución suficiente en el menor tiempo. Esto se consigue asegurando que el cromatograma tenga dos características:

- a) Que se separen todos los ácidos grasos, y
 b) Que el tiempo total de análisis sea de media hora

Para obtener el cromatograma, se inyecta cantidad suficiente de muestra para tener el pico mayor dentro de la escala del registrador a una atenuación máxima de x 4000 a x 8000, y los componentes menores a atenuaciones variables que den alturas razonables para la cuantificación.

La técnica de cuantificación fue por el método de normalización, aunque también pueden ser empleados integradores o microprocesadores.

El orden de aparición de los ésteres va en orden creciente de número de átomos de carbono; y para un mismo número de átomos de carbono, sigue un orden creciente de insaturación.

D.I).- Condiciones de operación

I.- Características de la columna empacada:

- a).- Fase Líquida: DEGS al 15%
- b).- Soporte: Tierra de diatomeas blanca de alta resolución (comercialmente conocida como Chrom WHP) y silanizada.
- c).- Tamaño de partícula.- 80/100 ó 100/120 mallas.
- d).- Material de la columna: Acero inoxidable.
3 metros de longitud de 1/8 de pulgada de diámetro interno (± 3 mm).

2.- Condiciones del cromatógrafo de gases:

- a).- Temperatura de la columna:
Temperatura Isotérmica.- 175°C
Temperatura Programada.- 150°-210°C a 6°C/min.
tiempo inicial de cero minutos.
- b).- Flujo de N₂: 46 ml/min.
- c).- Temperatura de Interfase: 210 °C
- d).- Temperatura del Inyector: 250 °C

3.- Cantidad de Muestra:

- a) 0.2 μ l - 0.6 μ l. Si se utiliza detector de Ionización de Flama.
- b) 0.5 μ l - 2.0 μ l. Si es con Detector de Conductividad Térmica.

El instrumento y la columna pueden ser verificadas en su funcionamiento calculando la resolución entre el Oleato y el Estearato de Metilo por medio de la siguiente relación:

$$R = \frac{2Y}{W_E + W_O}$$

Donde: R= Resolución

Y= Diferencia en los tiempos de retención

W_E y W_O = Amplitud de la base de los picos de Estearato y Oleato de Metilo respectivamente.

Si la resolución es mayor o igual a 1.0, la columna y el aparato estarán funcionando apropiadamente.

Nota: En éste trabajo se estuvo trabajando con R= 1.5.

CAPITULO III

BASES PARA LA DETERMINACION DE ADUL-
TERANTES

a).- COMPOSICION EN ACIDOS GRASOS DE GRASAS AUTENTICAS DE LECHE DE VACA

A continuación se dan valores promedio de muestras representativas de grasas de leche* de procedencia confiable, obteniéndose la siguiente tabla de resultados:

Esteres Metilicos correspondientes a los ácidos grasos	Grasas de leche de vaca			Grasa de leche de cabra
	% EN PESO			
	A	B	C	
1.- Butanoico (C ₄)	trazas	0.102	0.34	
2.- Caproico (C ₆)	"	trazas	0.628	0.36
3.- Caprílico (C ₈)	0.23	0.622	2.11	1.67
4.- Cáprico (C ₁₀)	1.60	1.925	5.8	6.83
5.- Undecanoico (C ₁₁)	0.19	0.17	0.76	0.24
6.- Láurico (C ₁₂)	2.28	2.8	6.14	3.20
7.- Lauroleico (C _{12:1})	0.11	0.101	0.40	0.28
8.- (C _{12:1})	0.15	0.106	0.18	0.39
9.- Mirístico (C ₁₃)	8.16	9.722	14.43	9.27
10.- Miristoleico Cis (C ₁₄)	0.17	0.181	1.68	0.33
11.- Miristoleico Trans (C _{14:1})	0.86	0.916	1.59	
12.- (C _{14:1})	2.17	1.51	0.35	1.30
13.- Miristolénico (C ₁₅)	0.51	0.483	Trazas	0.45
14.- Palmítico (C ₁₆)	23.54	26.76	30.425	25.74
15.- Palmitoleico Cis (C _{16:1})	0.17	0.181	trazas	2.34
16.- Pamitoleico trans (C _{16:1})	3.12	2.21	2.486	
17.- Margárico (C ₁₇)	0.84	0.93	1.07	1.16
18.- Palmitolénico (C _{16:2})	0.17	0.44	0.29	0.70
19.- Estéárico (C ₁₈)	16.47	16.76	9.03	14.16
20.- Oleico Cis (C _{18:1})	35.30	29.56	19.06	26.49
21.- Oleico trans (C _{18:1})	0.12	0.262	0.113	
22.- Linoleico (C _{18:2})	2.16	1.77	1.96	1.85
23.- Aráquico (C ₂₀)	0.08	trazas	0.113	
24.- Linolénico (C _{18:3})	1.60	1.73	1.07	

* Ver tabla al final del trabajo

Cuando se trata de quesos, mantequillas, cremas, (productos lácteos resultados de un proceso), se desproporcionan los ácidos grasos ligeros, modificándose los valores relativos por pérdida o enriquecimiento de ligeros a expensas de pesados, o de ligeros (no saturados) a expensas de sólidos (saturados) encontrándose diferencias notables como en el oleico, que puede variar desde un 17% hasta un 40% en leches de vaca.

De ésta tabla, podemos apreciar dos primeras observaciones:

- 1a. Diferenciar una grasa auténtica de leche de vaca de una adulterada. Es decir, siempre va a haber una relación constante en la composición de ácidos grasos, de tal forma que un salto en estos valores denotará, si no en forma absoluta si una sospecha de posible adulteración.
- 2a. Diferenciar una grasa de leche de vaca de una leche de cabra. Aún cuando los contenidos de la mayoría de los ácidos grasos de una grasa de leche de cabra presenta semejanzas con la leche de vaca, siempre va a haber una relación constante en el contenido de ácidos cáprico y láurico, de tal forma que el primero siempre estará en mayor porcentaje en la leche de cabra.

b) ADULTERANTES MAS COMUNES

La misma tabla ilustra algunas de las variaciones de los ácidos grasos en auténticas de leche de origen nacional y pueden servir de base para apreciar adulteraciones -entre otras- con aceites vegetales de los cuales podemos mencionar los siguientes:

1er. caso: Adulteración con aceites vegetales no modificados por hidrogenación u otros procesos.

- a).- Aceite de Coco.- Esta adulteración se aprecia fácilmente por el incremento de ácido láurico ya que contiene de 44 a 50% (mientras que la leche de vaca contiene de 2-6%)
- b).- Aceites vegetales (excepto de algodón y coco). Se aprecian cuando hay una disminución de ácido palmítico, ya que presentan contenidos desde 7 a 13%, contra la leche de vaca que tiene de 23 a 30%.
- c).- Aceites vegetales.- Se aprecian cuando hay un valor mayor de 3% de ácido linoleico, como por ejemplo, la soya y el girasol nacional que contienen alrededor de 57%. El aceite de cártamo que presenta 77%. El maíz y el ajonjolí que tiene alrededor de 42%. Y el algodón que tiene 53%.
- d).- Aceite de soya.- Se aprecia cuando hay un contenido mayor de 2% de ácido linolénico. La soya tiene de 6 a 8%. La leche de vaca contiene 2%.

2º Caso: Adulteración con sebos o grasas animales (sin procesos que alteren su distribución relativa de ácidos grasos).

Se aprecia cuando hay un aumento anormal de ácido esteárico (18% o más) ya que el contenido en la grasa de leche es de 9 a 17 %.

TABLA NO. 1

Tratamiento matemático de datos para la estimación cuantitativa de adulterantes.

La técnica tiene como fundamento el establecimiento de ecuaciones simultáneas basadas en balances de contribución de cada ácido por cada aceite contenido en la muestra.

$$1.- A + B + C + D + . = 100$$

$$2.- XaA + XbB + XcC + XdD + . = X$$

$$3.- YaA + YbB + YcC + YdD + . = Y$$

$$4.- ZaA + ZbB + ZcC + ZdD + . = Z$$

Donde: A, B, C, D, ... Son los porcentajes de cada aceite contenido en la muestra y son valores desconocidos.

X, Y, Z, ... Son los porcentajes de cada ácido graso obtenido del cromatograma de la muestra.

Xa, Xb, Xc, ...

Ya, Yb, Yc, ...

Za, Zb, Zc, ... Son los porcentajes más frecuentes de cada uno de los ácidos correspondientes a cada uno de los aceites contenidos en la muestra y son tomados de la tabla general, o de tablas internacionales.

Y en las grasa animales es alrededor de 30%.

3er. Caso: Adulteración con aceites vegetales hidrogenados.

Esta última adulteración presenta problemas - más serios; y para ilustrar ésto, mencionamos un caso que se presentó en el laboratorio:

Se practicó el análisis al aceite extraído de unas tostadas de maíz de cierta marca comercial, en las cuales existía un olor anormal, atribuyéndose a una adulteración del aceite empleado.

Después de extraer y analizar el aceite de la muestra, se elaboró la siguiente tabla de resultados, en la cual se puede apreciar que a partir de - los porcentajes relativos de los ácidos grasos y de los índices de saponificación y de yodo correspondientes a cada ácido graso, se calcularon los índices y peso molecular promedios correspondientes a - la mezcla, concordando con los valores obtenidos - por métodos convencionales.

Esto, indudablemente, representa una economía de tiempo y de gastos analíticos.

Componente	% Relativo	Peso Molec.	Índice de Iodo	Índice de Saponificación
C ₁₂	0.1071	200.3	0	280.08
C ₁₄	0.0801	228.4	0	245.69
C ₁₆	8.6813	256.4	0	218.80
C _{16:1}	0.1607	254.4	99.78	220.12
C ₁₇	0.0536	268.4	0	208.01
C ₁₈	4.5996	284.4	0	197.23
C _{18:1}	20.0643	282.4	89.87	198.30
C _{18:2}	65.0202	280.4	181.04	199.71
C ₂₀	0.9646	312.5	0	179.52
C ₂₂	0.2679	278.4	273.53	201.51

Peso molecular promedio = 279.0298
Índice de Yodo promedio = 136.6377
Índice de saponificación promedio = 201.94

Los porcentajes relativos de ácidos grasos se reportará en todos los casos hasta la cuarta cifra decimal, no siendo significativo esto, pues sólo se puede dar hasta la 1a. ó 2a. cifra decimal dependiendo con el número de éstas con que se programa a la calculadora.

Para deducir a partir de los porcentajes relativos de ácidos grasos el tipo de grasa de la cual provienen, es necesario considerar la composición de algunos aceites vegetales y grasas animales, para lo cual se elaboró la tabla general, que comprende los valores promedio de diversas muestras representativas de cada aceite y grasas analizadas siguiendo la misma técnica de preparación de muestra y condiciones cromatográficas.

Estas condiciones se mencionan más adelante y en la tabla No. 1, se ilustra el sistema de ecuaciones para el cálculo de mezclas.

Es frecuente que no tengamos el mismo número de ecuaciones que de incógnitas, lo que motiva la discriminación de alguna de las dos, llegándose incluso a la técnica de aproximaciones, o a la más efectiva, que es la de "Selección de alternativas"; es decir, fijarse en los ácidos que sobrepasan el tope del valor promedio y relacionarlos con los demás componentes para de aquí obtener qué ácidos son los que descompensan su relación en la grasa.

Siendo ésta técnica tan útil y efectiva como experimentado sea el analista.

De la tabla general, podemos apreciar que los valores obtenidos para la muestra no corresponden - con exactitud a ningún aceite, pero podemos apreciar algunos datos interesantes:

1o.- El aceite empleado en las tostadas, según información del fabricante, fue adquirido como - aceite puro de girasol.

2o.- En éste país se emplean tres variedades de aceite de girasol^(*) Las cuales fueron analizadas, encontrándose los siguientes valores de ácido linoleico ($C_{18:2}$):

Variedad de Girasol	% de Acido Linoleico
Vmink	51.0
Peredovik	51.4
Krasnodarast	50.2

Como la muestra contiene 65% de linoleico, - "no puede" ser de girasol, por lo cual se concluyó que era una mezcla de dos o más aceites, de los cuales uno debería tener un porcentaje de $C_{18:2}$ mayor de 65%; como el aceite de cártamo que tiene $\pm 77\%$, y el otro debería tener menos de 65%, y podría ser girasol.

Haciendo un balance de ácido linoleico, establecemos dos ecuaciones simultáneas, suponiendo que la muestra es mezcla de cártamo y girasol.

$$1.- C + G = 100$$

$$2.- xC + yG = 65$$

donde:

x = Fracción de ácido linoleico presente en el aceite de cártamo (%/100).

y = Fracción de ácido linoleico presente en el aceite de girasol.

C = % de aceite de cártamo en la muestra (desconocido)

G = % de aceite de girasol en la muestra (desconocido).

Substituyendo los valores dados en la Tabla General, nos queda:

$$\begin{array}{rcl}
 1.- & C + G & = 100 \\
 2.- & 0.77C + 0.507 G & = 65 \quad \text{resolviendo} \\
 & 0.77C + 0.77 G & = 77.0 \\
 - & \underline{0.77C + 0.507G} & = \underline{65} \\
 & 0 & 0.263G = 12 \\
 & & G = \underline{12} \\
 & & 0.263 \\
 & & G = 45.6 \%
 \end{array}$$

Por lo tanto, se tiene aproximadamente 45% de aceite de girasol y 55% de aceite de cártamo.

Sin embargo, sabiendo que las variedades norteamericanas de girasol contienen mayor porcentaje de ácido linoleico, se consiguieron semillas de esa procedencia, a las cuales se les extrajo el aceite y se analizó obteniendo los siguientes resultados:

Acido	%
Mirístico	0.395
Palmítico	10.138
Esteárico	4.027
Oleico	19.431
Linoleico	66.064

Por lo tanto, la primera conclusión basada en aceites del país sería dudosa, ya que podría tratarse también de aceite de girasol de procedencia norteamericana.

Observando con este caso que la caracterización de una grasa es un trabajo arduo porque no se basa solamente en la comparación entre una composición y otra, sino en todo un razonamiento lógico de la variación de los porcentajes.

Como éste ejemplo, se presentan muchos. Así - tenemos el análisis de grasas de leche, conocidas como "grasas butíricas" en las cuales cada laboratorio sigue su propio criterio, a veces basado en experiencias previas las cuales frecuentemente no son representativas del problema actual.

Aunque el material de análisis fue muy grande, sólo se seleccionaron los casos más ilustrativos.

Y para empezar, mencionaremos un caso legal en el cual dos laboratorios llegaron a conclusiones diferentes partiendo del mismo cromatograma cuantitativo de la muestra, cuyos resultados se escriben a continuación:

Esteres metílicos de los ácidos grasos % en peso

1.-	Caprílico (C_8)	2.38
2.-	Capríco (C_{10})	4.61
3.-	Undecanoico (C_{11})	0.58
4.-	Capricolénico ($C_{10:1}$)	0.10
5.-	Láurico (C_{12})	4.77
6.-	Lauroleico Cis ($C_{12:1}$)	0.16
7.-	Lauroleico Trans ($C_{12:1}$)	0.10
8.-	(C_{13})	0.10
9.-	Laurooléico ($C_{12:2}$)	0.56
10.-	Mirístico (C_{14})	12.89
11.-	Miristoleico ($C_{14:1}$)	3.00
12.-	(C_{15})	2.46
13.-	Miristolénico ($C_{14:2}$)	0.37

14-	Palmitico (C ₁₆)	24.43
15-	Palmitoleico Cis (C _{16:1})	2.50
16-	Palmitoleico Trans (C _{16:1})	0.20
17-	Margarico (C ₁₇)	0.85
18-	Palmitolénico (C _{16:2})	0.90
19-	Estearico (C ₁₈)	10.47
20-	Oleico (C _{18:1})	23.20
21-	Linoleico (C _{18:2})	2.44
22-	Aráquico (C ₂₀)	1.75
23-	Linolénico (C _{18:3})	1.18

El primer laboratorio hizo las siguientes apreciaciones:

Analizó una grasa auténtica de leche de vaca y obtuvo 19.06% de ácido Oleico, de lo cual dedujo - que en la muestra el valor de 23.20% era alto debido a la adulteración con algún aceite vegetal que - seguramente había sido hidrogenado; aunque no se especificó el valor exacto de la adulteración, se supuso que debería ser mayor de 10%.

El segundo laboratorio, hizo las siguientes apreciaciones:

Analizó tres muestras representativas de grasas de leche de procedencia confiable, mencionadas ya en el capítulo III, inciso A, y de acuerdo a ellas se concluyó que la muestra contenía grasa auténtica de leche de vaca.

Aunque parezca lógica la conclusión del segundo laboratorio, es claro que quedan dudas razonables como son las siguientes:

¿Cómo se apreciarían adulteraciones de las tres grasas de leche ya mencionadas identificadas como A, B y C se les adicionarán cantidades varia-

bles de los siguientes aceites cuya composición se ilustra a continuación.

	Algodón I	Algodón II (hidrogenado)	Soya III	Soya IV (hidrog.)
C ₁₆	23.9	23.9	13.2	13.2
C ₁₈	2.8	8.8	3.5	13.5
C _{18:1}	18.4	65.0	20.3	64.3
C _{18:2}	53.2	0.6	55.0	1.0

En ésta tabla, las columnas de aceites hidrogenados (II y IV) corresponden a una hidrogenación hipotética de las muestras de algodón y soya_ (columnas I y III) a partir del aceite auténtico.

Es evidente que cualquier adulteración con los aceites I y III sería notable aún en niveles menores de 10%; pero si la adulteración fuera con alguno de los aceites II y IV, habría confusión en la interpretación. Así, si adulteramos las muestras A, B y C con los aceites II y IV, tendríamos mezclas con la siguiente composición:

TABLA A

% A	% II	% C ₁₆	% C ₁₈	% C _{18:1}
80	20	23.68	28.34	41.24
60	40	23.58	14.94	47.18
40	60	23.52	11.87	53.12

TABLA B

% A	% IV	% C ₁₆	% C ₁₈	% C _{18:1}
80	20	21.47	15.88	41.1
60	40	19.40	15.28	46.9
40	60	17.34	14.69	52.7

TABLA C

% B	% 11	% C ₁₆	% C ₁₈	% C _{18:1}
80	20	25.9	15.18	24.7
60	40	25.46	13.58	36.65
40	60	25.46	11.99	43.74

TABLA D

% B	% IV	% C ₁₆	% C ₁₈	% C _{18:1}
80	20	23.84	16.12	36.51
60	40	21.18	15.46	43.46
40	60	18.52	14.81	50.40

TABLA E

% C	% IV	% C ₁₆	% C ₁₈	% C _{18:1}
80	20	26.98	74.94	28.11
60	40	23.53	59.58	37.16
40	60	20.09	44.22	46.0

Si estudiamos los valores de las tablas anteriores con relación a los encontrados en la muestra problema, podemos apreciar que ninguna de las combinaciones nos indica la posibilidad de adulteración de la muestra con los adulterantes II y IV en los porcentajes indicados y seguiría considerando que la muestra contiene grasa auténtica de leche de vaca; sin embargo, si probáramos adulteraciones en porcentajes menores de 20% podríamos llegar a interpretaciones confusas o falsas. Ya que hasta aquí, solamente consideramos tres referencias representativas de leche y se establecieron balances de contribución con tres ácidos grasos.

Y considerando que al analizar una muestra generalmente se desconoce la procedencia de la leche y el tipo de adulterantes; y si se toman en cuenta también los errores analíticos que se presentan por deficiencias en la extracción de la grasa; en la transformación de la misma en ésteres metílicos; condiciones de operación del cromatógrafo; eficiencia de la columna; medición de área de picos; factores de respuesta; envejecimiento de las columnas, etc., la situación se complica notablemente y se presentan limitaciones importantes que aumentan con la presencia de grasas adulterantes de origen animal, como lo son: el sebo de res, la manteca de puerco y los ácidos grasos obtenidos por rectificación.

También cabe aclarar que en los análisis de grasas extraídas de productos lácteos como cremas, quesos, mantequillas, se llegan a desproporcionar los porcentajes relativos de ácidos grasos presentes en las leches originales debido a los diversos tratamientos que sufren desde la ordeña hasta la presentación del producto en el mercado.

Existen tablas de composición de ácidos grasos de diversas grasas y aceites publicados en boletines, revistas y libros de uso internacional, empleándose frecuentemente como base de comparación para la interpretación de resultados cromatográficos, pero que muestran valores no representativos y de escasa aplicabilidad ya que corresponden a grasas que tienen diferencias importantes con las que se emplean habitualmente en el mercado mexicano.

La realización de tablas de composición que incluyan la mayoría de los aceites y grasas que actualmente se usan en el mercado internacional, de proce

dencia local o de importación, es una labor ardua -
que debiera afrontar algún laboratorio oficial o -
institución con vastos recursos.

CAPITULO IV

CONFIRMACION DE ADULTERACION CON ACEITES VEGETALES
VIA IDENTIFICACION DE ESTEROLES

A) INTRODUCCION

Cuando se analiza una grasa para obtener los porcentajes relativos de ácidos grasos, se observa que hay desviaciones de los resultados con respecto a los valores promedio de auténticas grasas de leches de vacas, por lo que nos asalta la siguiente duda:

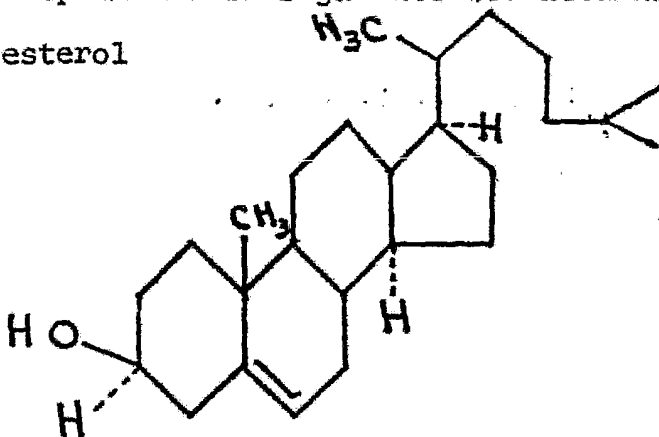
¿Qué tanta desviación podemos esperar de tal forma que estemos seguros que ésta no es debida a alguna adulteración con un aceite vegetal, sino simplemente a una variación natural de la grasa?

Actualmente están tan bien estudiadas las técnicas de adulteración que es un arduo trabajo el interpretar correctamente un cromatograma de ácidos grasos, y difícilmente seguro como conclusión inequívoca de la caracterización.

Es por eso que se investigó acerca de algunos componentes que fueran característicos en determinados aceites (3), (8)

Se encontró que existen ³ en la parte insaponificable de la grasa dos componentes característicos que corresponden a la siguiente estructura:

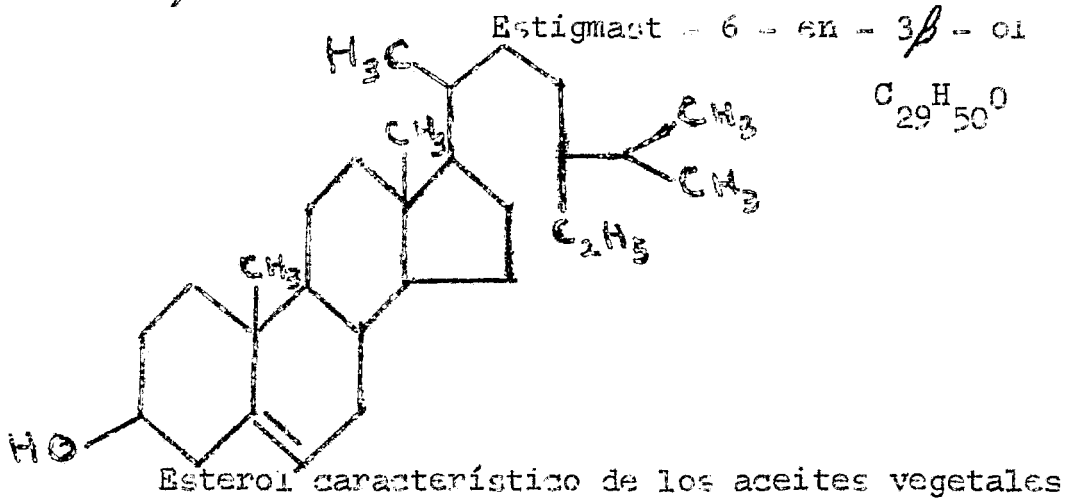
1.- Colesterol



Cholest-5-en-3β-ol C₂₇H₄₆O

Esterol característico de las grasas animales.

II.- β -Sitosterol



Es decir, que con éstos dos componentes, se podrá detectar la adulteración de una grasa animal - con una vegetal, y viceversa.

De aquí, ya tenemos las dos armas importantes para concluir correctamente la caracterización de una grasa, y será lo que veamos de aquí en adelante

CONDICIONES DE OPERACION

- A) Temperatura de la columna: 280 °C
- B) Temperatura del Inyector: 310 °
- C) Temperatura de Interfase: 310 °
- D) Flujo de Nitrógeno: 46 ml/min.
- E) Detector: Ionización de Flama
- F) Cantidad de muestra: 2 μ l

CARACTERISTICAS DE LA COLUMNA

- A) Fase Líquida: SE-52 al 1.5%
- B) Soporte: Chrom. P regular, 80/100 #s
- C) Material: Acero Inoxidable, 1/8 diám. int.
long. 1.5 metros.

Nota: La literatura recomienda que el material de la columna sea de vidrio debido a que los esteroides reaccionan con el acero; pero ésto no nos interesó mayormente ya que la supuesta degradación ocurrirá en la misma proporción tanto en muestras como en las referencias a partir de las cuales hacemos la comparación.

METODO PARA EXTRAER MATERIAS
INSAPONIFICABLES (1)

Esteroles en Mantequilla:

Pese:

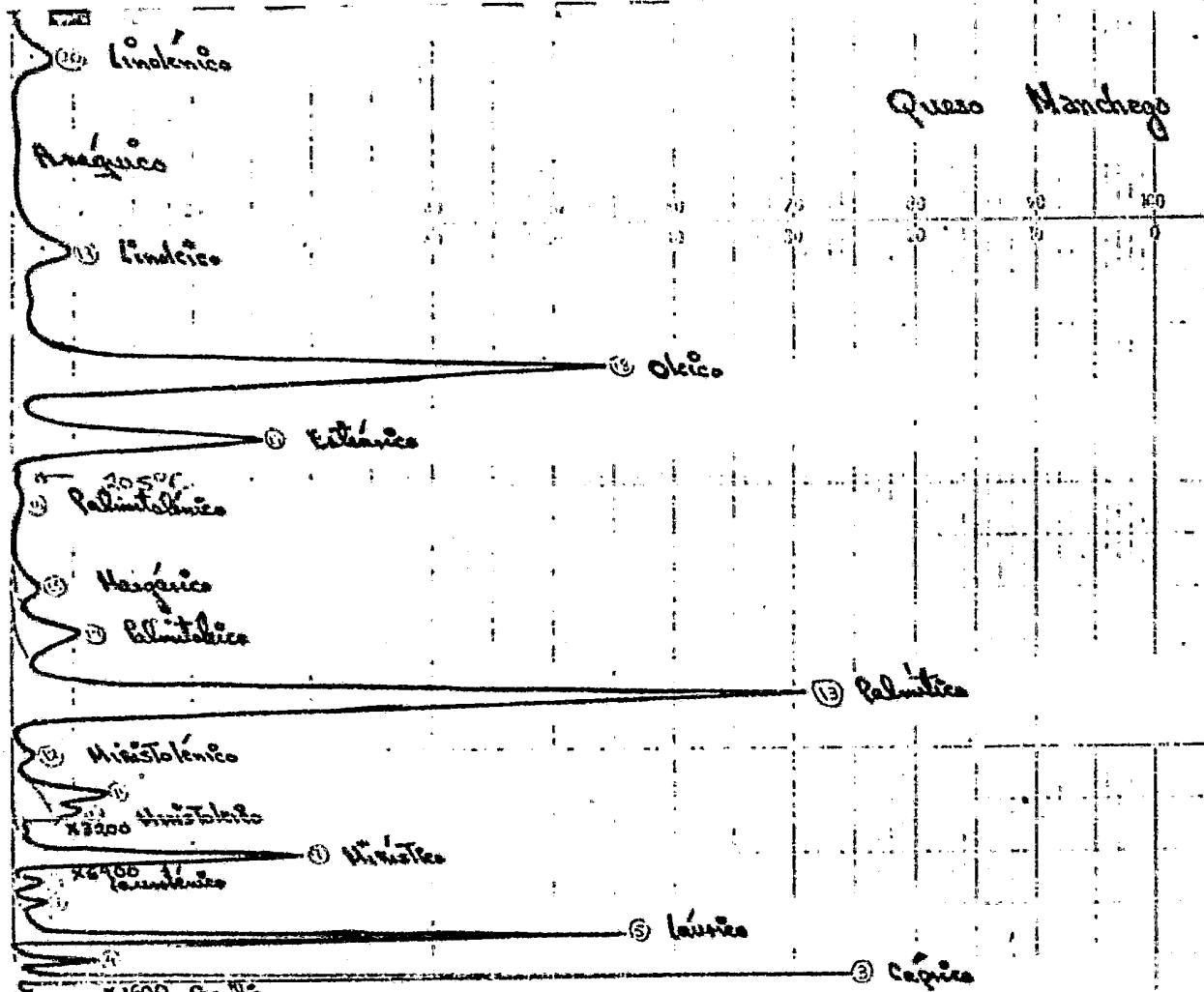
- 1.- 0.5 gr. de muestra en un matr az Er. de 250 ml., se calienta hasta fusi n de Grasa.
- 2.- Se agregan 25 ml. de Potasa Metan lica al 5%, - se calienta casi a ebullici n (80 C) a refluj_ de aire, seguir calentando hasta soluci n clara
- 3.- Dejar enfriar y pasar a un embudo de separaci n
- 4.- Agregar 20 ml. de Eter de Petr leo.
- 5.- Se hace una segunda extracci n con 10 ml. de E-ter de Petr leo.
- 6.- Combinar los extractos y pasarlos a otro embudo de separaci n y lavar con agua.
- 7.- Pasar los extractos et reos a un vaso y llevar_ a sequedad.
- 8.- Recuperar con 2 ml. de cloroformo.
- 9.- Inyectar 2 microlitros en el Cromat grafo.

CAPITULO IV

PARTE EXPERIMENTAL

A continuación se dá una 1a. serie de gráficas de ácidos grasos con el resultado de la interpretación basada en las ecuaciones mencionadas en el capítulo III y que se fundamentan en los valores de la tabla general.

Inmediatamente después aparece una 2a. serie de cromatogramas de ácidos grasos con sus respectivas gráficas de esteroides, aunque aquí ya no aparecen las ecuaciones, sino solamente los valores arrojados por la visualización y experiencia del analista confirmados por la relación del colesterol / β -sitosterol.



C.A.
D.E.S.

x 1600 Capríico
x 2000 Mistolénico
x 6400 Láurico

0.5459%
190°C 5mm/min

DEB 011-11
ETD. 00-501

H-111-80

QUESO MANCHEGO

# PICO	NOMBRE DEL ACIDO GRASO	RELATIVO
1	Caproico (C ₆)	0.5458
2	Caprílico (C ₈)	0.6508
3	Capríco (C ₁₀)	<u>2.2241</u>
4	No identificado	0.4107
5	Laúrico (C ₁₂)	<u>5.9242</u>
6	No identificado	0.0252
7	No identificado	0.1705
8	Laurolénico (C _{12:2})	0.2565
9	Mirístico (C ₁₄)	11.3227
10	Mirístoleico (C _{14:1})	0.5560
11	No identificado	1.4500
12	Miristolénico (C _{14:2})	0.6065
13	Palmitico (C ₁₆)	30.7740
14	Palmitoléico (C _{16:1})	2.9897
15	Margárico (C ₁₇)	0.9667
16	Palmitoléico (C _{16:2})	0.4549
17	Estearico (C ₁₈)	9.1934
18	Oléico (C _{18:1})	25.9311
19	Linoléico (C _{18:2})	3.1971
20	Linoléico (C _{18:3})	2.3894

La grasa analizada corresponde a una grasa de leche de vaca con 5% de adulteración con aceite de coco.

La diferencia entre los porcentajes de cáprico y láurico en la grasa de leche de vaca no es mayor del 1% y aquí observamos que la hay en un 3.7%, con cluyéndose la presencia de un aceite con un contenido alto de láurico como lo es el coco.

Nota: En algunas ocasiones, como ésta en las cuales no hay una desviación notable de los ácidos

grasos, no es posible la evaluación matemática de -
la conclusión ya que la diferencia es visible rápi-
damente por la experiencia del analista.

<u>TABLA DE RESULTADOS</u>	CREMA	QUESO
Ester Metílico correspondien- te al Ácido Graso.	Crema % en peso	Queso % en - peso
1) Caproico (C ₆)	0.126	0.131
2) (C ₉)		0.062
3) Caprílico (C ₉)	0.264	0.465
4) (C ₈)	0.010	
5) Cáprico (C ₉)	0.984	1.810
6) (C ₁₀)	0.220	0.226
7) Láurico (C ₁₁)	<u>2.059</u>	<u>2.734</u>
8) Lauroléico (C ₁₂)	0.200	0.075
9) No identificados (C _{12:1})		0.075
10) (C ₁₂)	0.2	0.253
11) Laurolénico (C ₁₂)	0.486	0.150
12) Mirístico (C ₁₄)	8.433	10.307
13) Miristoléico (C ₁₄)	0.17	0.565
14) No identificados (C _{14:1})	1.312	1.998
15) (C ₁₅)	1.531	0.603
16) Miristolénico (C ₁₄)	0.485	0.590
17) Palmítico (C ₁₆)	<u>33.25</u>	<u>33.214</u>
18) Palmítoleico (C ₁₆)	2.674	1.106
19) No identificados (C _{16:1})		3.213
20) (C ₁₇)	1.215	1.257
21) Palmitolénico (C ₁₇)	0.583	0.452
22) Esteárico (C ₁₈)	12.01	11.011
23) Oléico (Cis) (C ₁₈)	26.623	23.934
24) Oléico (Trans) (C ₁₈)	0.516	0.593
25) Linoléico (C ₁₈)	<u>2.944</u>	<u>2.419</u>
26) Aráquico (C ₂₀)	0.328	0.245
27) Linolénico (C ₁₈)	2.370	2.451
28) Araquidónico (C ₂₀)	0.012	0.131

Quant Est C.G. 2300

Argemone

CREMA

0.00%

Linolenica 2.32%

Argemone 0.328%

Linolenica 2.92%

Oleico trans x 500 0.037%

Oleico

16.63%

Stearica

120.61%

Palmolenica 001523%

x 3200

Palmiteica 2.07%

Palmiteica x 2500

Miristolenica 0.75%

C15 No id. 0.00%

Stearica x 1600 0.00%

10 mm/min C11 0.22%

Miristica 7.43%

Lauroca x 2500 1.05%

Caproica x 200 0.15%

0.00%

Caproica x 1600

Caproica

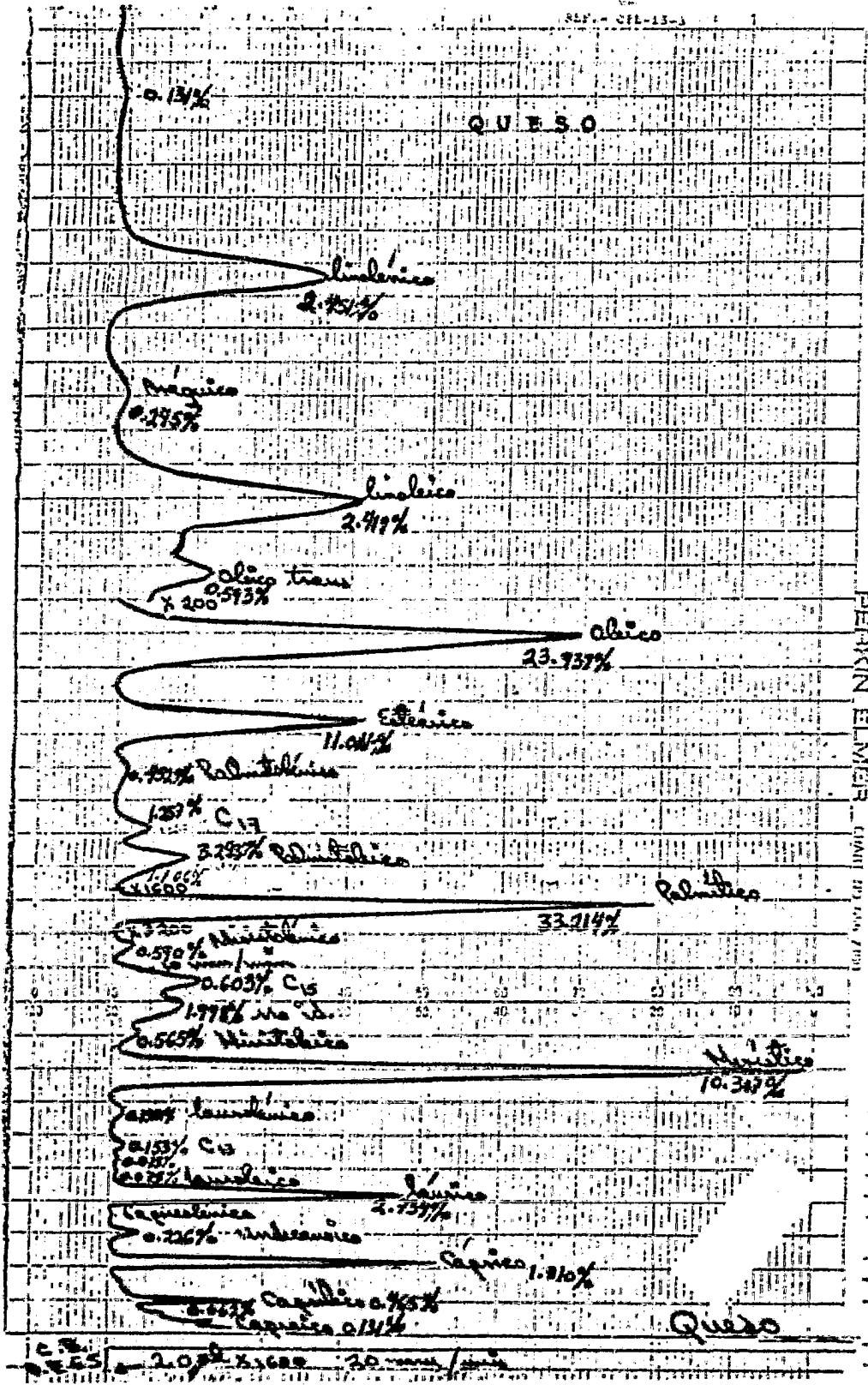
S.B

1.0 pl x 300 20 mm/min

180°C

Crema

PERKIN ELMER Quant Est C.G. 2300



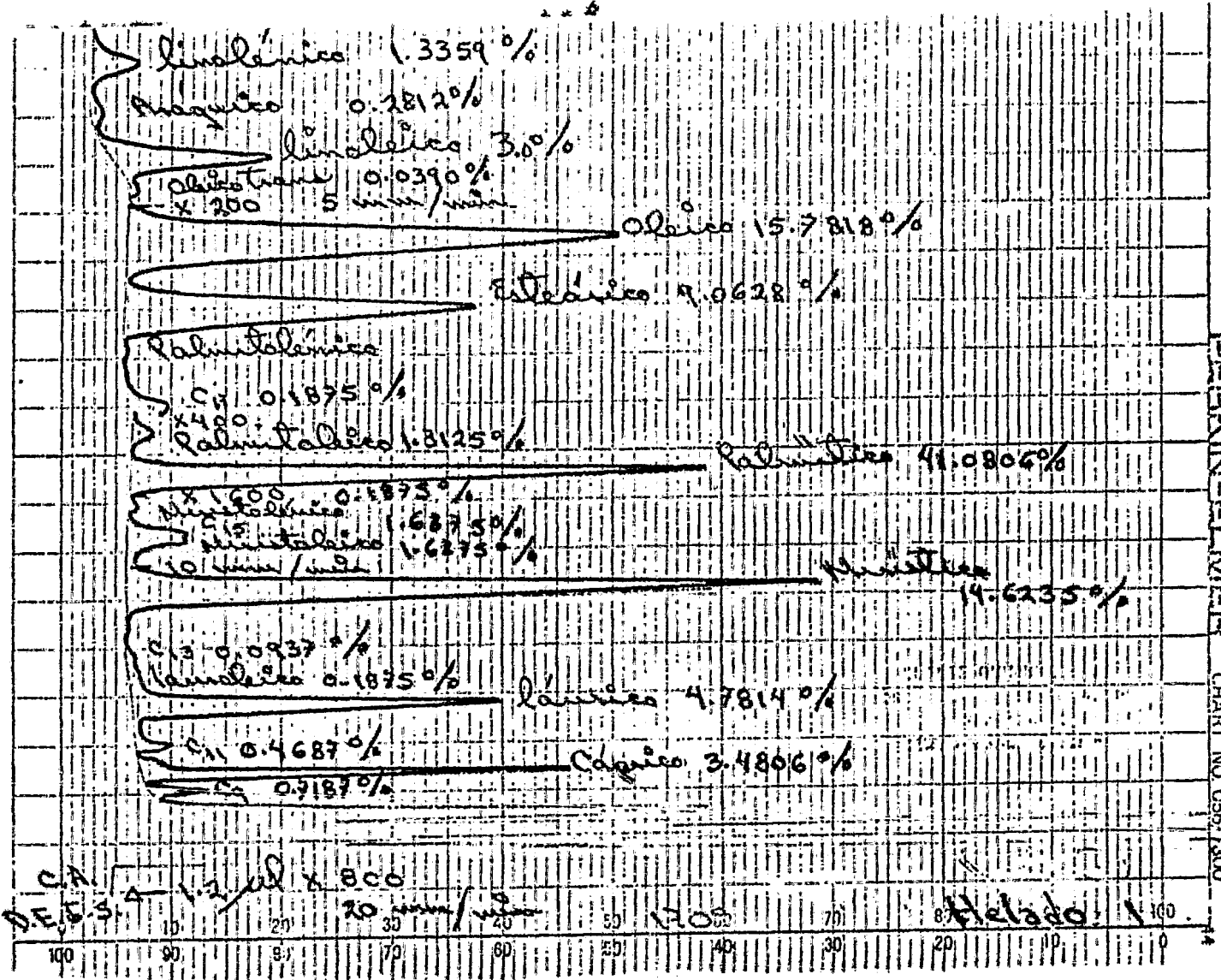
PERKIN ELMER CIVIL 100 000 700

OBSERVACIONES:

- 1).- CREMA: Esta grasa de leche está adulterada -
con:
- a) Un aceite vegetal hidrogenado, posiblemente soya o algodón (aprox. 10%)., debido al contenido relativamente alto del linoleico.
 - b) Palmitina de grasa butírica (5%) (Por -- cierto proceso a presión, se obtiene dos - porciones de la grasa de leche: Palmitina, - con un alto contenido de palmítico, siendo la parte sólida; y la oleína, con un alto - contenido de oleico, siendo la parte líquida).
 - c) Aceite de coco (1.5%) por el contenido alto de láurico en relación al cáprico.

QUESO:

Presenta las mismas adulteraciones que la grasa anterior, sólo que con un 0.5% menos de aceite - de coco.



PERKIN-ELMER CHART NO. 056-1300

HELADO 3

KIN. ELMER - QUART. INT. 000-77

Linalúo 1.5506%
 Maqui 1.2793%
 Linalúo 1.2793%
 X 200 5 mm/min

Oleo 14.1251%
 Estéreo 15.2355%

0.4652%
 2.1321% Palmitico

Palmitico
 29.3342%

X 400
 C15 0.6935%
 10 mm/min X 200
 Nitrato 11.9402%

X 1600
 0.3230% C15

Lámina

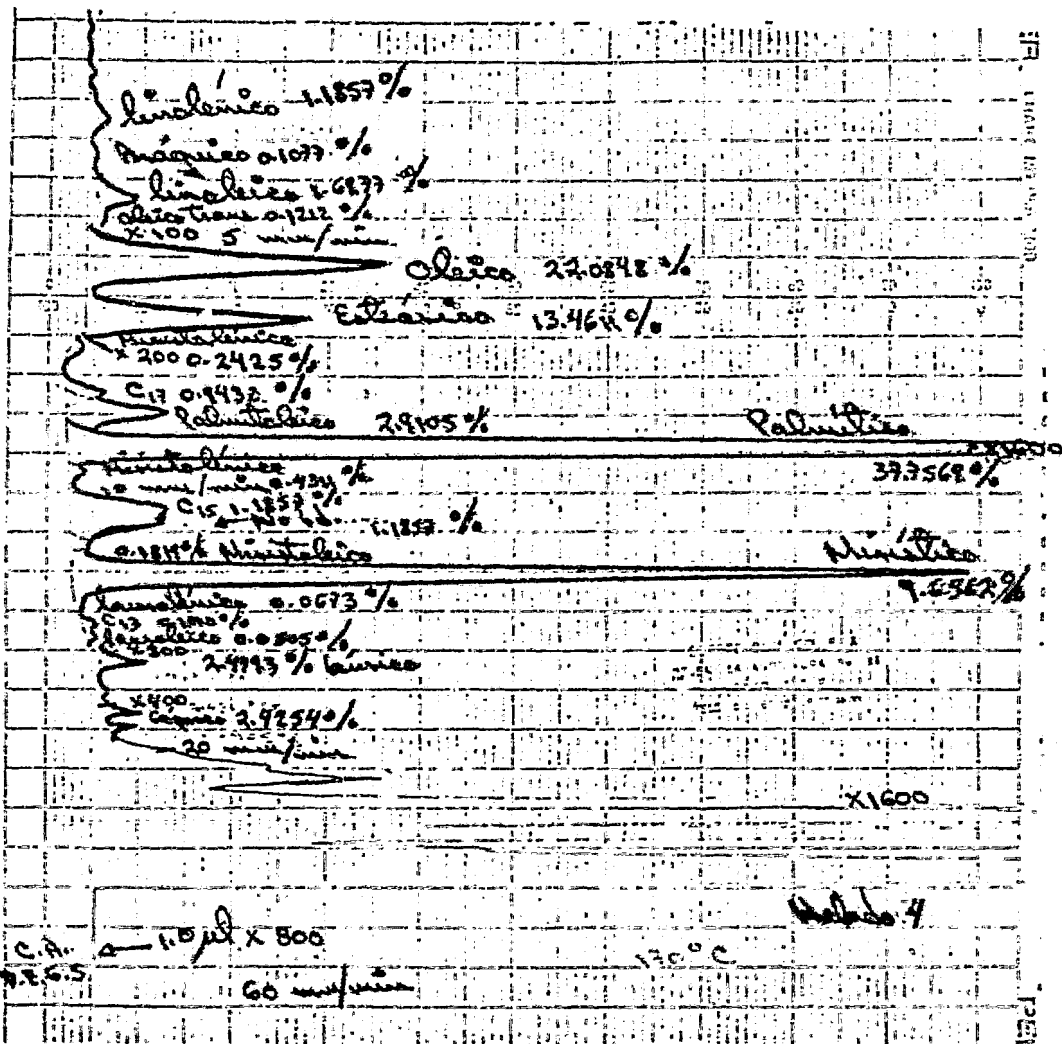
X 400
 C15 0.3001%
 10 mm/min
 0.6202%
 10 mm/min
 Cápsico 4.0526%

16.7545%

S.A.
 9255
 1.7 g
 2000
 60 mm/min

Helado 3

HELADO IV



HELADOS

ESTER METILICO CORRESPONDIENTE AL ACIDO GRASO	HELADO 1	HELADO 2	HELADO 3	HELADO 4
1) (C ₈)	0.7187	0.2590	0.6202	1.2935
2) Cáprico (C ₁₀)	3.4806	2.3312	4.0576	2.4254
3) (C ₁₀)	0.4687	0.2423	0.3101	0.4311
4) Láurico (C ₁₂)	4.7814	3.4321	<u>16.7345</u>	2.4793
5) Lauroléico (C ₁₂)	0.1875	0.1511	TRAZAS	0.0505
6) (C ₁₃)	0.3937	0.3237	0.3230	0.1010
7) Laurolénico (C ₁₃)	TRAZAS	0.0647	TRAZAS	0.0673
8) Mirístico (C ₁₄)	14.6255	9.9379	11.9402	9.0562
9) Miristoléico (C ₁₄)	1.6875	1.3113	0.7565	0.1819
10) (C ₁₅)	1.6875	1.3599	0.6978	1.1857
11) Miristolénico (C ₁₅)	0.1875	0.3971	0.0581	0.4311
12) Palmítico (C ₁₆)	<u>41.0806</u>	28.0618	24.7342	<u>37.7569</u>
13) Palmitoléico (C ₁₆)	1.3125	1.3859	2.1321	2.9105
14) (C ₁₇)	0.1875	0.1942	0.4552	0.9432
15) Palmitolénico (C ₁₇)	TRAZAS	0.2333	TRAZAS	0.2425
16) Estéarico (C ₁₈)	9.0523	<u>17.3767</u>	15.2355	13.4611
17) Oléico Cis (C ₁₈)	15.7818	23.2193	19.1251	22.0843
18) Oléico Trans (C ₁₈)	0.3399	0.2698		0.1212
19) Linoléico (C ₁₈)	3.0000	2.5903	1.2793	1.6977
20) Aráquico (C ₂₀)	0.2812	0.0809	TRAZAS	0.1077
21) Linoléico (C ₂₀)	1.3359	1.4573	1.5506	1.1857

OBSERVACIONES:

HELADO 1.- La grasa analizada está constituida por grasa de leche de vaca más sub-producto de grasa butírica (palmítina).

HELADO 2.- La grasa extraída corresponde a una de leche de vaca con grasa vegetal - hidrogenada; debido al alto contenido de esteárico en relación al bajo contenido de oleico (Hay un aumento de saturación de las dobles ligaduras).

HELADO 3.- Si observamos que la variación notable está en el porcentaje de ácido láurico nos basaremos en el balance de éste ácido suponiendo que la muestra es mezcla de aceite de coco y grasas de leche de vaca.

$$(1) \quad C + V = 100$$

$$(2) \quad 0.48 C + 0.05V = 16.73$$

Multiplicando a (1) por 0.48 y restándole (2), tenemos:

$$0.48 C + 0.48 V = 48$$

$$- 0.48 C + 0.05 V = -16.73$$

$$0 + 0.43 V = 31.27$$

$$V = 31.27 / 0.43$$

$$V = 72.7\%$$

$$C = 27.30\%$$

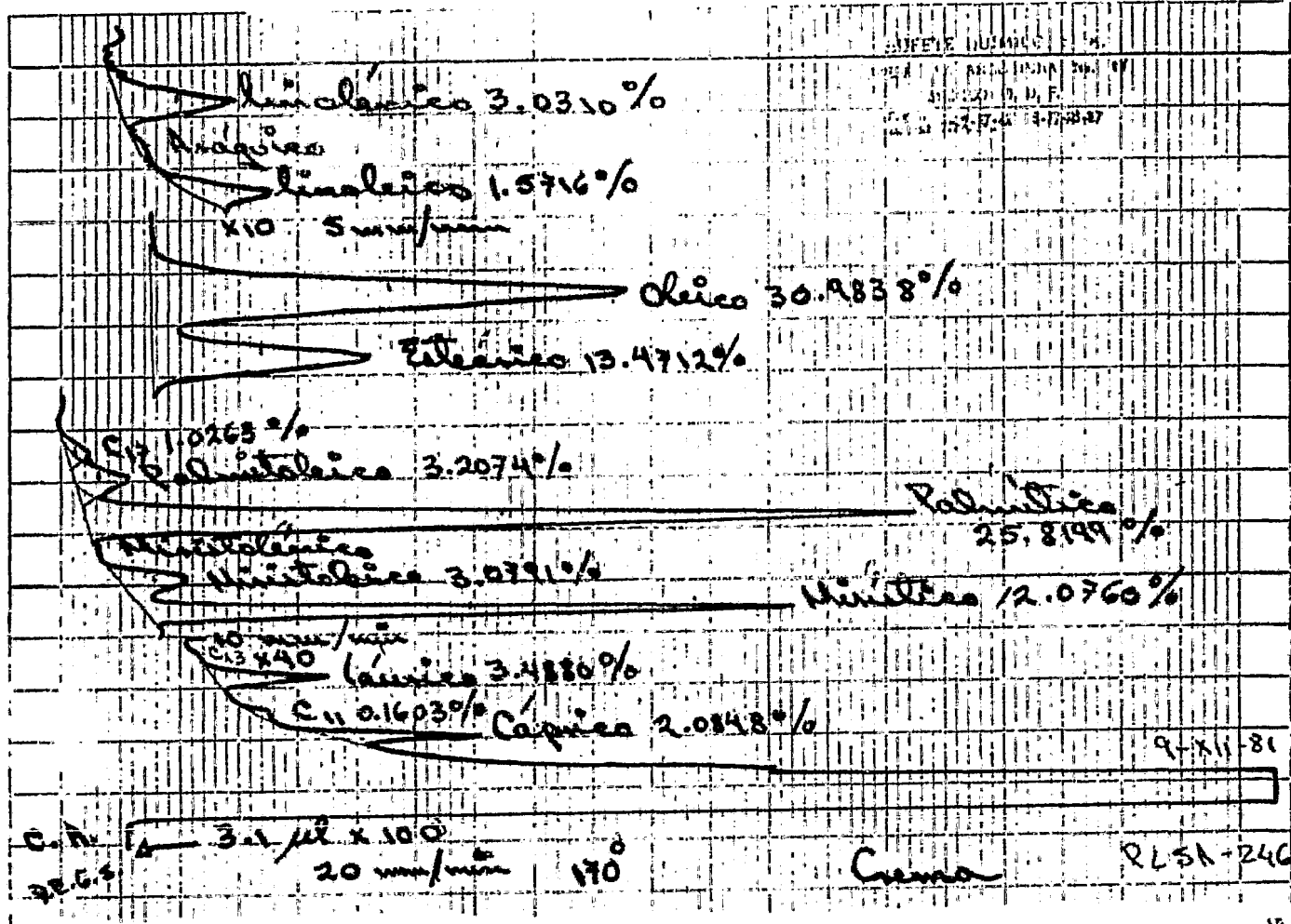
Donde: C = % de Aceite de coco en la muestra

V = % de grasa de leche de vaca en la -
muestra.

HELADO 4.- Es una grasa de leche de vaca contenien
do un aceite vegetal (13%).

OFFICE NUMBER 4

LABORATORY OF APPLIED CHEMISTRY
U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE
WASHINGTON, D. C.
EST. 1877
REORG. 1937



PERKIN-ELMER CHART

CREMA

RESULTADOS

1.- Cáprico (C ₁₀)	2.0848
2.- (C ₁₀)	0.1603
3.- Láurico (C ₁₁)	3.4880
4.- (C ₁₂)	TRAZAS
5.- Mirístico (C ₁₃)	12.0760
6.- Miristoléico (C ₁₄)	3.0791
7.- Miristolénico (C _{14;1})	TRAZAS
8.- Palmítico (C _{14;2})	25.8199
9.- Palmitoléico (C ₁₆)	3.2074
10.- (C _{16;1})	1.0263
11.- Estéarico (C ₁₇)	13.4712
12.- Oléico Cis (C ₁₈)	30.9838
13.- Linoléico (C _{18;1})	1.5716
14.- Linolenico (C _{18;2})	3.031
	(C _{18;3})

II.- OBSERVACION: Directa y Microscópica.

A.- DIRECTA.- Se apreció separación de una capa de grasa amarilla y semidura en la superficie de la crema; la parte inferior se apreció de color blanco homogéneo y de mayor fluidez.

B.- AL MICROSCOPIO.- Se hicieron observaciones con varios objetivos apreciándose claramente glóbulos de grasa emulsionada de diferentes tamaños predominando dos tipos; los muy pequeños que recuerdan la crema natural y otros mayores que indican un principio de separación; también se aprecian cristales de ácidos grasos y grasa libre no emulsionada.

III.- CONCLUSIONES: La muestra es una mezcla de crema de leche de vaca con grasa de leche (Butter Oil) aunque no se puede cuantificar -

con exactitud, se estima una relación de 70% de crema, 30% "Butter Oil".

Nota: Aquí se puede apreciar una de las limitaciones de la Cromatografía de Gases, ya que por medio de ésta técnica no se puede apreciar - una adulteración de grasa natural también - con grasa natural. Sin embargo, la configuración física dá mayores resultados, por lo que en ocasiones se tiene que recurrir a otras técnicas.

CREMA

RESULTADOS

Nombre del Acido Graso correspondiente al respectivo ester metilico.	% en peso (Base anhidra)
1.- Caprónico (C ₆)	TRAZAS
2.- Caprílico (C ₈)	0.0198
3.- (C ₉)	TRAZAS
4.- Cáprico (C ₁₀)	0.53
5.- (C ₁₁)	0.353
6.- Láurico (C ₁₂)	1.1483
7.- Lauroléico (C _{12:1})	TRAZAS
8.- (C ₁₃)	0.0883
9.- Laurolénico (C _{12:2})	0.1104
10.- Mirístico (C ₁₄)	5.8654
11.- Miristoléico (C _{14:1})	0.2208
12.- No identificado	1.1130
13.- (C ₁₅)	1.1439
14.- Miristolénico (C _{14:2})	0.2473
15.- Pamítico (C ₁₆)	25.2815
16.- Palmitoléico (C _{16:1})	1.8462
17.- (C ₁₇)	00.7420
18.- Pamítolénico (C _{16:2})	0.3091
19.- Estéarico (C ₁₈)	8.0826
20.- Oleicocis (C _{18:1})	21.8629
21.- Linoléico (C _{18:2})	<u>29.5932</u>
22.- Aráquico (C ₂₀)	0.2672
23.- Linoléico (C _{18:3})	1.4928
24.- Araquidónico (C _{20:3})	TRAZAS

OBSERVACIONES:

La grasa analizada corresponde a una grasa de leche de vaca (35%) con un 65% de aceite de algodón.

JUSTIFICACION:

Notando el incremento de ácido linoleico, procedemos a realizar el balance de éste ácido.

$$\begin{aligned} (1) \quad A + V &= 100 \\ (2) \quad 0.45A + 0.021V &= 29.6 \end{aligned}$$

Multiplicando a (1) por 0.45 y restándole la (2), tenemos:

$$\begin{aligned} &0.45 A + 0.45 V = 45 \\ - &0.45 A - 0.021V = 29.6 \\ \hline &0 + 0.429V = 15.4 \\ &0.43 V = 15.4 \\ &V = 15.4/0.43 \\ &V = 35.81\% \\ &A = 100 - V \\ &A = 64.19\% \end{aligned}$$

Donde: V = % de grasa de leche de vaca y

A = % de aceite de algodón.

Maquidánico 0.4042%

lindénico 2.5007%

Maquico 0.2078%

lindénico 4.4038%

x200 5 mm/min

oleico 32.0102%

oleico 5.7188%

OH 0.5456%

Palmitoleico 3.8972%

Palmitico 22.6293%

Miristoleico 0.9093%

C15 Miristoleico 0.9353%

Mirístico 8.3660%

x1600 5 mm/min
lauroleico (traza)

C13 0.0779%

lauroico 2.9878%

C11 0.1818%

Capríco 1.8706%

0.0389%

Caprílico 0.9613%

Caprílico 0.5163%

C.B. x 800
20 mm/min

Montigella

56

Lindénico 1.8372%
 Aniquico 0.0595%
 Lindénico 2.9202%
 Oleico trans 0.0794%
 Oleico 25.2894%

x 200 5 mm/min
 Oleico 12.3168%
 C13 0.7151%
 Palmitálico 3.1733%

Niretálico 0.2383%
 C15 1.7879%
 Niretálico 1.2714%
 Palmitálico 29.2039%

Laurico 0.0099%
 C13 0.1529%
 Laurico 3.5758%
 C15 0.2781%
 Caprílico 2.5329%
 Caprílico 7.0561%
 Caprílico 1.0926%

C.B. x 800 20 mm/min 1900°
 Mantiguilla 88.14-2
 82-256

MANTEQUILLAS

Acido Graso Correspon- diente al Ester Metili co.	Mantequilla No. 1	% en peso Mantequilla No. 2	(Base anhidro Mantequilla No. 3
1.- Caproico (C ₆)	0.5163	1.0926	0.2623
2.- Caprílico (C ₈)	0.9613	2.0561	1.4629
3.- (C ₉)	0.0389	0.0446	0.0756
4.- Cáprico (C ₁₀)	1.8706	2.5329	5.6903
5.- (C ₁₁)	0.1918	0.2781	0.4842
6.- Láurico (C ₁₂)	2.9878	3.5758	6.5328
7.- Lauroléico (C _{12:1})	TRAZAS		
8.- (C ₁₃)	0.0779	0.1589	0.2825
9.- No identificado			
10.- Laurolénico (C _{12:2})	TRAZAS	0.0099	0.2421
11.- Mirístico (C ₁₄)	8.3660	11.3235	9.3623
12.- Mirastoléico (C _{14:1})	0.9353	1.2714	1.8163
13.- (C ₁₅)	0.8321	1.7879	1.6142
14.- No identificado			0.4835
15.- Mirastolénico (C _{14:2})	0.9093	0.2383	0.2421
16.- Palmítico (C ₁₆)	<u>22.5293</u>	<u>29.2039</u>	<u>18.3625</u>
17.- Palmitoléico (C _{16:1})	3.8972	3.1785	3.0721
18.- Palmitoléico (C ₁₇)	0.5456	0.7151	0.9082
19.- No identificado			
20.- Palmitolénico (C _{16:2})	TRAZAS	TRAZAS	0.2522
21.- Estearico (C ₁₈)	15.7188	12.3168	15.0128
22.- Oléico Cis (C _{18:1})	32.0102	25.2614	24.5282
23.- Oléico Trans (C _{18:1})		0.0794	0.1008
24.- Linoléico (C _{18:2})	4.4038	2.9202	3.0873
25.- Aráquico (C ₂₀)	0.2079	0.0595	0.3531
26.- Linoléico (C _{18:3})	<u>2.5507</u>	1.8872	<u>5.8517</u>
27.- Araquidénico	0.4092		

OBSERVACIONES:

- 1.- La grasa analizada corresponde a una grasa de leche de vaca, adulterada con aceite de soya hidrogenado + 24%
- 2.- La grasa corresponde a una grasa de leche de vaca con 10% de palmitina de origen lácteo.
- 3.- La grasa analizada corresponde a una leche de vaca, adulterada con aceite de soya hidrogenada 74%. Además se aprecia que la grasa de leche está desproporcionada.

MANTEQUILLA 1: Balance de ácido linoléico.

$$\begin{array}{rcl} (1) & S & + V = 100 \\ (2) & 0.05 S & + 0.017V = 2.5 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl} & 0.05 S & + 0.05 V = 5 \\ - & 0.05 S & + 0.017 V = 2.5 \end{array}$$

$$0 + 0.033 V = 2.5$$

$$V = 75.75\%$$

$$S = 24.25\%$$

Donde: S = % aceite de soya

V = % grasa de leche de vaca

MANTEQUILLA 3: Balance de ácido linolénico:

$$\begin{array}{rcl} (1) & S & + V = 100 \\ (2) & 0.055 S & + 0.017V = 5.85 \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl} & 0.05 S & + 0.05 V = 5 \\ - & 0.05 S & - 0.017V = 5.85 \end{array}$$

$$0 + 0.033V = 0.85$$

$$V = 25.7\%$$

$$S = 74.3\%$$

2a. SERIE DE CROMATOGRAMAS E
INTERPRETACIONES

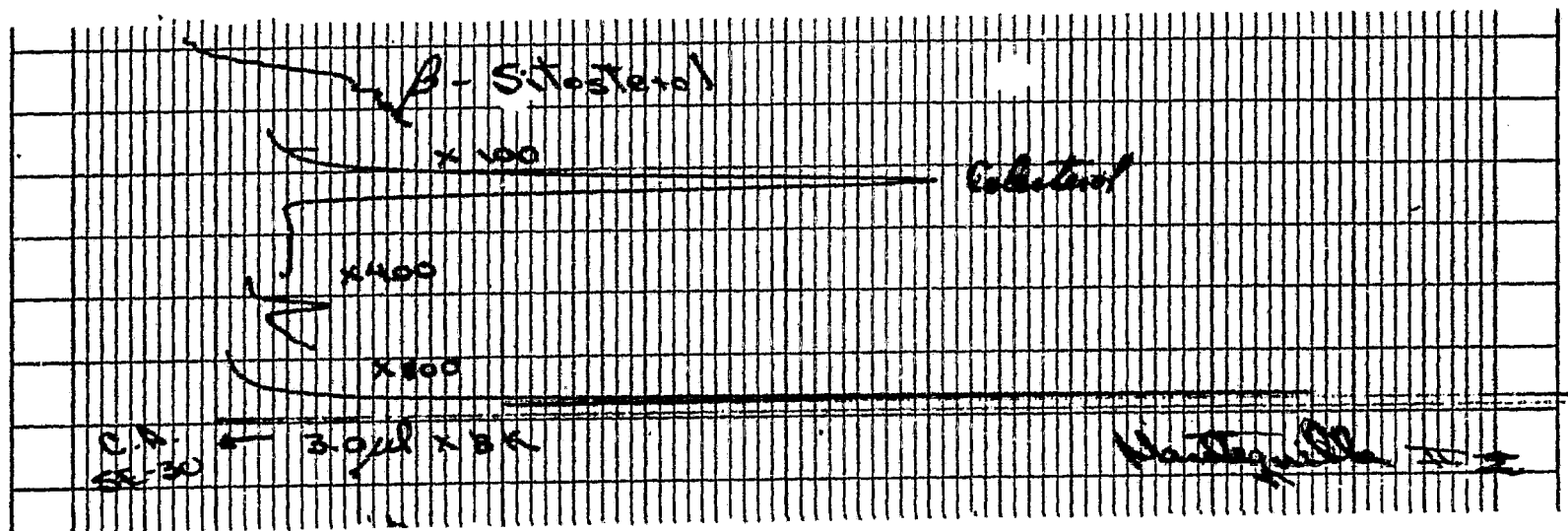
MANTEQUILLA I

Manteca	0.0845%	X400
Linoleico	1.6602%	
Arácico	0.2846%	
Linoleico	2.9323%	
ácido Transe	0.1034%	X44 5 mm/seg
oleico	24.1208%	
X12800:		
Estéarico	17.0052%	
Palmitoleico	0.2696%	
X3200		
ácido 1.1335%		
Palmitoleico	3.0359%	
Palmitico	25.9344%	
ácido 0.334%		
Cis	1.4031%	
trans	4.661%	
ácido 13.6610%		
X3200		
ácido 0.0516%	302%	
Cis		
ácido 2.195%		
ácido 2.1945%		
Cáprico	1.3865%	X3200
ácido 2.777%		
ácido 0.0016%		
ácido 0.1235%		
C.B. 1.0%	X1600	Manteca
DEE	20 mm/seg	

Observándose un ligero aumento de 0,8% en el contenido de linoleico se tiene duda de si esto se debe al tratamiento de la muestra o a que efectivamente hay una adulteración con un aceite vegetal.

Para resolverlo, se inyectó la parte insaponificable para la observación de esteroides.

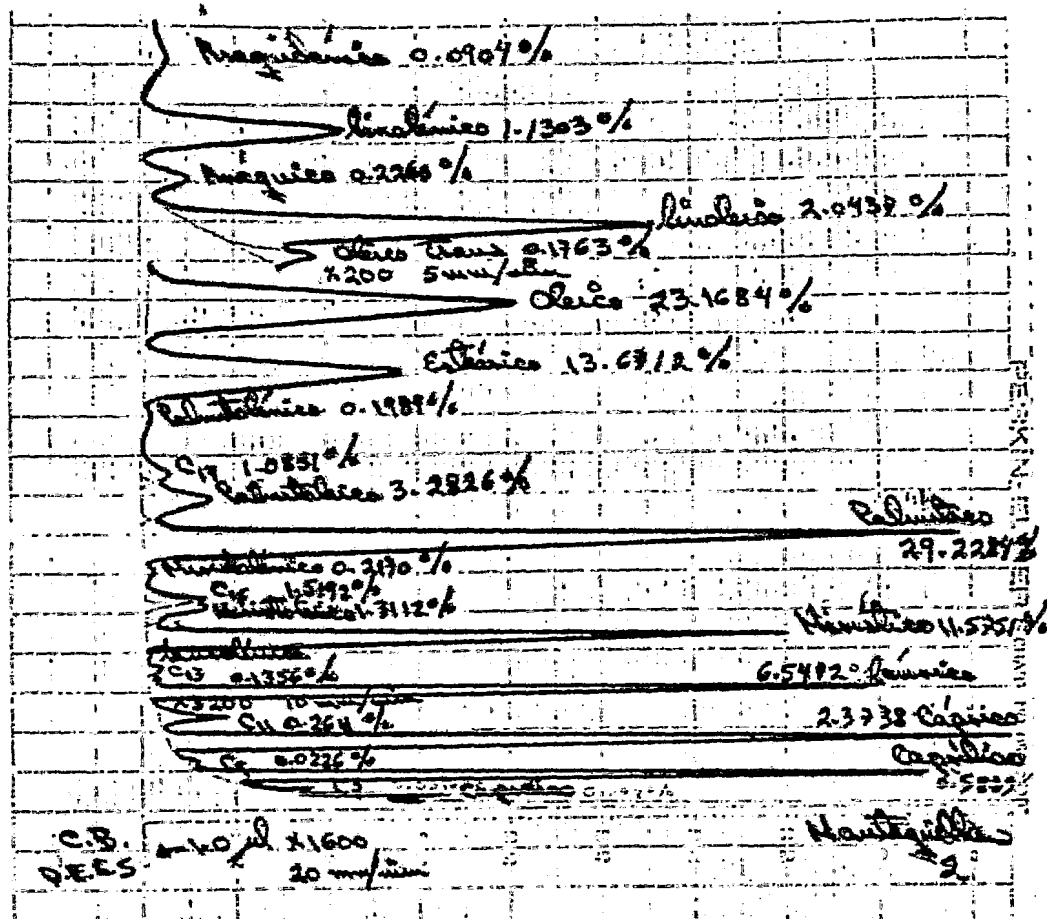
MANTEQUILLA 1



OBSERVACIONES:

Es una grasa de leche de vaca, sin adulteración.

MANTRQUILLA 2



Observaciones :

Según la gráfica, se observa un alto contenido de láurico (componente principal del aceite de coco (44-50%)) y un valor ligeramente alto del linoleico en comparación con el linolénico, por lo que para disipar dudas se procedió a la obtención del cromatograma de los esteroles.

M A N T E Q U I L L A 2

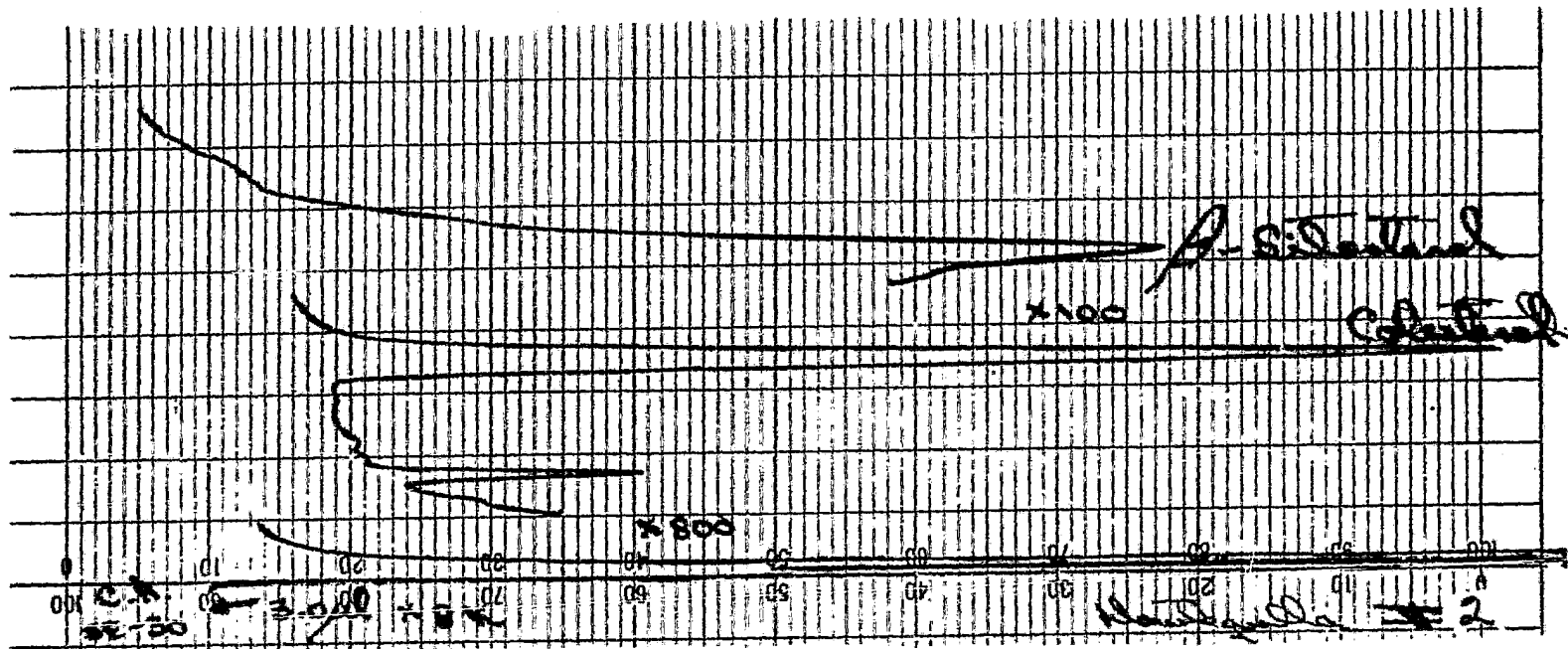
RESULTADOS

% en Peso

Ester Metílico correspondiente al Acido Graso.	Muestra No. 5
1) Caproico (C ₆)	0.1198
2) (C ₇)	0.0316
3) Caprílico (C ₈)	1.5825
4) (C ₉)	0.0226
5) Cáprico (C ₁₀)	2.3728
6) (C ₁₁)	0.2611
7) Láurico	<u>6.5472</u>
8) Lauroléico	
9) (C ₁₃)	0.1356
10) Laurolénico	TRAZAS
11) Mirístico	11.5751
12) Miristoleico	1.3112
13) (C ₁₅)	1.5192
14) Miristolénico	0.2170
15) Palmítico	29.2284
16) Palmitoléico	3.2226
17) (C ₁₇)	1.0851
18) Palmitolénico	0.1989
19) Estéarico	13.6732
20) Oléico	<u>23.1674</u>
21) Oléico Trans	0.1763
22) Linoleico	2.0437
23) Aráquico	0.2260
24) Linolénico	1.1303
25) Araquidónico	0.0904

Efectivamente, se observa la presencia de β -Sitosterol, indicando la siguiente cantidad de adulteración:

MANTEQUILLA 2



Observaciones :

La muestra contiene grasa de leche de vaca, adulterada con aceite de coco (8% aproximadamente) y menos de 5% de algodón hidrogenado.

M A N T E Q U I L L A 3

RESULTADOS

% en Peso

Ester Metílico correspondiente al Acido Graso	Muestra No. 4
1) Caproico (C ₆)	0.0939
2) (C ₇)	0.0296
3) Caprílico (C ₈)	0.5884
4) (C ₉)	TRAZAS
5) Cáprico (C ₁₀)	1.7307
6) (C ₁₁)	0.1384
7) Láurico	<u>5.7165</u>
8) Lauroléico	TRAZAS
9) (C ₁₃)	0.1780
10) Laurolénico	0.0593
11) Mirístico	7.9616
12) Miristoleico	0.5934
13) (C ₁₅)	0.7912
14) Miristolénico	0.0986
15) Palmítico	22.4310
16) Palmitoléico	2.3143
17) (C ₁₇)	0.7912
18) Palmitolénico	0.0692
19) Estéarico	14.4792
20) Oléico	<u>35.0804</u>
21) Oléico Trans	TRAZAS
22) Linoleico	<u>2.8928</u>
23) Aráquico	0.4895
24) Linolénico	1.3648
25) Araquidónico	1.1077

ROMPORES

Esteres Metilicos correspondien- tes a los Acidos Grasos.	Del Con- ventola	% en peso Holandesa	Tom Cherry	Coronado
1.- Butanoico				
2.- (C ₅)				
3.- Caprónico (C ₆)	0.1768	0.3955	1.0209	0.3536
4.- (C ₇)			TRAZAS	TRAZAS
5.- Caprílico (C ₈)	0.4591	1.7259	0.2581	
6.- (C ₉)	0.0008	TRAZAS	TRAZAS	
7.- Cáprico (C ₁₀)	2.1017	1.6996	0.8214	1.7582
8.- (C ₁₁)	0.2176	0.3241	0.0938	0.2829
9.- Láurico (C ₁₂)	2.2853	2.6608	1.5928	3.6378
10.- Lauroléico (C _{12:1})	TRAZAS			TRAZAS
11.- (C ₁₃)	0.0714	0.1438	0.0938	0.2021
12.- Laurolénico (C _{13:2})	0.1360	0.0359	1.5988	0.1010
13.- Mirístico (C ₁₄)	9.1959	7.7668	5.6795	9.9703
14.- Miristoléico (C _{14:1})	1.7956	1.6899	0.2112	2.1018
15.- (C ₁₅)	1.3603	1.6099	0.9328	2.0210
16.- Miristolénico (C _{15:2})	0.2040	1.0787	1.7895	0.2829
17.- Palmítico (C ₁₆)	27.4244	29.0536	25.3465	26.0846
18.- Palmitoléico (C _{16:1})	4.6251	3.7156	3.0040	2.6879
19.- (C ₁₇)	0.9522	0.7670	0.7920	0.9700
20.- Palmitolénico (C _{17:2})	0.1088	0.2996	0.1774	0.2021
21.- Esteárico (C ₁₈)	10.4474	11.6666	10.8426	15.2789
22.- Oléico (C _{18:1})	33.5187	33.2528	<u>48.4725</u>	28.8610
23.- Oléico-Trans (C _{18:1})		0.0479	0.0586	0.0606
24.- Linoléico (C _{18:2})	<u>3.1995</u>	<u>3.2960</u>	<u>6.6651</u>	2.8193
25.- Aráquico (C ₂₀)	0.1632	0.3788	0.3432	0.2694
26.- Lanolénico (C _{18:3})	1.5562	1.4382	1.7103	1.9368
27.- Araquidónico (C ₂₂)			0.0586	0.1178

OBSERVACIONES:

A continuación se observan los cromatogramas de los esteroides con sus respectivos ácidos grasos, explicándose por sí solos.

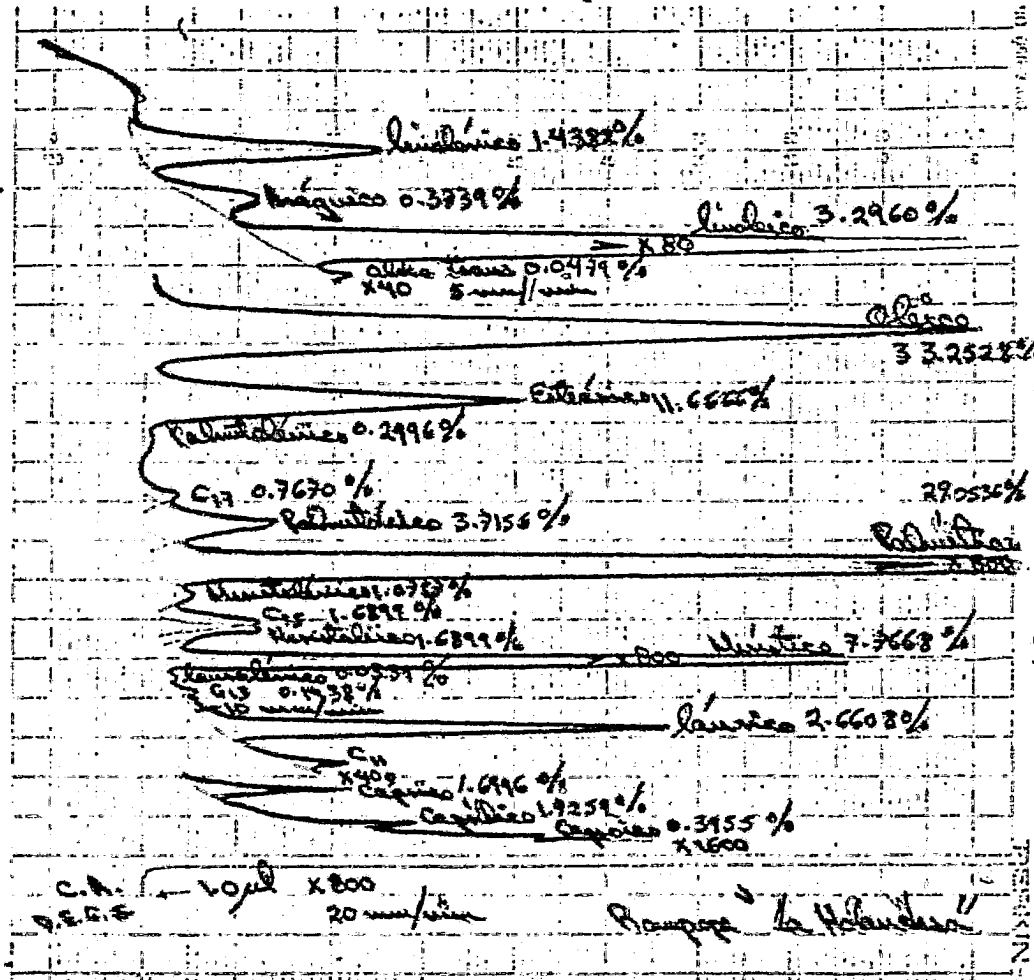
ROMPOPE CORONADO

EL MITO CUANTO A LOS ZINCS

Magdalénica 0.477%	Andalucía 1.9368%
Almería 0.2694%	Andalucía 2.8193%
Almería $\frac{x800}{x400} = 5$ 9.6606%	Almería 28.8610%
Extremadura 15.2789%	
Valencia 0.2021%	
C.A. 0.9788%	
Valencia 2.6379%	Valencia 26.0846%
Almería $\frac{x1800}{x1800} = 1$ 0.2821%	
C.A. 2.0210%	
Almería 2.1013%	Almería 9.9703%
Almería $\frac{x400}{x400} = 1$ 0.1010%	
C.A. 3.6378%	Almería 3.6378%
C.A. 0.2829%	Almería 1.7582%
Almería 0.2829%	Almería 0.2829%
C.A. 1.000 $\frac{x800}{20}$	Almería 2.0000

Almería 2.0000

ROMPOPE LA HOLANDESA



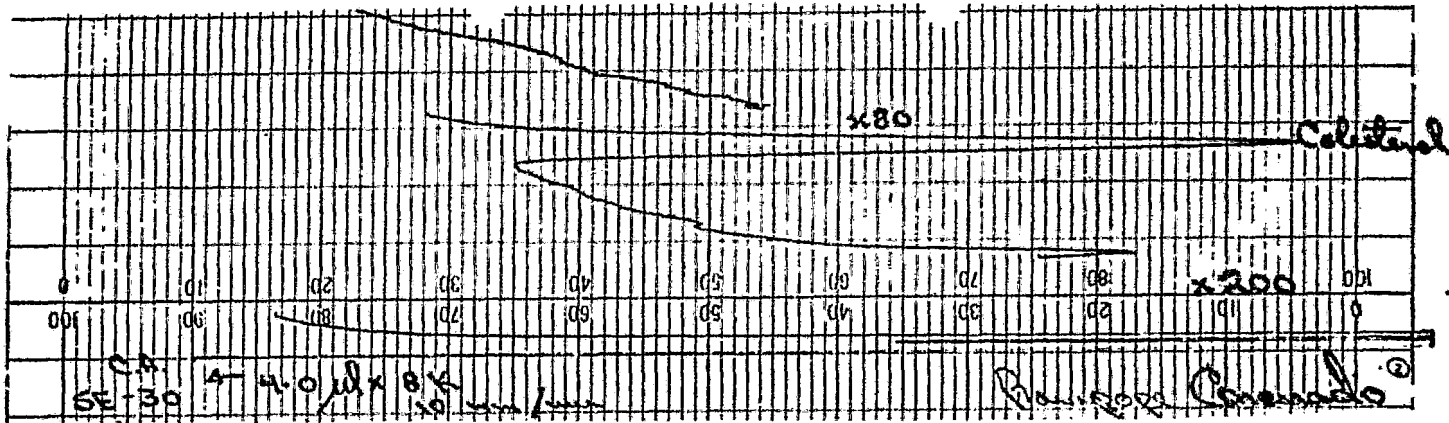
ROMPOPETOMCHERRY

<p> 0.0586% $\times 200$ </p>	<p> <i>Acetylaldehydes</i> 0.0586% <i>Acetaldehydes</i> 1.7103% <i>Acetones</i> 0.3432% </p>	<p> <i>Acetaldehydes</i> 6.6651% </p>
<p> 0.0586% $\times 200$ </p>	<p> 5 mm/line </p>	<p> <i>Alcico</i> 48.4325% </p>
<p> $\times 1600$ </p>	<p> <i>Palmitaldehydes</i> 0.1774% <i>Cis</i> 0.7920% </p>	<p> <i>Esters</i> 10.8426% </p>
<p> $\times 500$ </p>	<p> <i>Palmitaldehydes</i> 0.0040% </p>	<p> 25.3965% <i>Palmitic</i> </p>
<p> $\times 800$ </p>	<p> <i>Stearaldehydes</i> 1.7815% <i>Cis</i> 0.9328% <i>Myristaldehydes</i> 0.2112% </p>	<p> $\times 1600$ </p>
<p> $\times 10$ </p>	<p> 10 mm/line <i>Stearaldehydes</i> 1.3920% 0.0938% </p>	<p> <i>Myristic</i> 5.6775% </p>
<p> $\times 2400$ </p>	<p> 20 mm/line <i>Cis</i> 0.0938% <i>Capric</i> 0.8214% </p>	<p> <i>Lauric</i> 1.5920% </p>
<p> $\times 1600$ </p>	<p> <i>Capric</i> 0.2584% <i>Capraic</i> 1.0209% </p>	
<p> <i>CA</i> $\times 1600$ 0.865 </p>	<p> 20 mm/line </p>	<p> <i>Rompopetomcherry</i> </p>

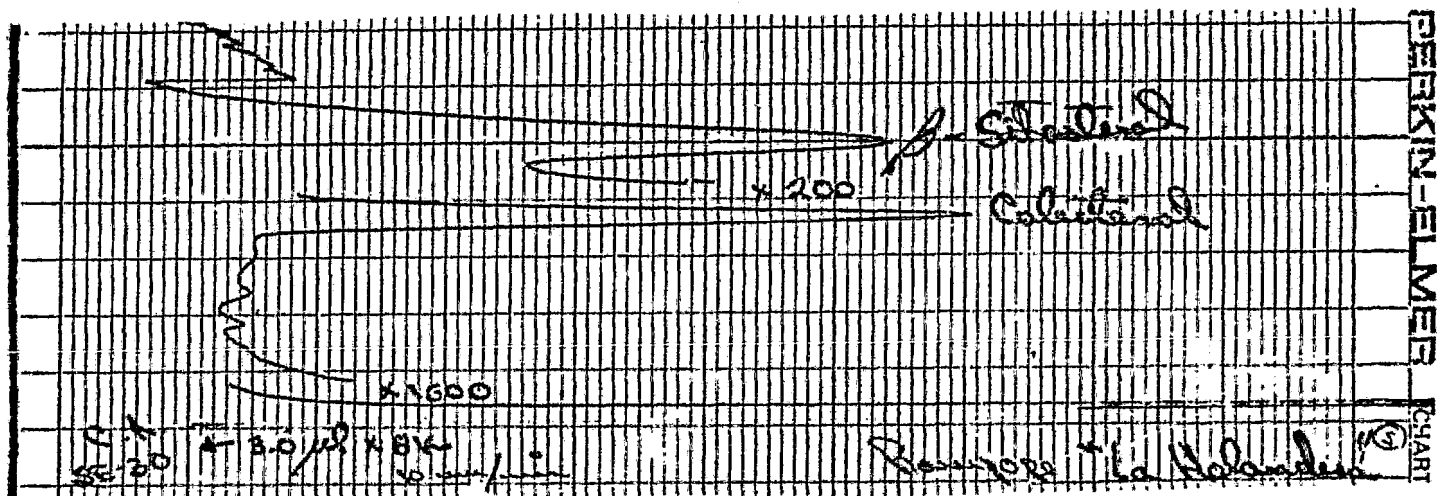
ROMPOPE DEL CONVENTO

	Lineales 1.5562%	
	Indicados 0.7632%	
		Lineales 3.1995%
	X 320 Summa	
		Lineales 33.5187%
	Estaduales 10.4414%	
	Reduccionales 10.22%	
	CIT 0.9522%	
	Reduccionales 4.6251%	
		Reduccionales 27.4244%
	Lineales 0.2210%	
	CIT 0.2603%	
	Reduccionales 1.9556%	
	Lineales 0.1520%	
	CIT 0.0714%	
		Lineales 9.1159%
		Lineales 2.2853%
	CIT 0.2176%	
		Lineales 2.1017%
		Reduccionales 0.4521%
		Reduccionales 0.1768%
		X 1500
C.A. 1.320 X 200		
DESS 20 - - - -		
		Rompop = del Convento

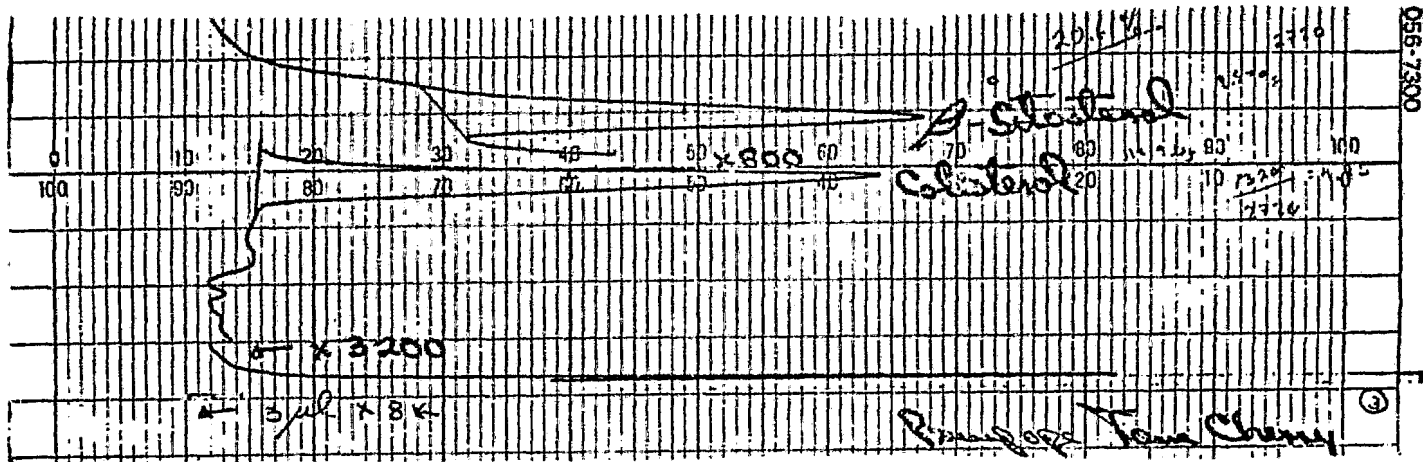
PERKIN-ELMER



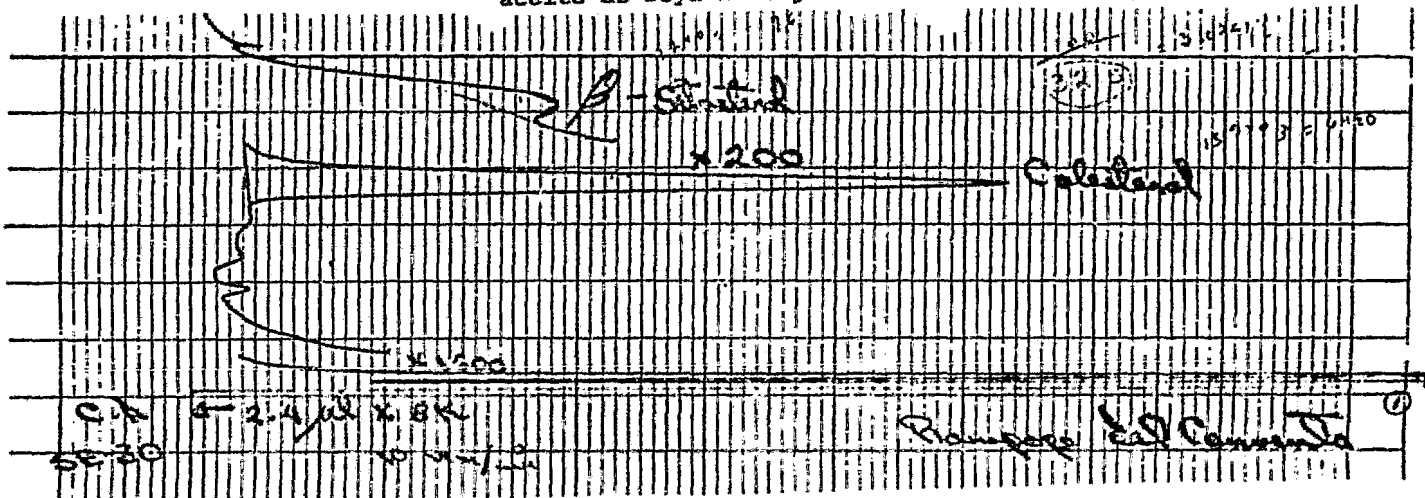
2.- "CORONADO": La muestra contiene grasa de leche de vaca.



5.- "LA HOLANDESA": La grasa analizada corresponde a una leche de vaca adulterada con aproximadamente 15% de Soya Hidrogenada y 9% almidón hidrogenado.



3.- "TOM CHERRY": La grasa corresponde a una grasa de leche de vaca adulterada con aproximadamente 40% de aceite de soya hidrogenada y algodón hidrógeno.



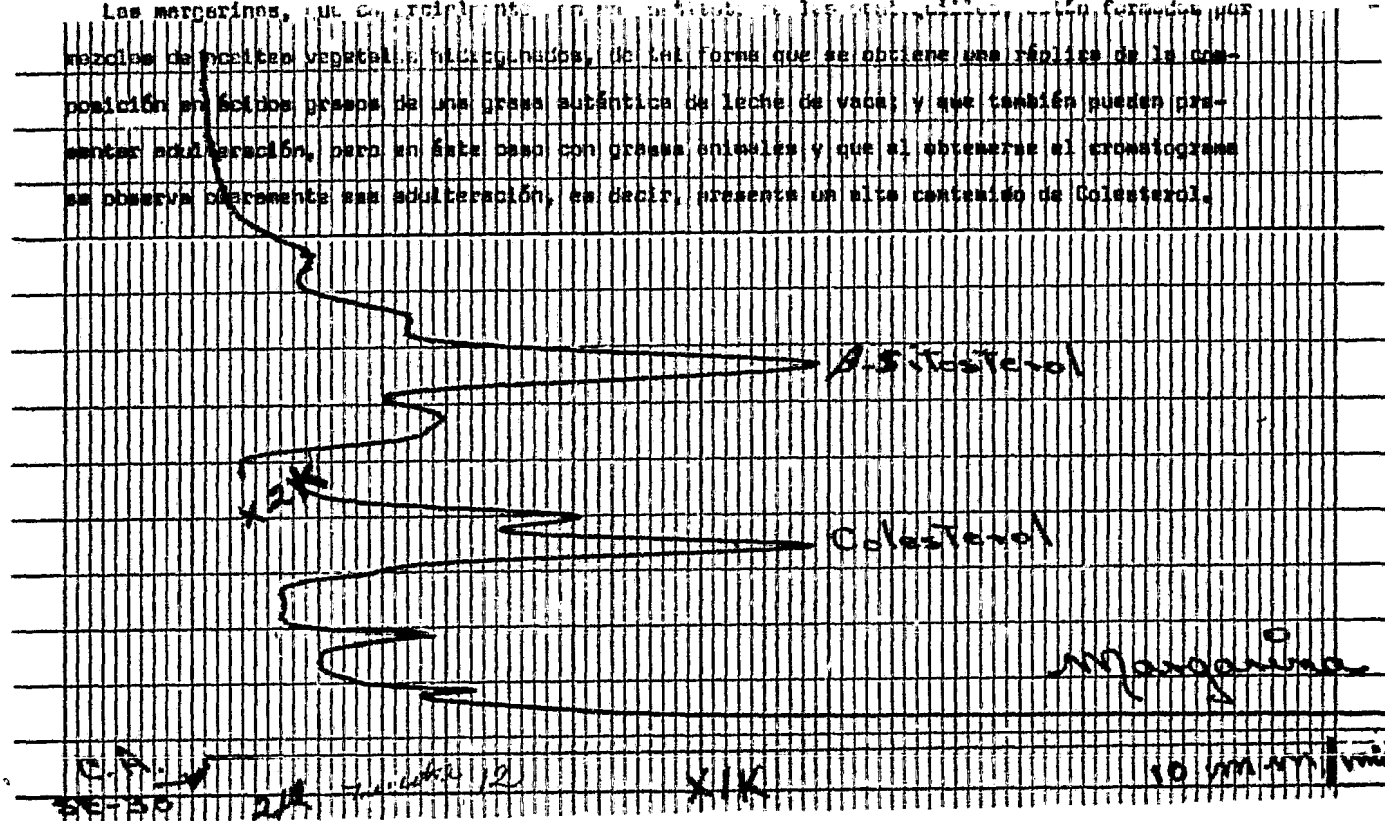
1.- "DEL CONVENTO": La muestra contiene grasa de leche de vaca.

056-7300

M A R G A R I N A

Por último, se presenta un caso muy interesante, el de las margerinas ampliamente conocido.

Las margerinas, que se preparan en un ambiente de los más puros, están formadas por mezclas de aceites vegetales hidrogenados, de tal forma que se obtiene una réplica de la composición en ácidos grasos de una grasa auténtica de leche de vaca; y que también pueden presentar adulteración, pero en este caso con grasas animales y que al obtenerse el cromatograma se observa claramente esa adulteración, es decir, presenta un alto contenido de Colesterol.



Con éstos ejemplos, se ilustra bastante bien - la utilidad que representa el análisis de esteroides aún cuando en ésta tesis no se hallan dados datos de comparación cuantitativa del contenido de los dos - esteroides, para detectar adulteraciones que a simple vista no se aprecian.

O como en el caso de las margarinas, verificar en el terreno comercial que no se nos esté vendiendo una mezcla bien elaborada de aceites vegetales - en lugar de una manteca de leche de vaca.

Aún cuando nosotros mismos nos planteamos una interrogante, que sería objeto de posterior estudio:

¿ Hasta qué punto al aceite vegetal contenido en granos o hierbas ingeridas por la vaca ha sido degradado, de tal forma que el β -Sitosterol no vaya a pasar a formar parte de la grasa de la leche de la vaca y afecte la interpretación de nuestro resultado; indicando que esa grasa de leche ha sido adulterada con aceite vegetal para fines comerciales cuando en realidad podría no ser cierto?

Aquí dejamos ésta incógnita para que sea resuelta por el mismo autor de éste trabajo o por otros que quisieran abordar estos estudios.

CONCLUSIONES

- 1.- Los valores porcentuales de composición de ácidos grasos para la caracterización de grasas comerciales deberán ser obtenidos por los mismos métodos de preparación de muestras y condición de operación similares a los empleados para el análisis de los aceites puros de referencia.
- 2.- En cada estudio de caracterización deberán indicarse los datos de composición del aceite, así como los valores de los aceites puros que se tomaron como base de comparación para la interpretación y su verificación entre laboratorios.
- 3.- Se hace imperativa la realización de análisis detallados de diversos aceites y grasas tomando en consideración los componentes menores para apreciar si en ellos está la evidencia de caracterización, ya que actualmente la interpretación se basa en el contenido de componentes mayores.
- 4.- La solución de éstos problemas deberá también investigarse empleando otras técnicas analíticas, como la cromatografía de líquidos y analizando otros constituyentes de las grasas, o el análisis directo de triglicéridos.
- 5.- Es necesario hacer mayor difusión de la utilidad de la cromatografía de gases en éste campo. Sólo que deben señalar limitaciones, ya que es frecuente considerar que un cromatograma representa una solución infalible a todos los problemas, sin considerar el cúmulo de factores que todo problema requiere para su solución.
- 6.- El análisis de esteroides arroja sólo información general de la proporción en que se encuentran el aceite vegetal y la grasa animal, pero-

no indica si existe una mezcla de 3 ó más aceites.

Esto se tendría que observar con el complemento del cromatograma de los ácidos grasos y el establecimiento de ecuaciones, aunado a la experiencia del analista.

INDICES QUIMICOS⁽³⁾

- a).- De Acetilo.- Se refiere a la determinación de grupos hidroxilo libres. El resultado se calcula en términos de grasa acetilada.
Si el cálculo se refiere a la grasa no-acetilada original, entonces se conoce como " Índice de Hidroxilo".
- b).- De Acidez.- Mide la cantidad de ácido graso libre y se define como el número de miliequivalentes de KOH necesarios para neutralizar un gramo de aceite.
- Índice de Acidez = % de ácidos grasos libres
Expresados como ácido oleico X 1.99.
- c).- De Hexabromuro.- Se forman compuestos de adición al ser tratados con Bromuro los ácidos grasos no-saturados. Se lleva a cabo por la bromuración de mezclas de ácidos en solución de éter a - 10°C. Los ácidos insolubles se separan por filtración y se pesan. Como una porción apreciable del hexabromuro es soluble en éter, ésta prueba sólo tiene valor cualitativo
- d).- De Hidrógeno.- Funciona para medir los ácidos grasos no-saturados que contengan dobles ligaduras conjugadas.
Es calculado en términos de su equivalente de Iodo.
- e).- De Iodo.- Es la medida del grado de insaturación de la grasa. Se define como el número de gramos de Iodo absorbidos por gramo de grasa.
- f).- De Kirschner.- Es el número de mililitros de -

álcali 0.1 N necesarios para neutralizar los ácidos grasos volátiles solubles de 5 gramos de grasa o aceite, no precipitados por Ag_2SO_4 .

g).- De Peróxidos.- Indica en qué extensión ha sufrido el aceite la autoxidación.

Índice de Peróxidos = miliequivalentes de peróxido kilogramo de muestra.

h).- De Polenske- Es el número de mililitros de álcali 0.1 N necesarios para neutralizar los ácidos grasos insolubles (principalmente caprílico, cáprico y láurico) de 5 gramos de grasa.

i).- De Reichert-Meissel.- Es el número de mililitros de álcali 0.1 N necesarios para neutralizar los ácidos grasos volátiles solubles (fundamentalmente butírico y caproico) de 5 gr. de grasa.

j).- De Saponificación (o número de Koettsdorfer).- Es el número de miliequivalentes de KOH requeridos para saponificar un gramo de grasa (constituye una medida del peso molecular medio de los triglicéridos).

k).- De Tiocianógeno.- Permite la determinación de los porcentajes de los ácidos oleico, linoleico y linolénico, siempre y cuando no estén presentes otros ácidos grasos no saturados.

CARACTERISTICAS DE LOS ACIDOS GRASOS MAS IMPORTANTES (3, 11)

	ACIDO GRASO	FORMULA QUIMICA	PESO MOLECULAR	VALOR DE SAPONIFICACION	PUNTO DE FUSION °C	PUNTO DE EBULLICION °C	INDICE DE IODO
ACIDOS SATURADOS	Caproico	$C_6H_{12}O_2$	116.5	483.03	- 3.9	205.4	
	Caprílico	$C_8H_{16}O_2$	144.21	389.07	16.3	239.3	
	Cáprico	$C_{10}H_{20}O_2$	172.26	325.71	31.3	268.7	
	Láurico	$C_{12}H_{24}O_2$	200.31	280.08	44	197.4(32 mm)	
	Mirístico	$C_{14}H_{28}O_2$	228.36	245.69	54.4	238.23(32 mm)	
	Palmitico	$C_{16}H_{32}O_2$	254.42	218.80	62.85	238.4(32 mm)	
	Estearico	$C_{18}H_{36}O_2$	284.47	197.23	69.6	257.1(32 mm)	
	Aráquico	$C_{20}H_{40}O_2$	312.52	179.52	75.35	204 (60 mm)	
	Beórico	$C_{22}H_{44}O_2$	340.57	164.74	79.95	506 (60 mm)	
	Lignocérico	$C_{24}H_{48}O_2$	368.62	152.22	84.15		
ACIDOS INSATURADOS	Lauroleico	$C_{18}H_{34}O_2$	198.35	282.9	—		133.4
	Miristoleico	$C_{14}H_{26}O_2$	226.35	211.0	18	187 (13 mm)	112.1
	Palmitoleico	$C_{16}H_{30}O_2$	254.40	220.5	—		99.78
	Oleico	$C_{18}H_{34}O_2$	282.45	198.64	- 13	255 (32 mm)	89.87
	Gadolico	$C_{20}H_{38}O_2$	310.50	180.68	—		81.75
	Erúxico	$C_{22}H_{42}O_2$	338.56	165.7	33.5	281 (30 mm)	74.54
	Ricinoleico	$C_{18}H_{34}O_3$	298.45	187.99	5.5		85.06
	Linoleico	$C_{18}H_{32}O_2$	280.44	200.07	- 5	202 (1.5 mm)	181.04
	Linolénico	$C_{18}H_{30}O_2$	278.42	201.66	- 71	158 (0.01 mm)	273.53
	Eleosteárico	$C_{18}H_{30}O_2$	278.42	201.66	d 48 B 71	235 (12 mm)	273.53
	Heptárico	$C_{18}H_{28}O_3$	292.40	191.85	d 75 B 99.5		
	Araquidónico	$C_{20}H_{32}O_2$	304.46	184.27	- 49		333.5
	Clupanodónico	$C_{22}H_{35}O_2$	330.49	169.27	- 78		384.0

TABLA DE COMPOSICION EN ACIDOS GRASOS DE GRASAS AUTENTICAS DE LECHE DE VACA

TOMADAS COMO REFERENCIA PARA LA CARACTERIZACION

Esteres Metilicos correspondientes a los acidos grasos	% EN PESO (BASE ANHIDRA)																																		
	PROMEDIO " A "														PROMEDIO " B "																				
	trazas	trazas	0.03	0.01	trazas	0.05	0.05	trazas	trazas	trazas	trazas	trazas	0.08	0.13	0.24	0.32	0.12	0.09	0.18	trazas	0.03	0.14	0.102	0.27	0.21	0.23	0.44	1.53	0.17	0.22	0.41	0.13	0.19	0.34	
1.- Butanico (C ₄)	trazas	trazas	0.03	0.01	trazas	0.05	0.05	trazas	trazas	trazas	trazas	trazas	0.08	0.13	0.24	0.32	0.12	0.09	0.18	trazas	0.03	0.14	0.102	0.27	0.21	0.23	0.44	1.53	0.17	0.22	0.41	0.13	0.19	0.34	
2.- Caprilico (C ₈)	0.01	trazas	trazas	0.01	trazas	trazas	trazas	trazas	trazas	trazas	trazas	trazas	0.08	0.14	0.05	0.04	0.07	trazas	0.02	trazas	trazas	trazas	trazas	0.08	0.74	0.14	0.21	0.09	0.21	0.09	0.69	0.69	0.72	0.63	
3.- Caprilico (C ₈)	0.17	0.22	0.27	0.19	0.25	0.20	0.22	0.23	0.24	0.21	0.23	0.24	0.25	0.26	0.27	0.28	0.29	0.30	0.31	0.32	0.33	0.34	0.35	0.36	0.37	0.38	0.39	0.40	0.41	0.42	0.43	0.44	0.45	0.46	0.47
4.- Caprilico (C ₁₀)	1.68	1.61	1.73	1.74	1.58	1.57	1.50	1.44	1.53	1.23	1.60	1.50	1.99	2.5	1.33	1.84	1.77	1.57	1.32	1.39	1.42	1.92	1.35	1.98	2.34	4.35	6.62	1.97	6.74	1.4	5.93	5.91	5.8		
5.- Undecanoico (C ₁₁)	0.18	0.17	0.15	0.21	0.28	0.22	0.22	0.18	0.16	0.17	0.19	0.17	0.17	0.13	0.14	0.19	0.15	0.24	0.23	0.19	0.13	0.17	0.32	0.93	0.91	0.97	0.94	0.77	0.78	0.73	0.67	0.68	0.76		
6.- Laurico (C ₁₂)	2.34	2.31	2.26	2.30	2.20	2.19	2.23	2.25	2.24	2.20	2.28	2.37	2.10	2.94	3.15	3.10	2.97	2.34	2.2	1.97	1.55	2.80	6.21	7.44	6.82	5.97	6.12	5.66	6.13	6.11	5.87	5.96	6.14		
7.- Laurico (C _{12:1})	0.10	0.09	0.13	0.13	0.09	0.10	0.10	0.07	0.09	0.11	0.11	0.03	trazas	0.17	0.21	0.08	0.07	0.13	0.02	0.43	0.02	0.10	0.37	0.97	0.43	0.77	0.53	0.48	0.57	0.72	0.21	0.34	0.40		
8.- Laurico (C _{12:2})	0.13	0.12	0.14	0.10	0.12	0.14	0.17	0.15	0.20	0.23	0.15	trazas	trazas	0.17	0.09	trazas	0.13	0.14	0.04	0.03	0.06	0.10	0.03	0.17	0.24	0.37	0.27	0.19	0.25	0.15	0.12	0.10	0.10		
9.- Mirístico (C ₁₄)	0.77	0.67	0.6	0.7	0.48	0.63	0.6	0.65	0.70	0.6	0.19	0.37	10.74	11.22	13.41	8.12	8.10	7.98	7.32	8.31	0.52	0.72	10.37	19.12	13.41	15.24	19.16	15.03	13.82	10.14	14.20	14.10	14.43		
10.- Mirístico Cis (C _{14:1})	0.14	0.10	0.13	0.28	0.23	0.11	0.14	0.31	0.10	0.11	0.17	0.09	0.13	0.19	trazas	0.24	0.31	0.28	0.33	0.09	0.10	0.15	1.37	1.26	1.97	2.04	1.21	1.73	1.25	1.12	1.73	1.56	1.68		
11.- Mirístico Trans (C _{14:1})	0.44	0.67	0.64	0.93	0.97	0.63	0.96	0.74	0.83	0.89	0.86	0.92	1.12	1.24	0.73	0.57	0.71	0.83	0.67	0.86	0.90	0.91	1.43	1.27	1.38	1.42	1.47	1.63	1.72	1.69	1.60	1.63	1.59		
12.- Mirístico (C _{14:2})	0.10	0.10	0.13	0.09	0.13	0.14	0.21	0.23	0.13	0.13	0.17	1.37	1.42	2.10	2.23	2.03	1.41	1.37	1.28	1.57	1.22	1.51	0.32	0.29	0.47	0.52	0.24	0.39	0.44	0.41	0.28	0.31	0.25		
13.- Mirístico (C _{14:2})	0.31	0.47	0.34	0.73	0.66	0.31	0.63	0.44	0.41	0.52	0.41	trazas	0.47	0.37	0.57	0.52	0.64	0.73	0.28	0.38	0.43	0.48	0.12	trazas	0.02	0.10	0.03	trazas	trazas	trazas	trazas	trazas	trazas		
14.- Palmítico (C ₁₆)	24.77	25.21	25.50	21.34	22.72	23.10	24.31	24.20	23.50	24.13	23.54	24.32	27.31	25.43	26.43	27.33	28.47	29.20	24.10	24.93	24.93	26.76	22.42	20.37	36.14	30.17	30.16	30.16	31.24	30.32	29.10	29.14	30.42		
15.- Palmítico Cis (C _{16:1})	0.23	0.08	0.10	0.19	0.17	0.11	0.16	0.19	0.19	0.10	0.17	0.19	0.33	0.14	0.37	0.22	0.37	0.41	0.68	0.13	0.21	0.18	0.03	0.02	0.02	trazas	trazas	0.02	trazas	trazas	trazas	trazas	trazas		
16.- Palmítico Trans (C _{16:1})	2.77	2.13	2.74	3.84	3.41	2.79	3.92	2.24	3.24	3.12	3.12	3.34	2.17	1.58	1.74	1.17	1.22	3.40	3.60	1.74	1.84	2.21	2.03	1.97	2.74	2.07	0.16	0.27	0.73	0.72	2.29	2.14	2.42		
17.- Margarico (C ₁₇)	0.33	0.29	0.45	0.77	1.13	1.24	1.10	0.97	0.93	0.99	0.84	0.34	0.91	0.38	0.67	0.77	0.99	0.90	0.94	0.91	0.84	0.93	0.98	0.74	0.99	1.03	1.1	1.27	1.07	0.73	0.87	0.91	1.07		
18.- Palmítico (C _{16:2})	0.03	0.08	0.23	0.18	0.31	0.47	0.31	0.63	0.27	0.11	0.17	0.33	0.13	0.21	0.49	0.42	0.42	0.70	0.32	0.52	0.42	0.44	0.17	0.10	0.13	0.16	0.32	0.29	0.30	0.19	0.28	0.37	0.29		
19.- Estéarico (C ₁₈)	15.21	15.24	16.23	17.24	17.31	16.42	16.32	16.51	16.0	17.42	16.47	16.20	15.94	15.1	17.10	16.41	16.31	15.28	16.31	16.84	16.89	16.76	9.22	10.31	14.21	11.72	10.16	9.32	7.94	7.70	8.31	8.75	9.03		
20.- Oleico Cis (C _{18:1})	35.24	37.33	34.08	33.77	35.41	35.24	35.71	35.73	34.17	34.93	35.30	33.41	28.43	34.48	33.10	31.47	35.72	29.24	31.23	33.72	35.22	29.56	16.77	18.41	17.37	20.33	22.41	17.77	20.11	17.47	16.07	16.07	16.07		
21.- Oleico trans (C _{18:1})	0.28	0.09	0.24	0.17	0.32	0.17	0.23	0.13	0.14	0.13	0.12	0.08	trazas	0.18	0.34	0.37	0.16	0.09	0.14	0.22	0.10	0.03	0.10	0.17	0.07	0.24	1.43	0.13	0.05	0.04	0.04	0.10	0.11		
22.- Linoleico (C _{18:2})	1.77	1.24	2.04	0.79	2.61	1.97	1.64	2.01	2.06	2.18	2.16	1.23	1.11	1.37	2.04	1.99	1.87	1.54	1.47	1.51	1.46	1.77	1.97	1.94	1.77	1.95	1.11	1.10	1.24	0.33	0.11	1.98	1.59		
23.- Arquíico (C ₂₀)	0.03	trazas	0.19	0.24	trazas	0.20	0.03	0.04	0.01	0.09	0.08	trazas	0.03	0.09	0.01	trazas	trazas	trazas	trazas	0.02	0.01	trazas	0.07	trazas	0.02	0.15	0.17	0.11	0.13	0.09	trazas	0.09	0.11		
24.- Linoleico (C _{18:3})	1.83	1.13	1.10	0.89	1.87	1.74	1.53	2.03	1.74	1.35	1.60	1.21	1.73	1.87	1.55	1.23	1.91	2.03	2.22	1.51	1.20	1.73	1.54	1.90	1.27	1.35	1.40	0.57	0.75	0.14	0.93	0.96	1.27		

CAPITULO VII

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (AOAC).
13 th. ed., 1980
Whashington, D.C.
Método 28.052
- 2.- Leslie Hart. F. Y Johnstone Fisher, Harry
Análisis Moderno de los Alimentos
Editorial Acribia, Zaragoza(España), 1971
- 3.- G. Kirschenbauer, H.
Grasas y Aceites: Química y Tecnología
2a. Ed., Editorial Continental, 1964
- 4.- Labastida Rubio, Reyna del Carmen et al
Método de Análisis de aceites vegetales comestibles
Tesis, U.N.A.M. , 1975
- 5.- Preston, S.T. y Spreckelmeyer, S.
A guide to the analysis of fatty acids en their esters by Gas Choromatography.
Poly Science Corporation, 1971
- 6.- Mattson. F.H. and Volpenheim, R.A.
The specific distribution of fatty acids in the glycerids of vegetable fats.
Journal of Biological Chemistry 7 236 (1961)
- 7.- Mc. Nair, H.M. and Bonelli, E.J.
Basic Gas Cheromatography
5th. ed.
Varrian Aerograph (1969)
- 8.- Bonelli, E.J.
Lipid Analysis by Gas Cromatography
Varian Aerograph (1968)

- 9.- Pelick, N. et al
Journal of the American Oil Chemist's Society
38, 506 (1961)
- 10- J. Ridgeon, P.
Gas Chromatography Separations
3 th. ed., England (1976)
- 11- E. Bailey, Altone
Aceites y Grasas Industriales
2a. ed., Ed. Reverté, (1975)