

13
2eje



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN**



**EVALUACION DE ACIDOS GRASOS POR CROMATOGRAFIA
DE GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRIA DE MASAS
EN DIVERSOS SALAMIS COMERCIALES**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
QUIMICA FARMACEUTICA BIOLOGA**

P R E S E N T A :

MARTHA ELVA DONIZ RIVERA

A S E S O R E S :

L. N. C. A. ADRIANA LLORENTE BOUSQUETS

M. EN C. RENE MIRANDA RUVALCABA

CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MEX. 1994

**TESIS CON
FOLIA DE ORIGEN**



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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



UNIVERSIDAD NACIONAL
AVENIDA DE
MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

U. N. A. M.
FACULTAD DE ESTUDIOS
SUPERIORES CUAUTITLAN



Departamento de
Exámenes Profesionales

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

DR. JAIME KELLER TORRES
DIRECTOR DE LA FES-CUAUTITLAN
P R E S E N T E .

AT'N: Ing. Rafael Rodríguez Ceballos
Jefe del Departamento de Exámenes
Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos la TESIS TITULADA:

evaluación de ácidos grasos por cromatografía de gases

acoplada a espectroscopía de masas en universos

alimentos comerciales

que presenta la pasante: Martha Olga Doniz Rivera
con número de cuenta: 8458833-0 para obtener el TITULO de:
Química Farmacéutica Biológica

Considerando que dicha tesis reúne los requisitos necesarios para ser discutida en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .

"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 21 de Abril de 1994

PRESIDENTE I. B. J. Francisco Montiel Sosa

VOCAL J. F. B. Patricia Miranda Castro

SECRETARIO L. B. C. A. Auriana Lorente Housquets

PRIMER SUPLENTE J. F. B. Martha F. Zúñiga Cruz

SEGUNDO SUPLENTE I. A. Laura M. Cortazar Figueroa

INDICE

INTRODUCCION

OBJETIVOS

TABLA DE NOTACIONES

CAPITULO I GENERALIDADES

1.1	CONCEPTOS GENERALES	1
1.1.1	EMBUTIDO	1
1.1.2	LA CURACION	1
1.1.3	PROCESOS DE MADURACION	2
1.1.4	EMBUTIDOS COCIDOS	2
1.1.5	SALAMI	3
1.2	COMPONENTES Y CONSTITUYENTES DE LA GRASA	3
1.2.1	LIPIDOS	4
1.2.2	ACIDOS GRASOS	4
1.3	DETERIORO DE LOS LIPIDOS	6
1.3.1	RANCIDEZ HIDROLITICA	6
1.3.2	RANCIDEZ OXIDATIVA	6
1.3.3	AUTOXIDACION	6
1.4	CROMATOGRAFIA DE GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRIA DE MASAS	8
1.4.1	RELEVANCIA DE LA ESPECTROMETRIA DE MASAS	8
1.4.2	USOS DE LA ESPECTROMETRIA DE MASAS	8
1.4.3	ORIGEN DE LA ESPECTROMETRIA DE MASAS	8
1.4.4	EL ESPECTROMETRO DE MASAS	9
1.4.5	CARACTERISTICAS DE UN ESPECTRO DE MASAS	10
1.4.6	INTRODUCCION DE LA MUESTRA EN EL ESPECTRO DE MASAS	11
1.4.7	TECNICAS DE IONIZACION	12
1.4.8	CG-EM	13

CAPITULO II.	PARTE EXPERIMENTAL	
2.1	EXTRACCION LIPIDICA	15
2.2	SEPARACION DE FRACCIONES LIPIDICAS	15
2.3	TRANSESTERIFICACION DE ESTERES TRIGLICERICOS	16
2.4	IDENTIFICACION DE ESTERES METILICOS	18
2.5	INDICE DE ACIDEZ	18
2.6	INDICE DE IODO	19
CAPITULO IV	RESULTADOS Y DISCUSION	21
CONCLUSIONES		26
APENDICE A: CROMATOGRAMAS		27
EXTRACTOS n-HEXANICOS DE:		
	SALAMI CAMPO FRIO FI Y FII	
	SALAMI SAN RAFAEL FI Y FII	
	SALAMI FUD FI Y FII	
	SALAMI PEPERAMI FI Y FII	
	SALAMI Z'VAN FI Y FII	
	SALAMI PARMA FI Y FII	
	SALAMI PLANTATION FI Y FII	
APENDICE B: ESPECTROS DE MASAS		35
	ESTER METILICO DE AC. 5-OCTADECENOICO	
	ESTER METILICO DE AC. OLEICO	
	ESTER METILICO DE AC ESTEARICO	
	ESTER METILICO DE AC. PETROSELINICO	
	ESTER METILICO DE AC. MIRISTICO	
	ESTER METILICO DE AC. 2,4,6-TMD	
	ESTER METILICO DE AC. PALMITICO	
	ESTER METILICO DE AC. LINOLEICO	
REFERENCIAS		44

A mis padres:

Alfredo y Juanis

**Que me han dado todo su apoyo y confianza
en todo lo que he emprendido.....mil gracias.**

A mis hermanos:

**Alfredo, Javier, Paty, Silvia y Lety
por su confianza en que lo lograría**

**y en especial a Lol: esperando que
sea un estímulo para terminar tus
estudios.**

A toda mi familia.

A mis amigos:

**Nacho, Beto, Quique, Javier I., Benja, Moises, Paty Terol
y**

**Lula...eres la mejor amiga con la que he compartido mis
años de estudiante.**

**Alberto, recuerda que el éxito
está en nuestras manos.. por
siempre tu amiga.**

Julio:

**Por compartir juntos sueños y
realidades, enojos y caprichos,
por darme tu amor....gracias.**

Te amo

**Agradezco a la UNAM por permitir
formarme como profesionista.**

**A las secciones de Química Orgánica
y Química Analítica por su ayuda.**

**Mi más profundo agradecimiento al
Dr. René Miranda (mi papá) y a la
profesora Adriana Llorente por su
colaboración en este trabajo.**

INTRODUCCION

INTRODUCCION

Los embutidos cárnicos tipo salami, son productos fermentados, su consumo se debe a características sensoriales distintivas.

En los embutidos crudos y cocidos, los lípidos son los constituyentes mayoritarios. La calidad de estos productos está relacionada con cambios hidrolíticos y oxidativos que sufren los lípidos a lo largo del proceso de fermentación-maduración. Las lipasas bacterianas y las propias de la carne inducen la degradación de los lípidos en los embutidos.

La Cátedra de Productos Cárnicos de nuestra facultad, ha venido produciendo embutidos tipo salami; para tal efecto, se consideró la factibilidad de comparar la calidad de estos productos con los comerciales. Así, como primer paso, se procedió a realizar una caracterización de salamis mediante la identificación y cuantificación de los ácidos grasos presentes. Por lo que en ésta tesis deseamos dar a conocer los resultados obtenidos de la identificación de los diferentes ácidos grasos mediante sus respectivos ésteres metílicos; presentes en diversas marcas de salamis comerciales, con el fin de considerarlos como parámetros de calidad en procesos de maduración de los embutidos tipo salami. **Diagrama 1.**

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar los ácidos grasos presentes en diversos salamis comerciales por Cromatografía de Gases acoplada a Espectrometría de masas.

OBJETIVOS PARTICULARES

Efectuar la comparación de la evaluación lipídica de siete marcas de salamis comerciales.

Identificar y cuantificar los ácidos grasos presentes en salamis comerciales mediante sus correspondientes ésteres metílicos por CG-EM.

Establecer la identificación mediante espectros de masas de los compuestos caracterizados.

TABLA DE NOTACIONES

AcOEt	Acetato de etilo
AGL	Acidos grasos libres
Abund.	Abundancia relativa
B	Campo magnético
CG-EM	Cromatografía de gases acoplada a Espectrometría de masas.
CC	Cromatografía en columna
CCF	Cromatografía en capa fina
<i>ca.</i>	cerca de
CHCl₃	Cloroformo
CTI	Cromatograma total iónico
E	Campo eléctrico
FI	Fracción polar
FII	Fracción no polar
FAB	Bombardeo por átomos rápidos
IE	Impacto Electrónico
IQ	Ionización química
KI	Yoduro de potasio
MeONa	Metóxido de sodio
MeOH	Metanol
m/z	masa/carga
mip.	minuto
M⁺	Ión molecular
NaOH	Hidróxido de sodio
Na₂S₂O₃	Tiosulfato de sodio
P.M.	Peso molecular
p.b.	Pico base
pg	Picogramos
SIMMS	Espectrometría de masas de iones secundarios
SiO₂	Sílica gel
THF	Tetrahidrofurano
Vg	Vervigracia (ejemplo)
Vs	Versus (contra)

CAPITULO I

GENERALIDADES

GENERALIDADES

1.1 CONCEPTOS GENERALES

1.1.1 EMBUTIDOS.

Los embutidos son productos de salchichonería elaborados con carne de cerdo, sangre, vísceras, despojos y condimentos ¹. La masa cárnica es embutida en fundas naturales o artificiales para proporcionar forma, aumentar la consistencia y para que se pueda someter al embutido a tratamientos posteriores.

De acuerdo con el tipo de materia prima utilizada, su proceso y tecnología de elaboración, los embutidos se distinguen en tres clases: crudos, escaldados y cocidos².

Los embutidos crudos no pasan por un proceso de cocción en agua, suelen consumirse en un estado fresco o cocinado, después de una maduración.

Existen diferentes clases de embutidos crudos. Se diferencian por las sustancias curantes y por los condimentos que se adicionan a la masa, de acuerdo con el aroma, color, sabor y consistencia deseada ¹.

1.1.2 LA CURACION.

El proceso de curado es decisivo para la adecuada capacidad de conservación, estabilidad del color y formación del aroma en los productos crudos-curados ².

Las sustancias curantes y la sal penetran en la carne y proporcionan un ambiente menos favorable para el desarrollo de microorganismos.

Se distinguen tres sistemas de curado:

- a) Curado en seco
- b) Curado en húmedo
- c) Curado por inyección

todos estos métodos tienen por objeto introducir sal curante en la carne, y conseguir su buena difusión en la pieza a curar.^{3,4}

En estos tipos de curado, se procura que la temperatura no sobrepase en el transcurso de los mismos en el límite de los 10 a 12 °C, a temperaturas superiores podrían multiplicarse activamente los microorganismos de putrefacción y provocar defectos. En cambio, si las temperaturas descienden excesivamente, se retardan los procesos de curado y enrojecido ⁵.

1.1.3 PROCESO DE MADURACION.

En la maduración de los embutidos crudos intervienen enzimas de la carne y de los microorganismos de flora normal o adicionados⁴ con la finalidad de acelerar las condiciones de maduración¹.

Durante la maduración se desarrollan varios procesos bioquímicos de los cuales los siguientes son los más importantes:

- i) Enrojecimiento y acidificación
- ii) Aumento en la consistencia y desarrollo del sistema cárnico.
- iii) Formación del aroma y sabor característico¹.

Para la maduración, se utilizan cultivos microbianos que desarrollan las características de calidad, estos cultivos se denominan Starter². Algunos microorganismos son: el grupo de las bacterias llamadas lácticas, micrococcus, lactobacillus o peptidococcus^{4,7,8}.

Obviamente para que el empleo de los cultivos Starter resulte efectivo, estos microorganismos deben actuar de una forma más rápida y segura que la microflora "natural" sin que perjudique por ello la calidad de los productos o la salud del consumidor.

Los cultivos Starter tienen los siguientes objetivos:⁴

- 1) Permiten el desarrollo de color típico de los embutidos en el término de 48 horas
- 2) Permiten que el producto se muestre firme al corte en no más de dos días
- 3) Lograr un descenso rápido del pH, hasta alcanzar un valor no inferior a 4.5 y obtener un pH óptimo de 5.1.
- 4) Dar estabilidad al color.

1.1.4 EMBUTIDOS COCIDOS.

Esta clase de embutidos, se fabrican a partir de grasa y carne de cerdo. Estas materias primas son sometidas a un tratamiento de calor antes de ser sazonadas, trituradas y embutidas. Los embutidos se cuecen nuevamente y opsionalmente se ahuman¹.

Los embutidos cocidos son de corta duración, debido a la composición de las materias primas y a su proceso de elaboración.

⁴Cultivos Starter: cultivos bacterianos o levaduras.

En la cocción preliminar se introducen las piezas en agua hirviendo por tiempo variable, con el fin de reblandecer las materias primas con poca grasa.

Después de embutir la carne, esta debe ser cocida nuevamente para aumentar la capacidad de conservación y para obtener una masa uniforme al enfriarse. La temperatura óptima del agua es de 80 °C; el tiempo varía entre 30 y 150 minutos dependiendo del producto que se trate.

1.1.5 SALAMI.

El salami es un embutido crudo o cocido de media y larga duración, elaborado de la mezcla de carne magra, de cerdo y de res, picada en trocitos, adicionada de especias y condimentos.

Como envoltura se utilizan tripas naturales como esófago, vejiga e intestino del bovino y artificiales, formando cuerpos cilíndricos. El embutido se somete a la desecación, maduración y eventualmente al ahumado.

Existen dos clases principales de salami:

1. Tipo italiano que no es ahumado.
2. Tipo húngaro que sí es ahumado.

En el sistema industrial se introducen los embutidos en el cuarto de rezumado, con temperatura de 20 °C y una humedad de 90 %, se deja secar parcialmente durante dos o tres días, se condicionan a 25 °C y a una humedad de 80 % para la maduración.

1.2 COMPONENTES Y CONSTITUYENTES DE LA GRASAS.

Las grasas son constituyentes importantes de los salamis, su abundancia depende del tipo y marca comercial que lo produzca.

El conocimiento de su composición y propiedades permite comprender muchos procesos de elaboración y muchas características de la materia prima y productos terminados.

El análisis elemental de las grasas permite comprobar que se componen exclusivamente de carbono, oxígeno e hidrógeno.

La hidrólisis de las grasas proporciona 1,2,3-propanotriol (glicerina) y ácidos grasos, que son los constituyentes monoméricos de las grasas.

1.2.1 LÍPIDOS.

Las modificaciones que sufren los lípidos obedecen a diferentes procesos químicos y bioquímicos, para obviar esto, se suele plantear su seguimiento sobre los productos lipídicos.

La evolución en la proporción de las diferentes fracciones lipídicas y de sus ácidos grasos a lo largo de la conservación ha sido objeto de varios estudios¹⁰.

Un fenómeno degradativo muy interesante de los ácidos grasos insaturados provenientes de las grasas y otras moléculas lipídicas insaturadas, es la oxidación¹¹.

Trasciende por la aparición de cambios sensoriales muy evidentes, olores, sabores, colores y texturas muy variadas que modifican al producto y que están relacionados con su calidad final¹².

Los lípidos incluyen diferentes compuestos, que pueden clasificarse como sigue:¹³

I. Lípidos simples. Esteres de ácidos grasos y glicerol.

- a. Grasas y aceites
- b. Ceras

II. Lípidos compuestos. Lípidos simples conjugados con moléculas no lipídicas

- a. Fosfolípidos.
- b. Glucolípidos
- c. Lipoproteínas.

III. Compuestos asociados.

- a. Ácidos grasos.
- b. Alcoholes.
- c. Hidrocarburos.
- d. Vitaminas liposolubles.

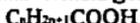
1.2.2 ACIDOS GRASOS

Las distintas propiedades de las grasas dependen de la diferente composición de los ácidos grasos.

Los ácidos grasos naturales son ácidos monocarboxílicos dispuestos en cadenas por lo regular sin ramificar. Se diferencian por la longitud de la cadena y por la ausencia o presencia de dobles enlaces entre los átomos de carbono.¹⁴

La presencia o ausencia de enlaces dobles en las moléculas son características de ácidos saturados e insaturados respectivamente.

Los ácidos grasos saturados no contienen ningún doble enlace en su molécula y todos responden a la misma fórmula general:



En la **tabla 1** se resumen algunos de los ácidos grasos saturados ^{9,14}.

TABLA 1.- ACIDOS GRASOS SATURADOS^{9,14}

No de átomos de carbono	Nombre Sistemático	Nombre Común	Temperatura de fusión (°C)
4	Ac. Butanoico	Ac. Butírico	-----
6	Ac. Hexanoico	Ac. Caproico	-----
8	Ac. Octanoico	Ac. Caprílico	-----
10	Ac. Decanoico	Ac. Cáprico	-----
12	Ac. Dodecanoico	Ac. Láurico	43.6
14	Ac. Tetradecanoico	Ac. Mirístico	53.8
16	Ac. Hexadecanoico	Ac. Palmítico	62.9
18	Ac. Octadecanoico	Ac. Esteárico	69.6
20	Ac. Eicosanoico	Ac. Araquídico	75.3
22	Ac. Docosanoico	Ac. Behénico	79.9
24	Ac. Tetracosanoico	Ac. Lignocérico	84.1
26	Ac. Hexacosanoico	Ac. Cerótico	87.7

La solubilidad en agua disminuye conforme aumenta el número de carbonos, y aumenta la solubilidad en los solventes orgánicos al aumentar el número de los mismos.

Los ácidos grasos insaturados contenidos en las grasas naturales tienen dos o varios dobles enlaces en su molécula, los cuales determinan principalmente sus propiedades químicas y físicas.

En la **tabla 2** se presentan cinco ácidos grasos insaturados importantes en los alimentos ^{9,14}.

TABLA 2.- ACIDOS GRASOS INSATURADOS^{9,14}

No de Átomos de Carbono	Nombre sistemático	Nombre Común	Temperatura de fusión (°C)
18	Ac.9-Octadecenoico	Ac.Oleico	16.3
18	Ac.11-Octadecenoico	Ac.Vaccénico	39.0
18	Ac.9,12-Octadecenoico	Ac.Linolico	-5.2
18	Ac.9,12,15-Octadecatrienoico	Ac.Linolénico	-11.2
20	Ac.5,8,11,14-Eicosatetraenoico	Ac.Araquidónico	-49.5

1.3 DETERIORO DE LOS LIPIDOS.

Badui ha dividido el deterioro de los lípidos en dos grupos de reacciones: i) de rancidez hidrolítica, y ii) de rancidez oxidativa. El primero se debe básicamente a la acción de la lipasa que liberan ácidos grasos de los triglicéridos, mientras que el segundo se refiere a la acción del oxígeno y a las lipoxigenasas sobre las insaturaciones de los ácidos grasos. Existe una tercera forma de deterioro de las grasas a través del fenómeno llamado reversión, cuyo mecanismo es poco conocido y menos importante que las oxidaciones de las grasas.¹³

Los deterioros pueden ser menores o mayores dependiendo de las características de los ácidos grasos (R); los ácidos grasos saturados son mucho más estables a los diversos mecanismos oxidativos de deterioro de las grasas, sin embargo en condiciones de temperatura muy alta (más de 200 °C) y en presencia de oxígeno pueden sufrir oxidaciones.

Los ácidos grasos insaturados, debido a la presencia de dobles enlaces, éstos compuestos tienen gran reactividad química y están propensos a transformaciones oxidativas y de isomeración. Las insaturaciones presentan dos tipos de isomeración: geométrica, cis, trans, y posicional, según sea la localización de la doble ligadura, la presencia de cada uno de ellos influye considerablemente en las características químicas y físicas.¹³

1.3.1. RANCIDEZ HIDROLITICA O LIPOLISIS.

La rancidez hidrolítica se debe a la acción de las lipasas sobre los enlaces éster de los triglicéridos de las grasas, es muy notable en los alimentos que contengan altas concentraciones de ácidos volátiles de cadena corta. La fuente y el origen de las lipasas puede ser el propio alimento o bien una contaminación microbiana por hongos, levaduras o bacterias.

1.3.2. RANCIDEZ OXIDATIVA

Las reacciones de oxidación de los lípidos tienen diversos orígenes; el principal es la acción directa del oxígeno sobre las dobles ligaduras de los ácidos grasos insaturados, con la consecuente producción de hidroperóxidos.¹³

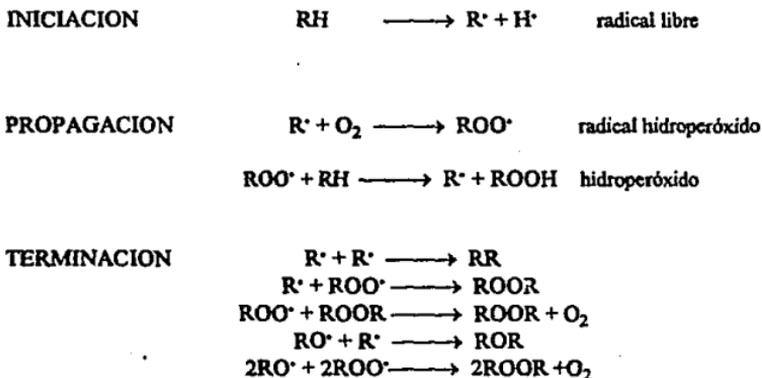
1.3.3. AUTOXIDACION.

Este tipo de rancidez se presenta comúnmente en lípidos con alto contenido de ácidos grasos insaturados y es el deterioro más frecuente de las grasas utilizadas en la industria alimentaria.

La intensidad y la forma de oxidación, dependen en gran parte de las condiciones de (temperatura, presencia de catalizadores, estado de dispersión de la grasa, radiaciones, etc.).

El mecanismo de la reacción de oxidación de grasas se encontró a partir de modelos con ácido linoleico en condiciones controladas. Se ha comprobado que la oxidación de los ácidos grasos poliinsaturados es del tipo de reacción en cadena, que consiste esencialmente en tres pasos: iniciación, propagación y terminación.¹¹

Esquema 1.



R = grupo ácidos grasos RH = sitio de oxidación R^{\cdot} = radical libre de ác. graso

ROO^{\cdot} = radical libre de peróxido $ROOH$ = hidropéroxido.

ESQUEMA 1. MECANISMO DE OXIDACION DE LIPIDOS¹³

De acuerdo a los cambios que pueden sufrir las grasas, se ha planteado el estudio de la identificación y cuantificación de sus ésteres metílicos por CG-EM, así como la evaluación de los índices de acidez y iodo.

1.4 CROMATOGRAFIA DE GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRIA DE MASAS (CG-EM).

1.4.1 RELEVANCIA DE LA ESPECTROMETRIA DE MASAS.

La espectrometría de masas es una técnica analítica preferentemente para especies orgánicas, que es usada para identificar compuestos desconocidos, cuantificar materiales conocidos, así como para ayudarse a elucidar estructuras; esto puede ser efectuado con cantidades muy pequeñas (ca. pg) y actualmente con equipos muy simples en su manejo¹⁸.

1.4.2 USOS DE LA ESPECTROMETRIA DE MASAS.

- Identificación de estructuras de biomoléculas tales como carbohidratos, ácidos nucleicos y esteroides.
- Determinación de fármacos en el cuerpo.
- Ejecución de análisis forenses, tales como confirmación y cuantificación de drogas.
- Análisis de contaminantes en el medio ambiente
- Identificación y cuantificación de componentes de mezclas orgánicas complejas.
- Análisis inorgánicos multielementales ultrasensibles.

1.4.3 ORIGEN DE LA ESPECTROMETRIA DE MASAS.

La Espectrometría de Masas tiene sus orígenes en el tubo de vacío de J.J. Thomson, que demostró la existencia de electrones y "rayos positivos" en los principios de este siglo¹⁸.

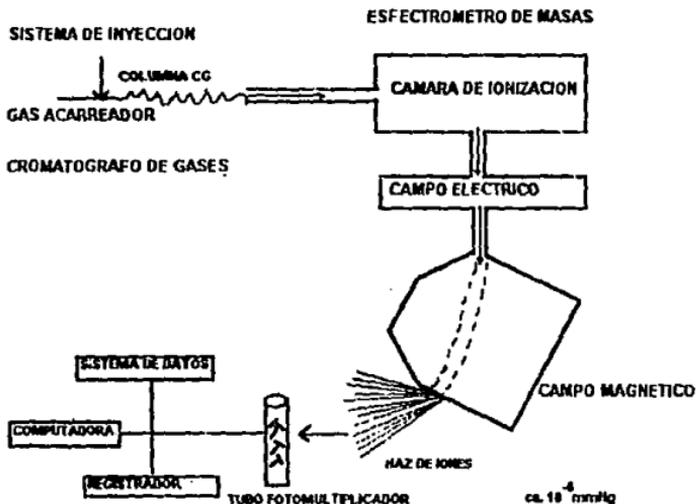
Thomson observó que la nueva técnica podía ser usada con éxito por químicos para analizar sustancias químicas, lo cual manifestó en su libro "Rayos de Electricidad Positiva y sus Aplicaciones al Análisis Químico". A pesar de esta observación, la aplicación primaria de la espectrometría de masas residió en los físicos por espacio de casi 30 años. Fue usada para descubrir un gran número de isótopos así como para medir sus masas exactas. Estas medidas dieron lugar a la creación de desarrollos posteriores en diversos campos abarcando desde la geocronología a la investigación bioquímica.

Aunque los principio de la espectrometría de masas son ampliamente aplicados, los ejemplos en este ensayo, están preferentemente orientados a las moléculas orgánicas, que son las más analizadas por esta técnica ¹⁷.

1.4.4 EL ESPECTROMETRO DE MASAS.

El instrumento (Esquema 2) actual varía en tamaño, desde una caja pequeña como un horno de microondas casero, a grandes instrumentos de investigación que ocupan un laboratorio entero.

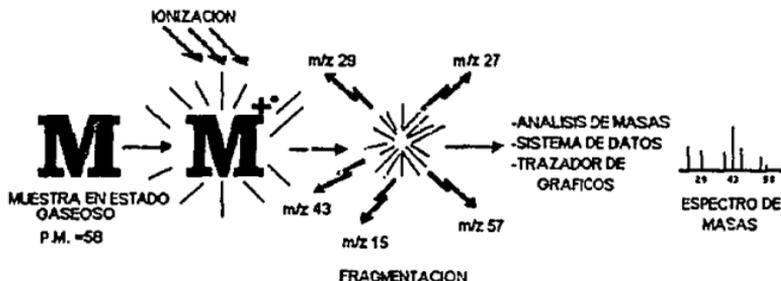
La muestra (sólida, líquida o gaseosa) es introducida en una cámara de vacío y es seguida ionizada en una fuente de ionización mediante el bombardeo de las moléculas en estado gaseoso con un haz de electrones. En la técnica de ionización por impacto electrónico (IE), una mezcla de iones positivos, negativos y especies neutras es generada bombardeando a la molécula gaseosa con electrones usando un potencial de 70 eV. Los iones son separados por analizadores (B y/o E) de acuerdo a su relación masa/carga (m/z); estos después son manifestados mediante un detector en el cual los iones generan una carga eléctrica que es proporcional al número de iones ¹⁸.



ESQUEMA 2.-CROMATOGRFO DE GASES-ESPECTROMETRO DE MASAS

Finalmente estas señales eléctricas son registradas como un espectro de masas. En resumen los procesos que ocurren en un espectrómetro de masas (Esquema 3) son:

- 1) Ionización y fragmentación de la muestra
- 2) Separación de fragmentos mediante su relación m/z .
- 3) Detección de fragmentos (como corriente eléctrica).
- 4) Registro de señales (espectro de masas).

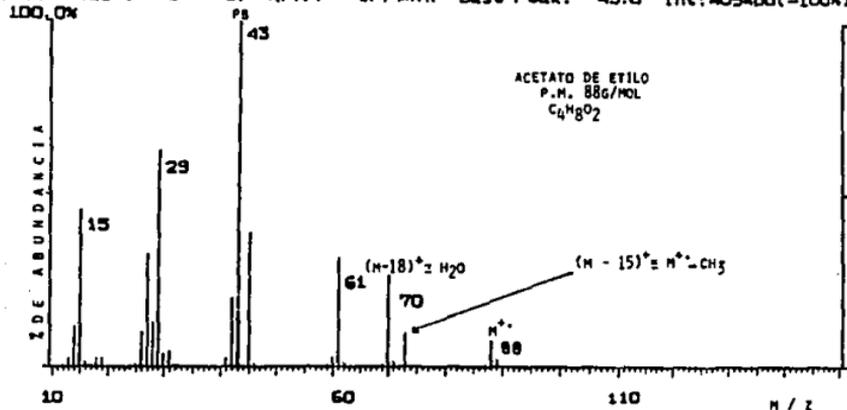


ESQUEMA 3.- IONIZACION-FRAGMENTACION, SEPARACION, DETECCION Y REGISTRO DE FRAGMENTOS DE LA ACETONA EN UN ESPECTRO DE MASAS.

1.4.5 CARACTERISTICAS DE UN ESPECTRO DE MASAS.

Un espectro de masas (Esquema 4) es una gráfica de abundancia relativa de iones I vs su relación m/z . Los iones y sus abundancias relativas permiten en un determinado momento establecer el peso molecular y la estructura del compuesto que está siendo analizado. En el proceso de ionización de la molécula, ésta generalmente se fragmenta, originando fragmentos iónicos que aparecen en el espectro donde la relación m/z corresponde al peso del fragmento. Así comúnmente el fragmento de mayor valor de m/z (M^+ , ion molecular) corresponde a la molécula ionizada y en consecuencia a su vez al peso molecular de la muestra; el fragmento de mayor abundancia relativa (100%) se le conoce como pico base (pb). Otros fragmentos que frecuentemente suelen aparecer, dependiendo del compuesto, son aquellos que implican la pérdida de un metilo y/o agua, los cuales se indican como $[M-15]^+$ y $[M-18]^+$ respectivamente¹⁹.

Scan: 123 (0- 0) R.T.: 1.74min Base Peak: 43.0 Int:403400(=100%)



ESQUEMA 4.-ESPECTRO DE MASAS DE EL ACETATO DE ETILO.

1.4.6. INTRODUCCION DE LA MUESTRA EN EL ESPECTROMETRO DE MASAS.

Con sólidos puros, la muestra simplemente se coloca en la placa de la sonda que es insertada en la cámara de vacío. La muestra se evapora o sublima, por lo regular aplicando calor; ésta es ionizada y su masa analizada. Los gases y los líquidos pueden ser introducidos a través de dispositivos especialmente diseñados con flujo controlado. En ocasiones especiales, la volatilización y la ionización ocurren al mismo tiempo²⁰.

Aún, un compuesto sencillo puede generar muchos fragmentos. Dos compuestos ionizados simultáneamente crean un espectro traslapado.

Para obtener el espectro de masas de un compuesto dado, la mezcla de compuestos debe ser separada en sus componentes individuales antes de ser analizada. Es así que la cromatografía de gases (CG) es acoplada a la espectrometría de masas a principios de los años sesentas; este acoplamiento permite a los componentes, que están en fase vapor, entrar al espectrómetro de masas, de manera que los componentes de la mezcla pueden ser separados y analizados secuencialmente.

Aunque los iones positivos y negativos son generados en la fuente de iones al mismo tiempo, solamente una polaridad es seleccionada, y el espectro de masas registrado consiste de iones ya sean positivos o negativos, pero no neutros²¹.

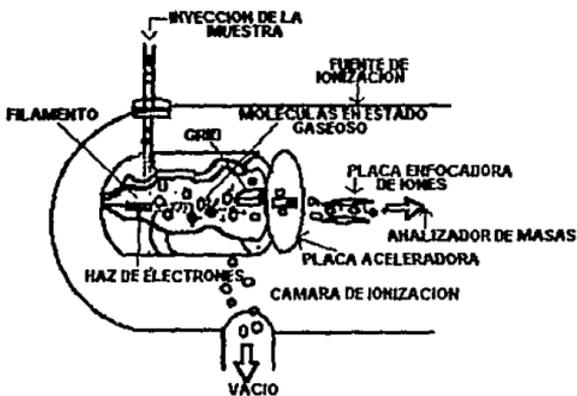
1.4.7. TECNICAS DE IONIZACION.

1.4.7.1. Ionización por Impacto de Electrones.

Para aquellas moléculas que pueden ser evaporadas, la ionización por impacto electrónico (IE) es a menudo usada para generar iones para análisis de masas.

La ionización mediante bombardeo con electrones acelerados a un potencial de 70 voltios es un proceso "severo" y altamente energético; (Esquema 5) para conducir a una fragmentación abundante que deja un pequeño, y a veces ningún indicio de un ión molecular. Cuando hay ausencia de un ión molecular, el peso molecular y la estructura no son determinados fácilmente. Esto ha dado lugar al desarrollo de técnicas de ionización de baja energía o "suave" ²².

En el proceso de ionización IE, la energía de electrones ionizantes es generalmente más grande que la de los enlaces que mantienen a la molécula unida. De esta manera, cuando los electrones con alta energía interactúan con una molécula, la ionización ocurre, los enlaces se rompen y los fragmentos son formados.



ESQUEMA 5.- IONIZACION POR IMPACTO ELECTRONICO

1.4.7.2. Ionización Química.

En contraste con la ionización por impacto electrónico, la ionización química (IQ) produce iones por un proceso relativamente suave de transferencia de protones a partir de un gas reactivo ionizado, *Vg* metano. Generalmente resultan moléculas abundantemente protonadas²³.

1.4.7.3. Ionización por Desabsorción.

Desabsorción es un término usado por los espectrometristas de masas para describir el proceso mediante el cual una molécula es evaporada de la superficie y además ionizada, aunque el mecanismo exacto no es muy bien entendido.²³

Las técnicas de ionización por desabsorción son: bombardeo de átomos rápidos (FAB), californio-252, espectrometría de masas de iones secundarios (SIMMS), desabsorción láser, desabsorción de campo, electrospray.

Para las cuatro primeras técnicas enlistadas, las muestras son desabsorbidas y también ionizadas por un proceso que incluye calentamiento de la superficie de la muestra con átomos muy energéticos, fragmentos de fisión, iones o luz. Para la quinta técnica, la desabsorción de campo, el proceso de ionización es logrado con campos eléctricos muy altos.

1.4.8. CROMATOGRAFIA DE GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRIA DE MASAS.

La combinación más común de acoplamiento de cromatografía a espectrometría de masas, *CG/EM*. Para todas las combinaciones cromatógrafo/espectrómetro de masas, la información consiste en una serie de espectros de masas que son adquiridos secuencialmente.

Para generar esta información, el espectrómetro de masas busca el intervalo másico (*Ig* 30-500 unidades másicas) respectivamente durante la corrida cromatográfica. Si la búsqueda es tomada cada segundo y la corrida dura 30 minutos, 1800 espectros se pueden registrar²⁴.

Esta información puede ser mostrada de tres maneras: primero, se puede desplegar cualquiera de las series de espectros; segundo, las abundancias de los iones en cada espectro son sumadas, y su suma es gráficada secuencialmente para dar un cromatograma total iónico (CTI) cuya apariencia es similar a la salida de un detector cromatográfico convencional. Cada pico en el CTI representa un compuesto eluido, el cual puede ser identificado por interpretación del espectro de masas de cada pico. Finalmente, se puede mostrar la abundancia de una relación *m/z* sencilla sobre el curso de una corrida cromatográfica para producir un perfil real del ión seleccionado o cromatograma de masas²⁵.

Entonces, para una sola corrida cromatográfica, es factible obtener un **CTI** y un perfil real del ión seleccionado de masas de interés, en adición a cada espectro de masas. Esta técnica se usa para escoger componentes de interés de una mezcla compleja sin tener que examinar cada espectro de masas individual.

CAPITULO II

PARTE EXPERIMENTAL

PARTE EXPERIMENTAL

Para este estudio, se utilizaron 7 marcas de salamis comerciales, tres crudos: Peperami, Campo Frio y Parma, y cuatro cocidos: Fud, Zwan, Plantation y San Rafael.

Todas estas marcas se trabajaron de la siguiente manera:

2.1 EXTRACCION LIPIDICA.

METODO: Extracción con disolvente orgánico

MATERIAL: Aparato soxhlet, parrilla eléctrica, mantilla, reóstato y rotavapor.

REACTIVOS: *n*-hexano

PROCEDIMIENTO:

Pesar aproximadamente de 70 a 100 gramos de salami molido, y reflujar con 300ml de *n*-hexano en un soxhlet, por un tiempo aproximado de 5 horas²⁴.

2.2 SEPARACION DE FRACCIONES POR POLARIDAD.

METODO: Cromatografía en columna

MATERIAL: Columna de vidrio, frascos de boca ancha.

REACTIVOS: Silica gel y *n*-hexano/AcOEt 8:2

PROCEDIMIENTO:

La separación lipídica, se llevó a cabo mediante CC utilizando gel de sílice como fase estacionaria y como eluyente al sistema *n*-hexano/AcOEt (8:2).

De esta manera se separaron dos fracciones:

- a) fracción polar
- b) fracción no polar

2.3 TRANSFERIFICACION DE ESTERES TRIGLICERICOS

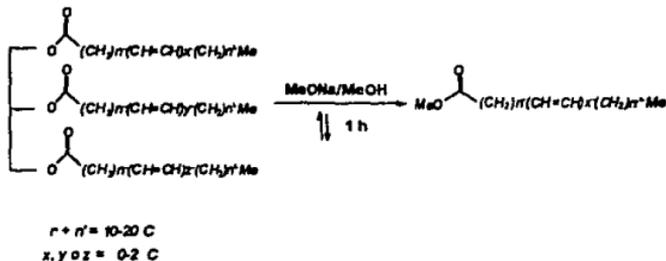
METODO: Transesterificación

MATERIAL: Aparato para reflujo, mantilla eléctrica y reóstato.

REACTIVOS: MeONa en MeOH, H₂SO₄ y NaCl

PROCEDIMIENTO:

Cada fracción se transesterificó para obtener los ésteres metílicos de los ácidos carboxílicos correspondientes ²⁷.



REACCION DE TRANSESTERIFICACION

Las fracciones obtenidas, se refluja en 16 ml de una disolución de MeONa en MeOH 0.2N por una hora; acto seguido, la mezcla se enfría y acidifica con H₂SO₄ 2N hasta un pH de 3.0, posteriormente se añade un volumen doble de solución saturada de NaCl.

Los ésteres metílicos así obtenidos, se extraen con AcOEt (3x10 ml). La solución se seca con Na₂SO₄ anhidro y se filtra, para finalizar, se elimina el disolvente por destilación a presión reducida.

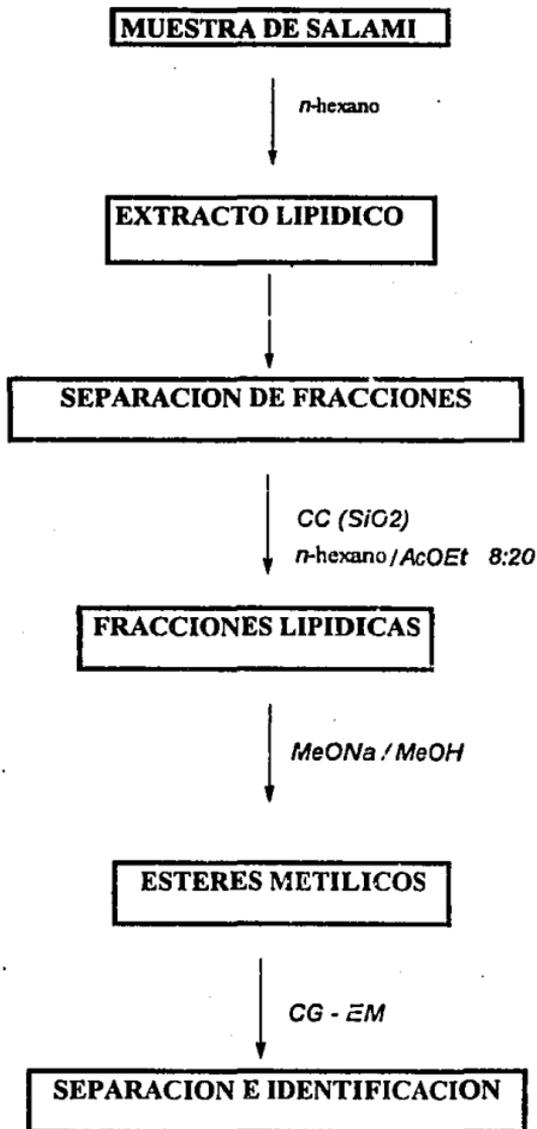


DIAGRAMA 1: DIAGRAMA GENERAL DE TRABAJO SOBRE LA EXTRACCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS EN MUESTRAS DE SALAMIS COMERCIALES.

2.4 IDENTIFICACION DE ESTERES METILICOS.

METODO: CG-EM

MATERIAL: Equipo para CG-EM Hewlett Packard Modelo 5985B

PROCEDIMIENTO:

Los ésteres metílicos fueron separados y analizados por un CG-EM. Las condiciones de trabajo fueron:

ACEITES

Temperatura de fuente de inyección 270°C

Temperatura 1: 170 °C.

Tiempo 1: 2 minutos.

Velocidad: 6 °C / minuto

Temperatura2: 270 °C.

Tiempo 2: 10 minutos

Gas: nitrógeno

Flujo de gas: 1 ml / minuto.

GRASAS

Temperatura de fuente de inyección 280°C

Temperatura 1: 250 °C.

Tiempo 1: 2 minutos.

Velocidad: 6 °C / minuto

Temperatura2: 280 °C.

Tiempo 2: 2 minutos

Gas: nitrógeno

Flujo de gas: 1 ml / minuto

2.5 INDICE DE ACIDEZ.

METODO: Índice de Acidez

MATERIAL: Bureta volumétrica de 50 ml, matraces erlenmeyer de 250 ml.

REACTIVOS: NaOH 0.1M, THF, MeOH.

PRINCIPIO:

El índice de acidez de un aceite o de una grasa se define como el número de miligramos de **KOH** requeridos para neutralizar la acidez libre de 1.0 g de muestra. A menudo el resultado se expresa como porcentaje de ácidos grasos libres (**AGL**).

El índice de acidez es una medida del grado al cual se han descompuesto los glicéridos de la grasa por acción de la lipasa, calor y por la luz. Como la rancidez se acompaña usualmente de la formación de ácidos grasos libres, la determinación es, con frecuencia, usada como una indicación general de la condición y comestibilidad de los aceites y grasas¹⁸.

PROCEDIMIENTO:

Mezclar 25 ml de **THF** con 25 ml de **EtOH** y 1 ml de solución de fenolftaleína (1.0 %) y neutralizar cuidadosamente con **NaOH** 0.1M. Disolver de 1-10 g de grasa fundida en la mezcla neutra de disolventes y titular con **NaOH** 0.1M agitando constantemente hasta que el color rosa persista durante 15 segundos.

CALCULO

$$\text{Índice de Acidez} = \frac{V_m(N_{\text{NaOH}})(56.1)}{W_m}$$

- V_m = Volúmen (ml) de **NaOH** gastados
 N_{NaOH} = Concentración Normal de **NaOH**
56.11 = Peso molecular del **KOH**
 W_m = Peso de la muestra

2.6 INDICE DE IODO.

METODO: Hanus

MATERIAL: Matraces para iodo, pipeta volumétrica de salida rápida, probeta y bureta de 50 ml.

REACTIVOS: Reactivo de Hanus (tricloruro de iodo), **CHCl₃**, **KI** y **Na₂S₂O₃**.

PRINCIPIO:

El índice de iodo se expresa como el número de gramos de iodo absorbidos por 100 g de una sustancia.

Este índice está en función de su grado de insaturación del cuerpo graso y se determina añadiendo un exceso de reactivo halogenado, valorando el reactivo que no reacciona ²⁹.

PROCEDIMIENTO.

Introducir alrededor de 800 mg de grasa a un matraz de iodo de 250 ml y disolverlo con 10 ml de CHCl_3 . Añadir mediante una pipeta de salida rápida 25 ml de reactivo de Hanus.

Tapar el frasco y mezclar por agitación suave; dejar reposar durante 30 minutos protegido de la luz y a temperatura ambiente.

Añadir 30 ml de solución de KI y 100 ml de agua destilada. Mezclar y valorar con una solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N utilizando almidón como indicador poco antes de finalizar la valoración ^{29,30}.

Realizar una prueba blanco en idénticas condiciones.

CALCULO.

$$\text{Índice de Iodo} = \frac{(V_{\text{BCO}} - V_{\text{MTA}})(N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3})(126.9)}{10 (W_m)}$$

V_{BCO} = Volúmen gastado del blanco

V_{MTA} = Volúmen gastado de la muestra

N = concentración Normal de Tiosulfato de sodio

126.9 = Peso molecular del Iodo

W_m = Peso de la muestra

CAPITULO III

RESULTADOS Y DISCUSION

RESULTADOS Y DISCUSION

La caracterización de los compuestos lipídicos, así como las diversas evaluaciones llevadas a cabo en cada salmi, son representadas en las tablas III, IV, V y VI.

Inicialmente, se determinó el porcentaje de grasa total contenido en los siete salamis comerciales estudiados relacionando el peso de la grasa obtenida del extracto hexánico y el peso de la muestra. **Tabla III.**

En ésta se observa un mayor contenido de grasa en los salamis crudos, Peperami (53.96); Campo Frío (49.16) y Parma (47.18); mientras que en los salamis cocidos el intervalo de contenido es de 2.74 - 23.35 por ciento. Esta variación entre salamis crudos y cocidos se debe a que el cocimiento del salami, reduce la cantidad de grasa total.

Es de destacar que la marca Plantation está reportada como salami hecho con carne de pavo, y aún así su contenido de grasa es muy parecido a los salamis cocidos elaborados con carne de res y de cerdo.

Comparando los datos obtenidos de los salamis crudos en relación a los datos reportados por Vandekerckhove y Demeyer ³¹ (1975), en un estudio con 30 tipos de salamis comerciales originarios de Bélgica, su intervalo de grasa total para productos terminados es de 62.5 ± 6.8 %, observamos que los valores obtenidos para este estudio, son inferiores : 53.96 a 47.18, posiblemente esta variación se deba a procesos de producción diferentes.

TABLA III. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE GRASA TOTAL EN DIVERSOS SALAMIS COMERCIALES

SALAMI	% DE GRASA TOTAL	% DE GRASA FRACC. NO POLAR (FI)	% DE GRASA FRACC. POLAR (FI)
PEPERAMI *	53.96	80.00	20.00
CAMPO FRIO *	49.16	85.20	1.00
PARMA *	47.18	68.90	19.81
PLANTATION **	17.04	64.35	2.90
FUD **	12.14	78.60	2.00
SAN RAFAEL **	13.32	70.00	2.00
ZWAN **	23.35	19.09	0.69

* Salamis Madurados

** Salamis Cocidos

Sin embargo, se puede decir que el Peperami se incluye dentro del margen de 53.40 ± 0.76 % de grasa total que reportan Melgar, Bello y Beriain ²¹, al respecto, Campo Frio y Parma presentan valores alejados a estos resultados.

La variabilidad del contenido de grasa entre salamis cocidos y crudos analizados, puede deberse a que no existe una norma oficial mexicana para estos productos en donde se le defina en sus aspectos teóricos, químicos, fisicoquímicos y microbiológicos, por lo que los resultados están referidos a la Norma Española para salmis ²² en donde dice que "salami es el embutido que cumpla con los siguientes contenidos: 30 % de carne de cerdo, 35 % de carne de res y 35 % de tocino de lomo". Como se manifiesta en los datos reportados en la tabla IV, lo cual demuestra que hay una gran variación en cuanto al tipo y cantidad de carnes.

TABLA IV. CONTENIDO DE CARNE EN SALAMIS^a

SALAMI	TIPO Y % DE CARNE
PEPERAMI	CARNE DE RES65.00
	CARNE DE CERDO 5.00
	LARDO DE CERDO24.00
CAMPO FRIO	NO REPORTADO
PARMA	CARNE DE CERDO75.00
	TOCINO DE CERDO 21.00
PLANTATION	CARNE DE PAVO*
FUD	CARNE DE RES50.00
	CARNE DE CERDO19.00
	GRASA DE CERDO26.00
SAN RAFAEL	CARNE DE RES47.00
	CARNE DE CERDO32.00
	GRASA DE CERDO15.00
ZWAN	CARNE DE RES*
	CARNE DE CERDO*
	LARDO DE CERDO*

^a Datos Reportados en el Empaque del Producto.

* Valores No Reportados por el Productor.

Del experimento por cromatografía en capa fina que se le realizó a cada muestra de salami, se separaron dos fracciones por medio de una cromatografía en columna (SiO₂; *n*-hexano/AcOEt 8:2). De esta manera se obtienen una fracción polar (FI) y una no polar (FII).

Se distingue que el por ciento de grasa en la FII (19.09-85.20) es mayor al determinado en la FI (0.69-20.00).

Así mismo, algunas marcas no suman el 100 %, esto se debe a que en la parte superior de la columna, se están reteniendo residuos de compuestos muy polares o que son insolubles en el sistema de elución utilizado, probablemente "productos de oxidación".

Al respecto, cabe señalar que en esta cuantificación, los datos de contenido de grasa por fracciones no varían mucho aún cuando unos salamis son cocidos y otros madurados. Resalta de manera particular, la marca Zwan, la cual es la de mayor contenido de grasa entre los salamis cocidos, sin embargo en las determinaciones por fracciones, es la de contenido más bajo; en este sentido es conveniente mencionar que esta marca no indica en su etiqueta datos de porcentajes de carnes para su fabricación por lo que no se puede concluir nada al respecto.

Por otro lado, en la tabla V se resumen los resultados de los ácidos grasos identificados y evaluados, en las diferentes marcas de salamis estudiados mediante la técnica de Cromatografía de Gases acoplada a Espectrometría de Masas, es conveniente mencionar que éstos, primeramente fueron separados y cuantificados por CG y posteriormente identificados de acuerdo a sus correspondientes ésteres metílicos, generados mediante un proceso de transesterificación³⁵; lo anterior debido a que éstos son los derivados más recomendados³⁴ para analizar las especies orgánicas de interés para este trabajo. De manera general, podemos mencionar que los espectros de masas de ésteres de ácidos grasos han sido previamente estudiados de forma sistemática tanto por Sharkey *et al*³⁵ como por Ryhage y Stenhagen³⁶; por lo que cada uno de los derivados metílicos pudo ser identificado por correlación de su espectro de masas (apéndice B). Resalta de manera particular para cada uno de ellos su respectivo M⁺, así como un ión de relación *m/z* 74, típico para ésteres metílicos (generalmente como p.b. o uno de los fragmentos más abundantes) generado de acuerdo a un reordenamiento de McLafferty³⁷.

Finalmente en esta tabla V se pone de manifiesto que el ácido mirístico es el ácido que se encuentra con mayor frecuencia en una o ambas fracciones en las diferentes marcas de salami, seguido del ácido palmítico y del ácido linoleico. A su vez tanto el ácido oleico como el ácido 5-octadecenoico y el ácido petroselinico son los que menos se manifiestan.

Todos estos ésteres metílicos identificados, son congruentes con los ácidos reportados para la carne de res o de cerdo, a excepción del ácido petroselinico, presente en las marcas Plantation y Campo Frio, que por lo que reporta la literatura ¹⁴, proviene de la semilla del perejil, lo que nos hace pensar que posiblemente, estos dos salamis lleven como condimento a éste.

TABLA V. IDENTIFICACION DE ACIDOS GRASOS COMO ESTERES METILICOS

SALAMI	FRACC. NO POLAR ESTERES MET. (% ABUND.)		FRACC. POLAR ESTERES MET. (% ABUND.)	
PEPERAMI	Ac. MIRISTICO	11.60	Ac. LINOLEICO	7.59
	Ac. PALMITICO	9.25	Ac. PALMITICO	38.83
	Ac. ESTEARICO	79.15	Ac. ESTEARICO	33.33
			Ac. 2,4,6-TMD	20.25
CAMPO FRIO	Ac. MIRISTICO	18.45	Ac. MIRISTICO	5.40
	Ac. 2,4,6-TMD	81.55	Ac. PETROSELINICO	3.22
			Ac. ESTEARICO	51.38
PARMA	Ac. MIRISTICO	3.56	Ac. MIRISTICO	.24
	Ac. LINOLEICO	6.57	Ac. LINOLEICO	6.64
	Ac. PALMITICO	27.04	Ac. PALMITICO	33.62
	Ac. 2,4,6-TMD	40.58	Ac. 2,4,6-TMD	6.00
	Ac. ESTEARICO	22.25	Ac. 5-OCTADECENOICO	1.50
PLANTATION	Ac. MIRISTICO	24.95	Ac. PETROSELINICO	98.70
	Ac. 2,4,6-TMD	7.90	Ac. MIRISTICO	1.39
	Ac. OLEICO	68.05		
FUD	Ac. 2,4,6-TMD	67.70	Ac. MIRISTICO	3.31
	Ac. LINOLEICO	4.04	Ac. LINOLEICO	6.64
	Ac. PALMITICO	28.26	Ac. PALMITICO	48.23
			Ac. 2,4,6-TMD	41.82
SAN RAFAEL	Ac. MIRISTICO	18.77	Ac. MIRISTICO	1.05
	Ac. LINOLEICO	42.88	Ac. LINOLEICO	38.35
	Ac. ESTEARICO	38.35	Ac. ESTEARICO	22.83
		Ac. PALMITICO	38.07	
ZWAN	Ac. MIRISTICO	3.50	Ac. MIRISTICO	6.39
	Ac. LINOLEICO	8.75	Ac. LINOLEICO	9.59
	Ac. PALMITICO	33.75	Ac. PALMITICO	29.76
	Ac. 2,4,6-TMD	24.37	Ac. 2,4,6-TMD	36.38
	Ac. ESTEARICO	29.63	Ac. ESTEARICO	17.88

NOTA: El 2,4,6-TMD corresponde al Ac. 2,4,6-Trimetildodecanoico

Dado que, el índice de acidez representa la medida del grado al cual se han descompuesto* los glicéridos de un aceite o grasa por acción de la lipasa o por alguna otra causa³⁸, la determinación de éste, es con frecuencia usada como una indicación general de la condición y comestibilidad del producto, en este caso el salami.

Debido a que el proceso de elaboración en los salamis crudos requiere una maduración prolongada, son susceptibles a sufrir una mayor hidrólisis por la presencia de microorganismos utilizados y los propios de la carne, así que en la tabla VI, podemos observar que para los salamis crudos, el índice de acidez es mayor que para los salamis cocidos.

TABLA VI. DETERMINACION DEL INDICE DE ACIDEZ Y DE IODO PARA LOS DIVERSOS SALAMIS ESTUDIADOS.

SALAMI	INDICE DE ACIDEZ (mg KOH/g de muestra)	INDICE DE IODO (g de Iodo absor./100g de muestra)
PEPERAMI ¹	16.622	42.281
CAMPO FRIO ²	13.440	43.247
PARMA ³	29.653	46.373
PLANTATION	7.183	54.909
FUD	5.072	42.163
SAN RAFAEL	1.649	44.407
ZWAN	4.972	41.324

1,2,3 Son Salamis Crudos

Finalmente en este sentido podemos mencionar que el proceso de maduración, afecta cuantiosamente el índice de acidez en el salami, por el uso tal vez de cultivos Starter³⁸, siendo esto indicativo de las características sensoriales de textura, sabor y aroma.

Análogamente en la **tabla VI** se reportan los resultados obtenidos de la determinación de índice de iodo. Debe recordarse que este índice, da una idea de el contenido de enlaces π presentes en las entidades orgánicas; por lo que al observar los resultados así obtenidos resultan valores muy cercanos para todos los salamis. Esta situación es congruente pues los compuestos ya sean saturados o insaturados, están en proporciones parecidas: no así la marca Plantation donde su índice de iodo es el más alto (54.909), y esto es debido a que los ácidos grasos más abundantes son insaturados además de provenir de diferente fuente cárnica.

* La descomposición suele ser acelerada por efecto del calor y la luz; por lo que la rancidez se acompaña usualmente de la formación de ácidos grasos libres

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

- 1.-Mediante el estudio comparativo de la evaluación lipídica realizada a siete marcas de salamis comerciales, se establece la técnica de identificación y cuantificación para ésteres metílicos mediante CG-EM.
- 2.-La diferencia de procesos de producción entre salamis cocidos y crudos, afecta el contenido de grasa total, aumentando en salamis crudos (intervalo de 47.18 a 53.96) y disminuyendo en salamis cocidos (12.14 a 23.35 %).
- 3.-El ácido graso que se encontró presente en una o ambas fracciones lipídicas de todos los salamis fue el ácido mirístico (ácido tetradecanoico).
- 4.-El proceso de maduración provoca un aumento en el índice de acidez, por lo que en los salamis crudos presentan valores mayores (13.44 a 29.65) en relación a los cocidos (1.64 a 7.18).
- 5.-Los valores de el índice de iodo son similares para salamis crudos y cocidos, debido a la presencia de ácidos grasos saturados e insaturados en proporciones parecidas.
- 6.-La CG-EM puede ser una herramienta útil en la estandarización de los procesos de maduración de los salamis crudos.
- 7.-La CG-EM permite establecer la presencia de ácidos grasos característicos de las fuentes cárnicas en salamis, evidenciando posibles adulteraciones con otro tipo de grasa.

APENDICE A

CROMATOGRAMAS

DR RENE B1

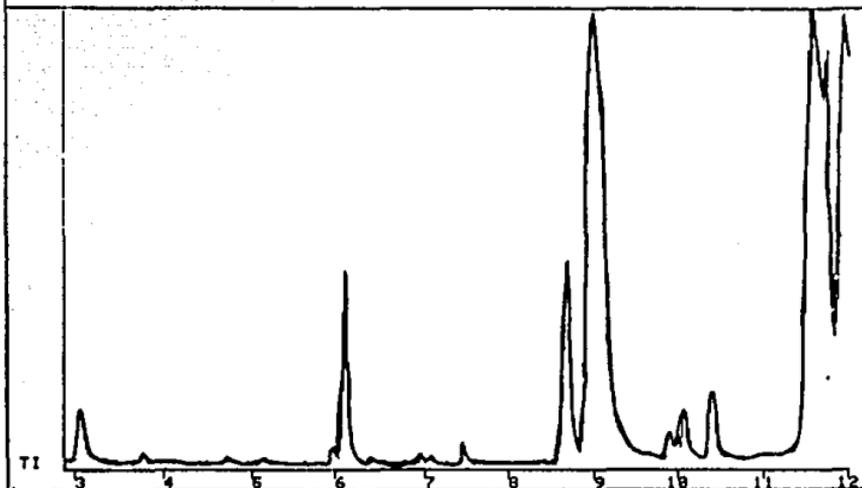
** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

FRN 6586

1ST SC/PG: 73

X= 1.00 Y= 1.00

PEPERAMI FRACCION I



DR RENE B2

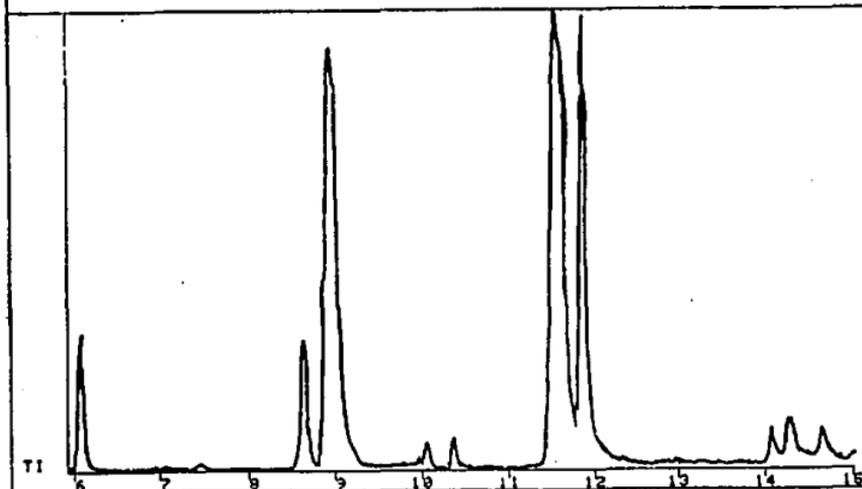
** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

FRN 6585

1ST SC/PG: 152

X= 1.00 Y= 1.00

PEPERAMI FRACCION II

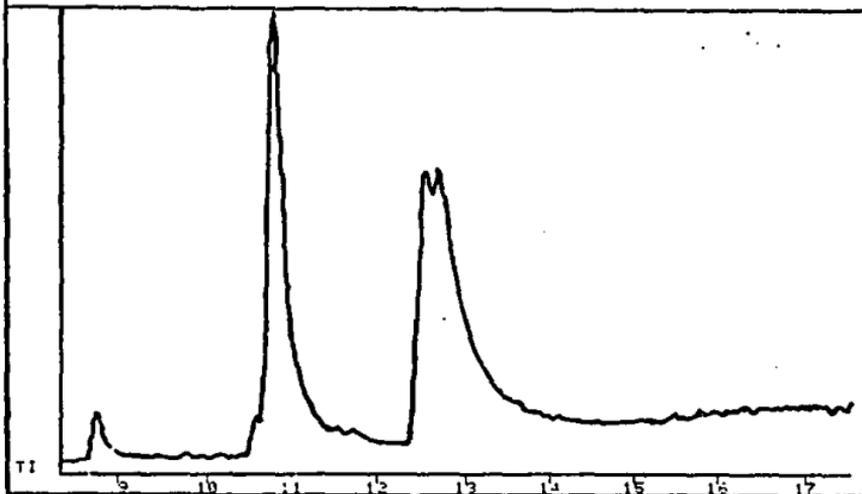


DR RENE F1

-- SPECTRUM DISPLAY/EDIT --

FRN 5023
1ST SC/PG: 212
X= 1.00 Y= 1.00

CAMPO FRIO FRACCION I

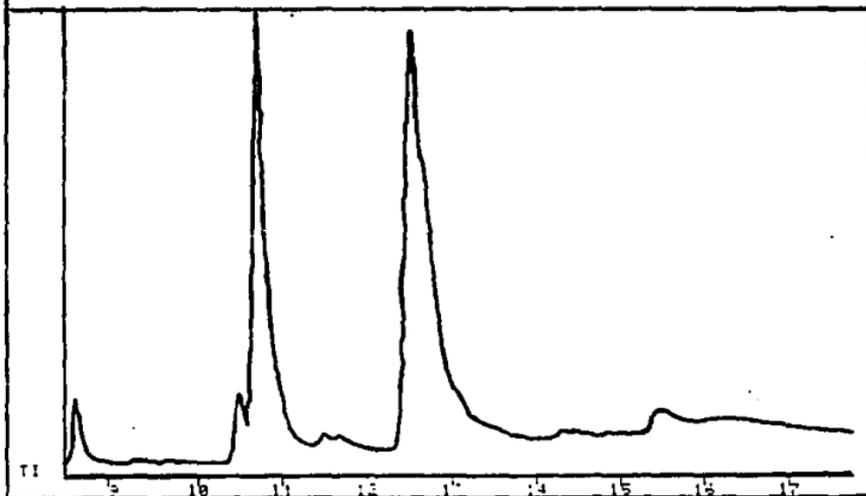


DR RENE M F2

-- SPECTRUM DISPLAY/EDIT --

FRN 5022
1ST SC/PG: 215
X= 1.00 Y= 1.00

CAMPO FRIO FRACCION II

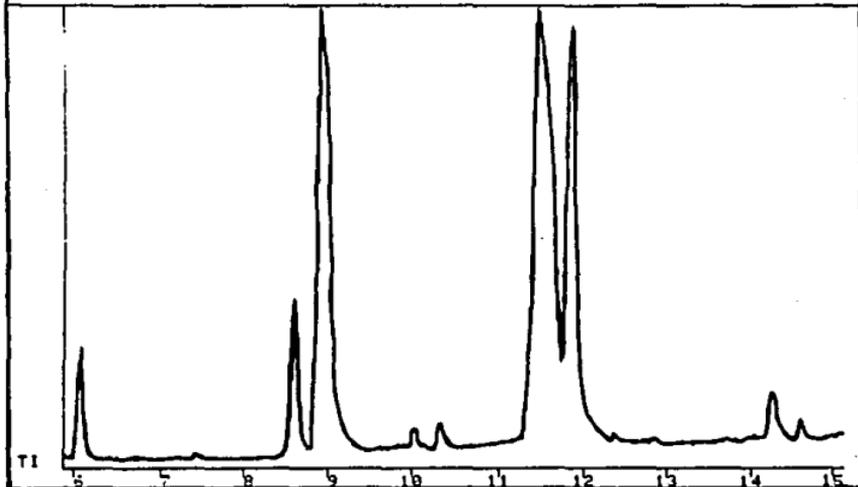


DR RENE N1

** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

PARMA FRACCION I

FRN 6503
1ST SC/PG: 149
X= 1.00 Y= 1.00

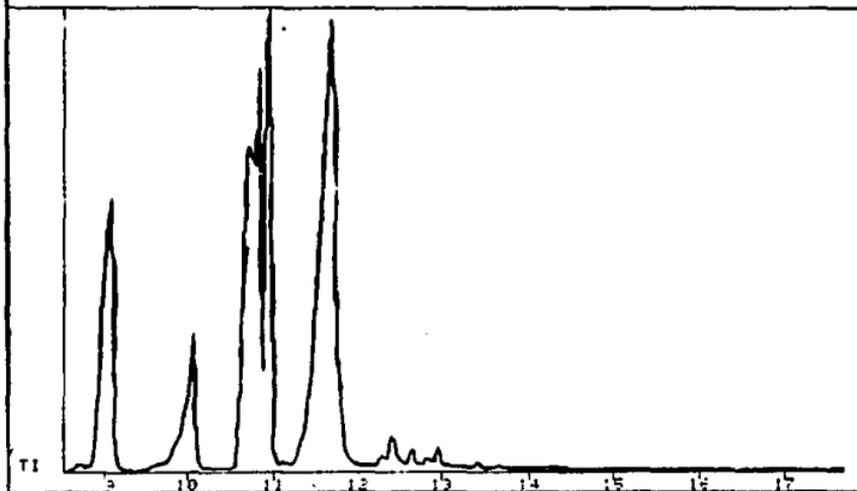


DR RENE N2

** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

PARMA FRACCION II

FRN 6520
1ST SC/PG: 218
X= 1.00 Y= 1.00

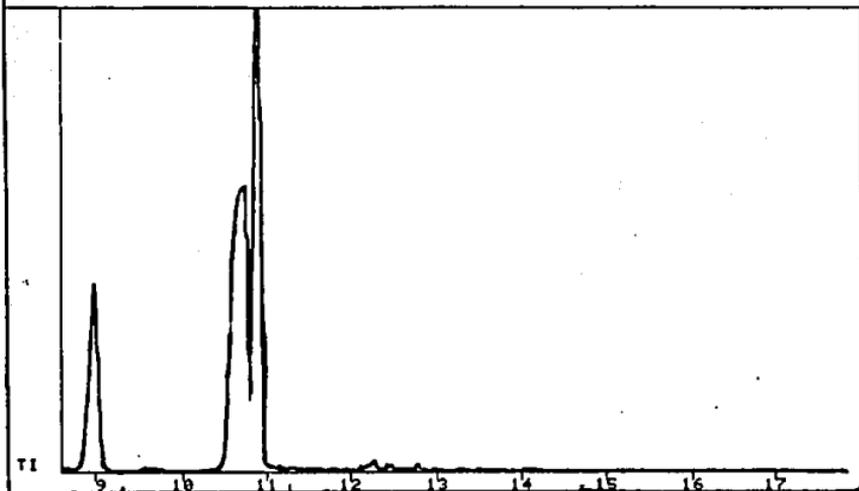


DR RENE P1

** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

SAN RAFAEL FRACCION I

FRN 6510
1ST SC/PG: 219
X= 1.00 Y= 1.00

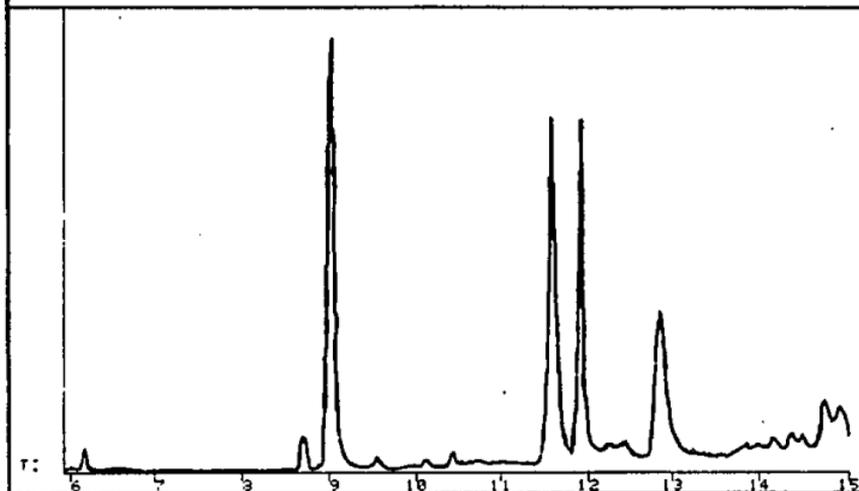


DR RENE P2

** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

SAN RAFAEL FRACCION II

FRN 6508
1ST SC/PG: 162
X= 1.00 Y= 1.00

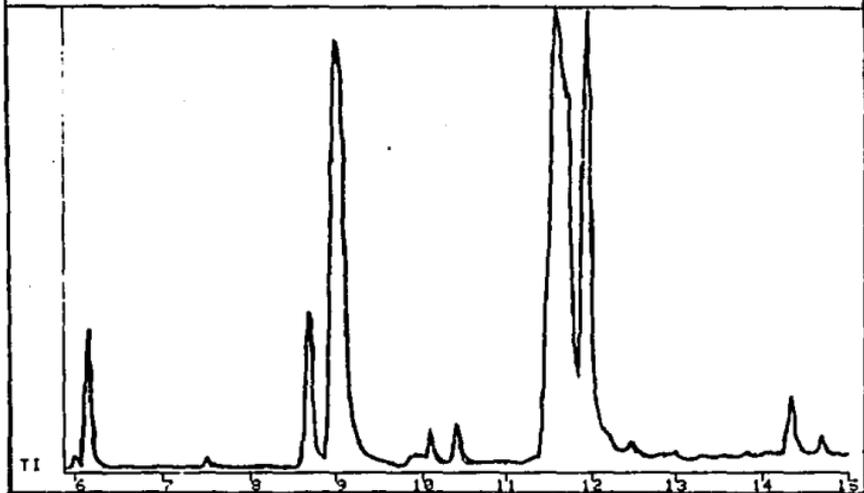


DR RENE R1

** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

ZWAN FRACCION I

FRN 6504
1ST SC/PG: 150
X= 1.00 Y= 1.00

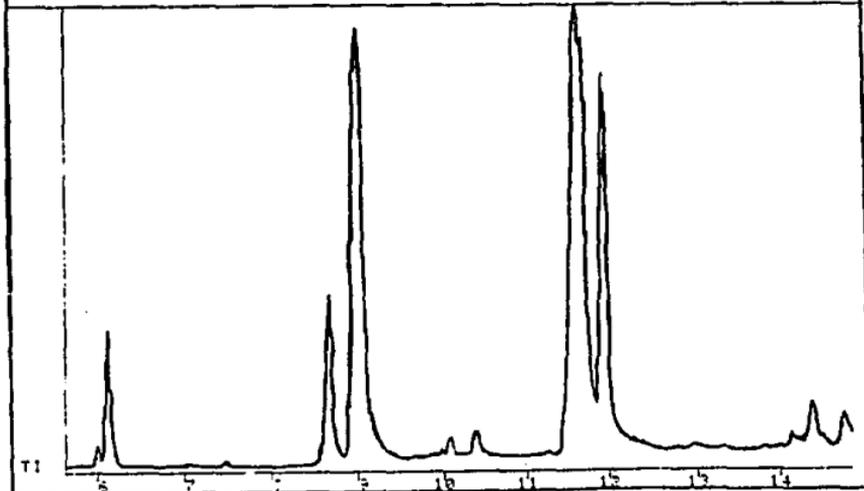


DR RENE R2

** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

ZWAN FRACCION II

FRN 6507
1ST SC/PG: 144
X= 1.00 Y= 1.00

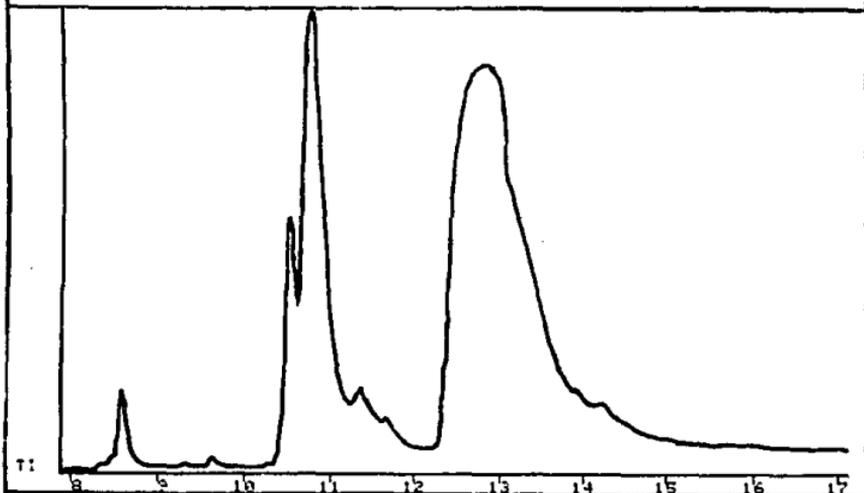


DP RENE H L1

** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

FRN 5025
1ST SC/PG: 201
X= 1.00 Y= 1.00

PLANTATION FRACTION I

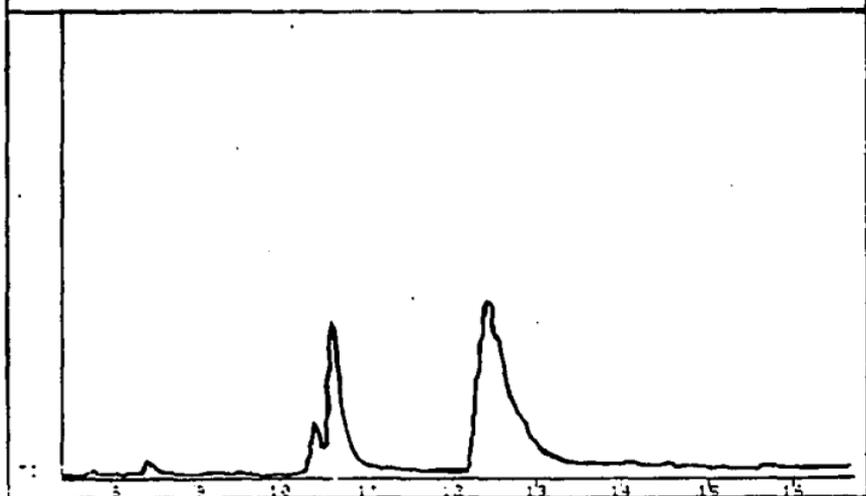


DP RENE H. L2

** SPECTRUM DISPLAY/EDIT **

FRN 5025
1ST SC/PG: 190
X= 1.00 Y= 1.00

PLANTATION FRACTION II

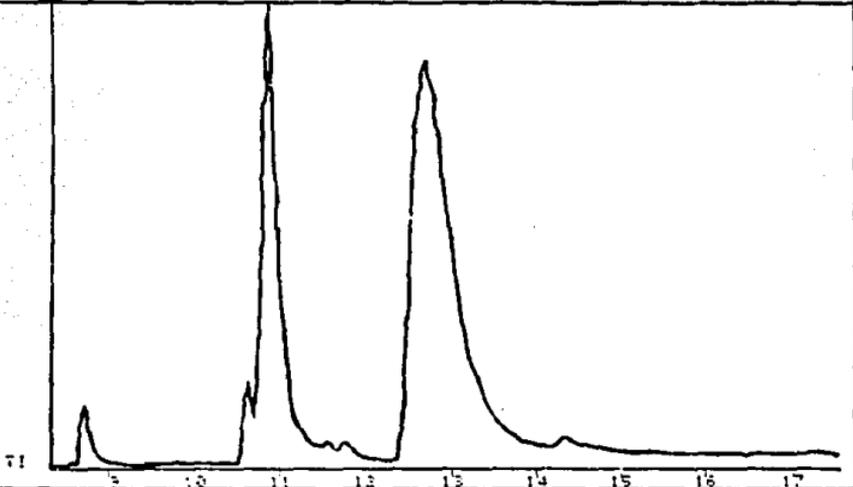


DR PENE C2

-- SPECTRUM DISPLAY/EDIT --

FUD FRACTION I

FRN 5024
1ST SC/PG: 212
X= 1.00 Y= 1.00

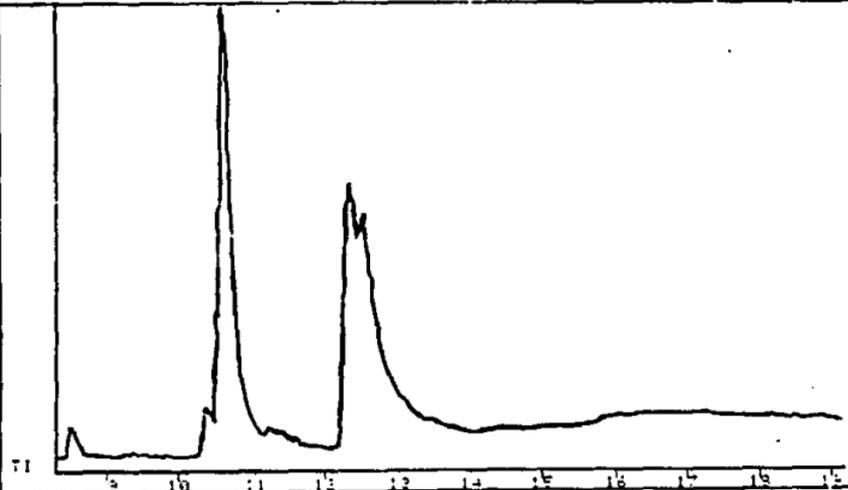


DR PENE D2
T1=150 rate=10 T2=230

-- SPECTRUM DISPLAY/EDIT --

FUD FRACTION II

FRN 5021
1ST SC/PG: 179
X= 1.00 Y= 1.00

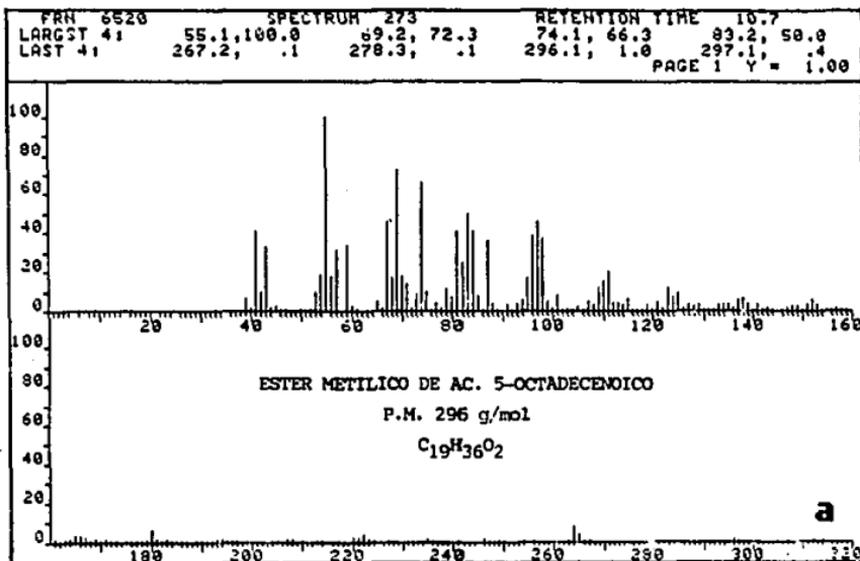


APENDICE B

ESPECTROS DE MASAS

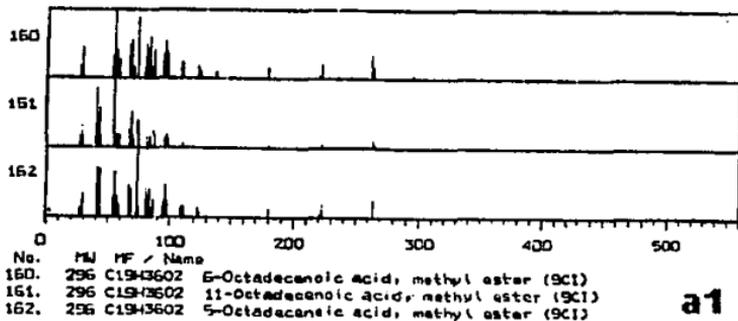
ESPECTROS DE MASAS

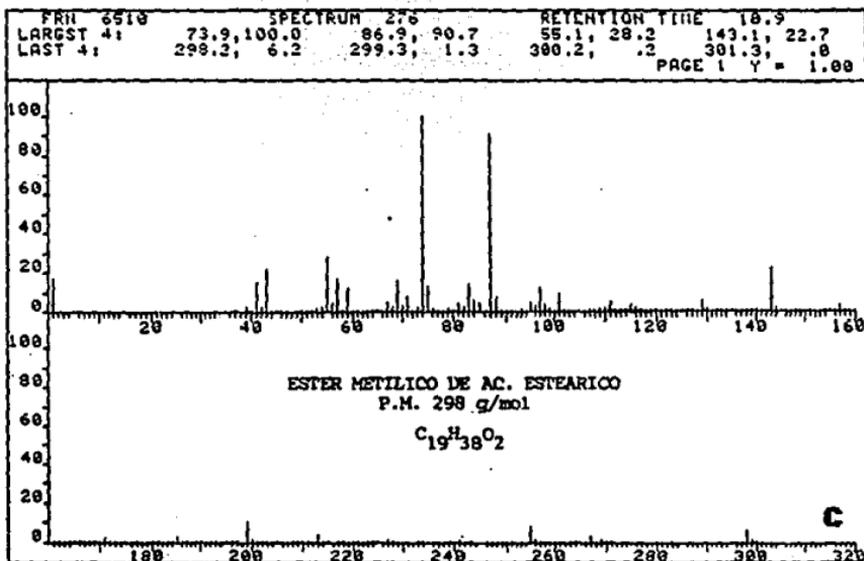
ESPECTRO	INDEX DE LA COMPUTADORA	ESTER METILICO	P.M. (g/mol)
a	a ₁	5-octadecenoico	296
b	b ₁	Ac. Oleico	282
c	c ₁	Ac. Estearico	298
d	d ₁	Ac. Petroselinico	296
e	e ₁	Ac. Miristico	242
f	f ₁	Ac. 2,4,6-TMD	256
g	g ₁	Ac. Palmítico	270
h	h ₁	Ac. Linoleico	280



Index Search Results

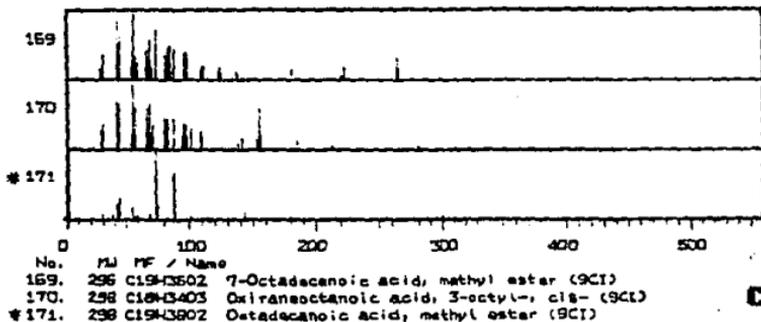
1. Class: 9

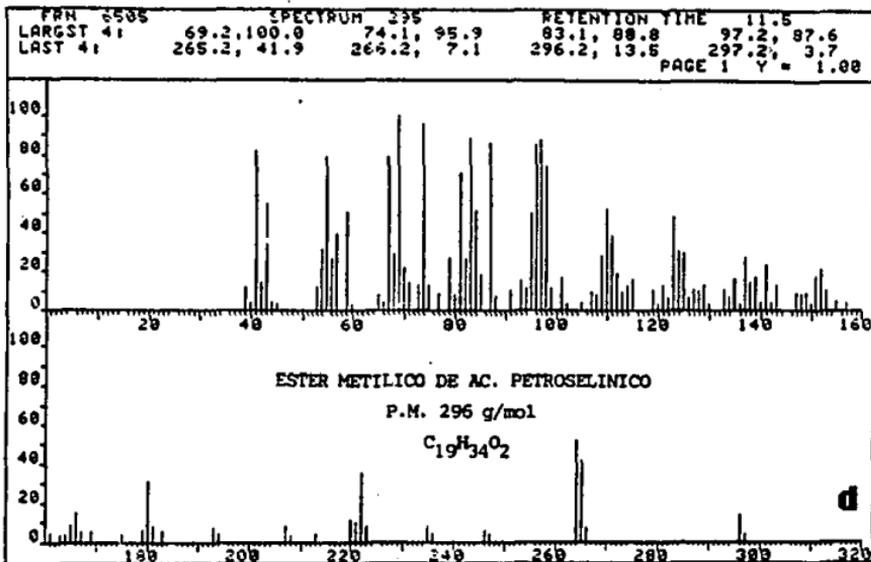




Index Search Results

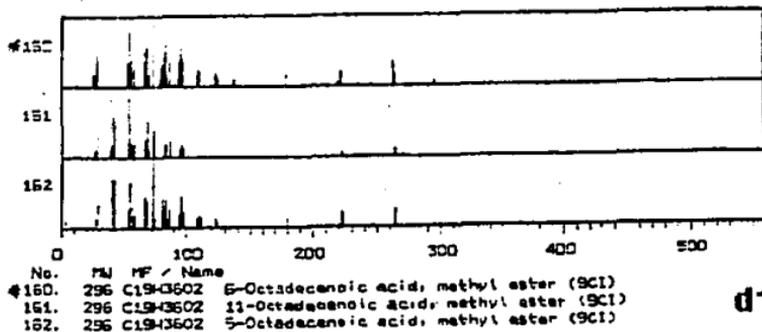
1. CLASS: 9

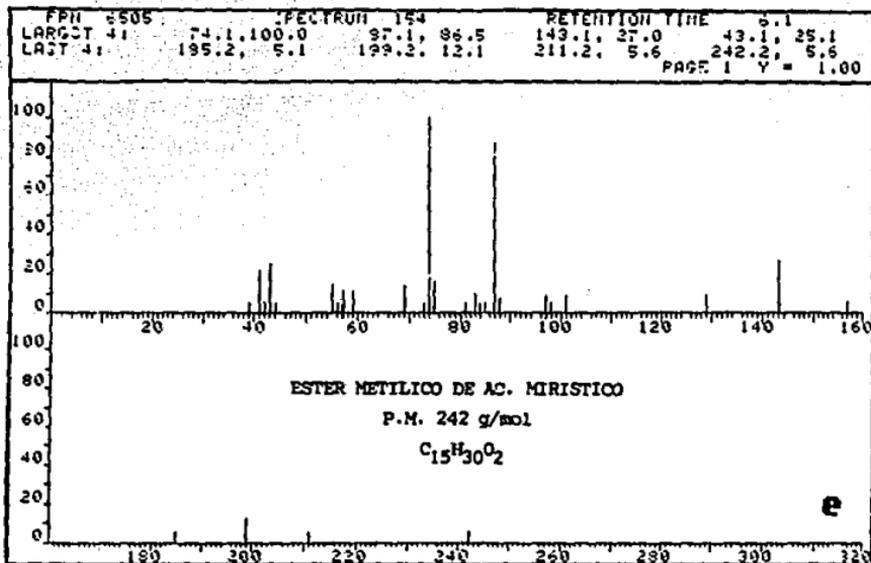




Inox Search Results

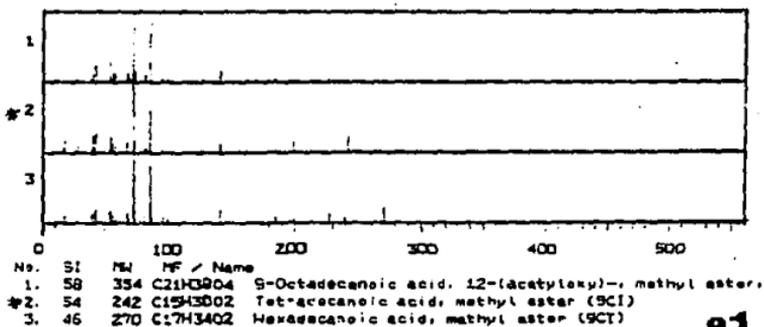
L.Class: 9





Index Search Results

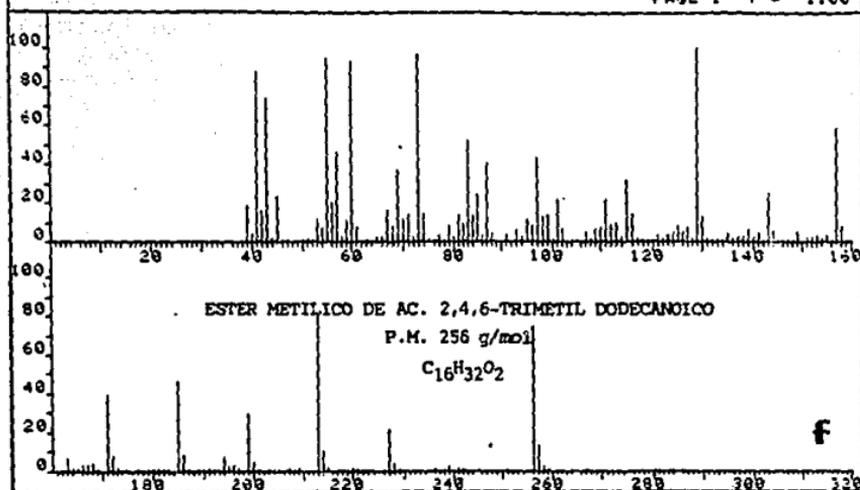
1. Clase: 0



e1

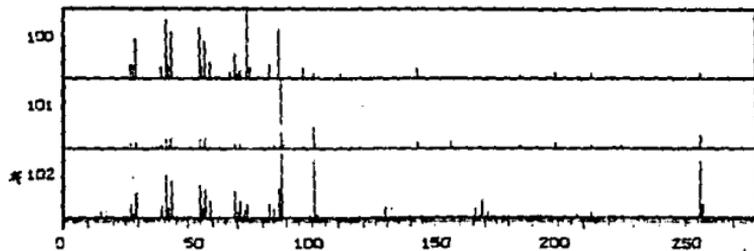
ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

FW 6530	SPECTRUM 156		RETENTION TIME 10.1	
LARGST 41	129.1, 100.0	73.0, 96.9	55.1, 94.7	60.1, 93.7
LAFT 41	264.2, .7	266.9, .4	231.2, .4	294.2, .4
				PAGE 1 Y = 1.00



Index Search Results

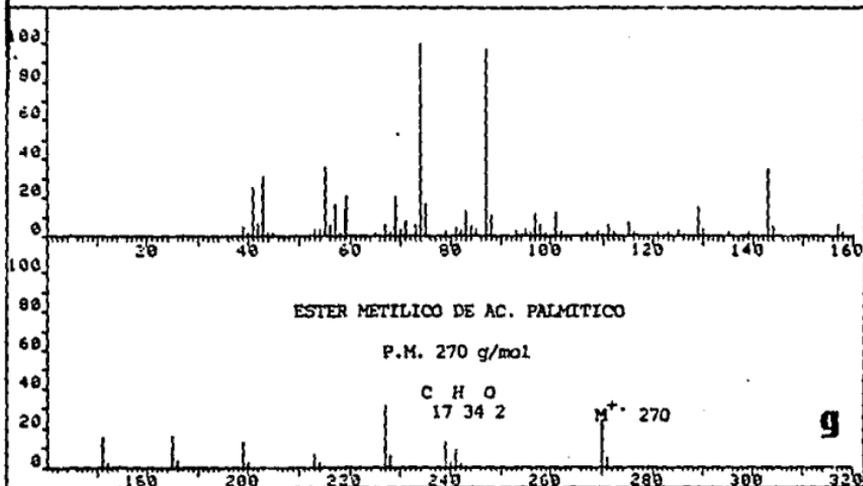
1. Class: 9



No.	MW	MF	Name
100.	256	$C_{16}H_{32}O_2$	Tetradecanoic acid, 12-methyl-, methyl ester (9C19C1)
101.	256	$C_{16}H_{32}O_2$	Tetradecanoic acid, 2-methyl-, methyl ester (9C1)
102.	256	$C_{16}H_{32}O_2$	Dodecanoic acid, 2,4,6-trimethyl-, methyl ester (9C1)

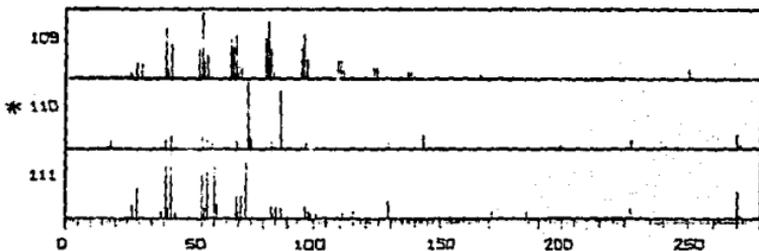
f1

FRN 6505	SPECTRUM 229	RETENTION TIME 9.8
LAPGST 4: 74.1, 100.0	37.1, 36.8	55.1, 35.7 143.1, 34.6
LAST 4: 241.2, 9.9	242.2, 1.6	270.2, 23.4 271.3, 4.3
		PAGE 1 Y = 1.00



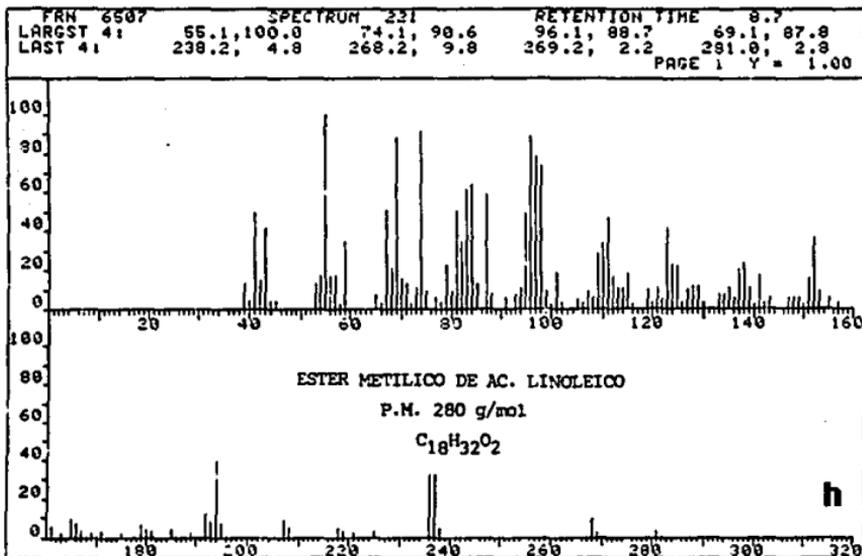
Index Search Results

1. Class: 9



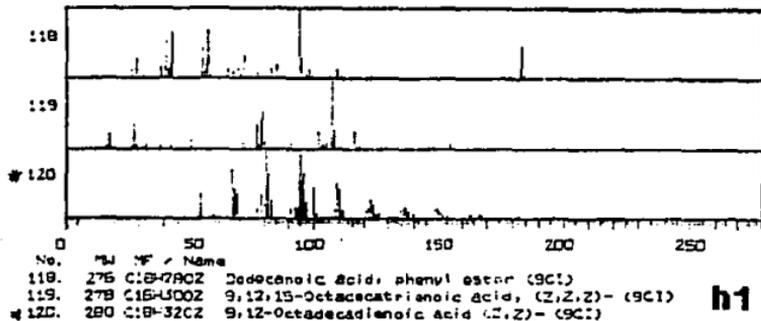
No.	MW	MF	Name
109.	268	C18H36O	9-Octadecen-1-ol, (Z)- (BC19C1)
*110.	270	C17H34O2	Heptadecanoic acid, methyl ester (BC1)
111.	270	C17H34O2	Heptadecanoic acid (BC19C1)

91



Index Search Results

1. Class: 9



REFERENCIAS

REFERENCIAS

- 1.-Paltrinieri G. *Elaboración de productos cárnicos*; Ed. Trillas, (1983), México, D. F. pp 35-50
- 2.-Brekke C., Cures for your cured meat and sausage defects; *Meat Industry*, 6 (1984), pp 24-29.
- 3.-Warner F., Artículos crudos curados (Segunda parte); *Die Fleischerei*, 9 (1989).
- 4.-Shiffner E., *Cultivos Bacterianos en la industria cárnica*; Ed. Acribia, (1975), España. pp 16
- 5.-Friedrich K. y Hansgeorg, Cultivos Starter para embutido seco y jamón crudo; *Fleischwirts Español*, 1 (1988), pp38-48.
- 6.-Bacus J., Update: Meat fermentation 1984; *Food Technology*, 38 (1984) 6, pp 59-63.
- 7.-Smith J. L., Use of Starter cultures in meats; *J. Food Prot.*, 46 (11), pp 997-1006.
- 8.-Jones K., Susage Basics II; *Meat Industry*, 31 (1985) 11, pp 118.
- 9.-Escobar J. E., *Tecnología práctica de la carne*; Ed. Acribia, (1973), España. pp 38-40.
- 10.-Beltrán A., Determinación del enranciamiento del pescado mediante cromatografía de gases; *Alimentaria*, 2 (1990), pp 51-54.
- 11.-Gómez P., Influencia de la tecnología en el valor nutritivo de los alimentos; *Alimentaria*, 9 (1989), pp 11-18.
- 12.-Chasco M., Beriain M. J. y Bello J. Determinación de volátiles aldehídos por cromatografía de gases con espacio de cabeza en salamis, una contribución al control de calidad durante el proceso de curación; *Alimentaria*, 1-2 (1992), pp 33-37.

- 13.-Badui, *Química de los alimentos*, Ed. Alhambra Mexicana, (1981), México, D. F. pp 160-202.
- 14.-Kirschenbauer, *Grasas y aceites, química y tecnología*; Ed. Continental S. A., (1964), México, D. F. pp 18-24.
- 15.-Sulter C. H. and Watson J., *Biomedical applications in spectrometry*; Wiley-interscience, 4 (1990), New York.
- 16.-Busch G. L., *Mass spectrometry / mass spectrometry: principles and applications of tandem mass spectrometry*; VCH Publishers, (1988).
- 17.-Watson J. T., *Introduction to mass spectrometry*; Raven Press, (1985) New York.
- 18.-McLafferty F. W., *Tandem mass spectrometry*; Wiley-Interscience, (1983), New York.
- 19.-McDowell C. A., *Mass spectrometry*; McGraw-Hill, (1963), New York.
- 20.-Gaskell S., *Mass spectrometry in biomedical research*; Wiley-Interscience, (1986), New York.
- 21.-McFadden W., *Techniques of combined gas chromatography / mass spectrometry: applications in organic analysis*; Wiley-Interscience, (1973), New York.
- 22.-Harrison A. G., *Chemical ionization mass spectrometry*; CRC Press, (1983), Florida.
- 23.-McLafferty F. W., *Interpretation of mass spectra*; University Science Book, (1988), California.
- 24.-Karasek F. W., *Basic gas chromatography: mass spectrometry*; Elsevier, (1988), New York.
- 25.-Lyon P. A., *Desorption mass spectrometry, are SIMS and FAB the same?*; *American Chemical Society*, (1985), Washington.
- 26.-Berger G. and Macky C., *Isolation and identification of dry salami volatiles*; *J. Food Science*, 55 (1990) 5, pp 1239-1242.

- 27.-Jamieson, R. G., The analysis of oils and fats by chromatography; *The Journal of Chromatography*, 17 (1965), pp 230-237.
- 28.-Egan H. and Kirkr, *Análisis Químico de Pearson*, Ed. C.E.C.S.A., (1988), México, D. F. pp 546-547.
- 29.-*Producción, Análisis y control de grasas y aceites comestibles*, Ed. AMV. pp 152-154.
- 30.-USP XXI, (1985).
- 31.-Vandekerckhove P. and Demeyer D., Die zusammensetzung belgischer rohwrst (salami); *Fleischwirtschaft*, 55 (1975), pp 680-685.
- 32.-Mielgar J., Bello J. y Beriain M., Estudio de las modificaciones de las características químicas de los lípidos neutros del salami durante el proceso de curación; *Rev. Agroquim. Tecnol. Aliment.*, 30-3 (1990), pp363-370.
- 33.-McClockey J. A , *Topics in lipid chemistry*; 1 (1970). pp 369-440.
- 34.-Sheppard a. J., Calibration studies of gas chromatography systems for quantitative analysis of fatty acid methyl esters; *J. Gas Chrom.*, 6 (1968), 28-30.
- 35.-Sharkley A. G., Schultz J. L. and Friedel R. A.; *Anal. Chem.*, 31 (1959) 87.
- 36.-Rhyage R., Stenhagen E. and Arkiv K., 13 (1959), 523; *Ibid* 14, (1959), 483; *Ibid.* (1959), 497; *Ibid* 15, (1960), 291; *Ibid.* (1960), 333; *Ibid.* (1960), 545.
- 37.-McLafferty F. W., *Anal. Chem.*, 31 (1959), 82.
- 38.-Werner F., Artículos crudos curados (Primera parte); *Die Fleischerei*, 8 (1939) 28.