



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**COMPARACIÓN DE DOS METODOLOGÍAS PARA
DETERMINAR ÁCIDOS GRASOS LIBRES EN
SALVADO DE TRIGO SUJETO A EXTRUSIÓN**

**TESIS MANCOMUNADA
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
QUÍMICA DE ALIMENTOS**

P R E S E N T A N

**Jacqueline Cornejo Dávila
Sandra Angélica León Hernández**



México D.F.

2009



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.

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE: Dra. María del Carmen Durán Domínguez
VOCAL: Federico Galdeano Bienzobas
SECRETARIO: María de Lourdes Osnaya Suárez
1er. SUPLENTE: Karla Mercedes Días Gutiérrez
2° SUPLENTE: Fabiola González Olguín

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

LABORATORIO 301 DEL CONJUNTO E DE LA FACULTAD DE QUÍMICA DE LA UNAM

ASESOR DEL TEMA:

DRA. EN ING. MARÍA DEL CARMEN
DURÁN DOMÍNGUEZ DE BAZÚA

SUPERVISOR TÉCNICO DEL TEMA:

DR. SALVADOR ALEJANDRO SÁNCHEZ
TOVAR

SUSTENTANTE:

JACQUELINE CORNEJO DÁVILA

SUSTENTANTE:

SANDRA ANGÉLICA LEÓN HERNÁNDEZ

Agradecimientos

A la Universidad Nacional Autónoma de México, por dejarme ser parte de esta gran familia, que nos cobija y nos prepara integralmente como profesionista y como persona.

A la Facultad de Química por enseñarme todo lo que sé, por ser testigo de todas las desveladas, éxitos y fracasos.

A la Dra. María del Carmen Durán Domínguez de Bazúa, por brindarnos todas las facilidades para realizar esta investigación, por compartir sus conocimientos y su apoyo durante este tiempo en el laboratorio.

Al Dr. Salvador Sánchez Tovar, por ayudarnos en la experimentación, sus comentarios y tiempo.

A familiares y amigos

A ese ser que siempre me cuida y me guía.

A mi mamá y mi papá, gracias por todo lo que me han dado, por darme una familia, por que gracias a su esfuerzo y sacrificio, veo realizada una de mis metas, gracias por la educación, la confianza, sus consejos, que me han dado, por hacerme la persona que soy, por ser el pilar más grande en mi vida. Los adoro

A mi hermano Oswaldo ¡enano!, gracias por hacerme en ocasiones la vida difícil, por hacerme reír, enojar, por complacer mis caprichos y soportar mi mal genio, es muy agradable compartir el mismo techo contigo. Gracias por ser mi niño. Te quiero mucho.

A mi abue Angelita, por educarme, consentirme, por darme su tiempo, sus consejos como a una hija, cuidarme y que se que lo sigue haciendo, se que estarías orgullosa de mi, gracias por se otra mamá para mi. Te extraño.

A mis mejores amigas Jacke, Cris, Mariana, por ser parte importante en mi vida, por que hemos logrado muchas cosas juntas, por ese apoyo y ayuda que siempre me han dado, por que me han acompañado en momentos alegres y tristes, gracias por abrirme la puerta de su casa, por que esos consejos y regaños me han hecho levantar la cara muchas veces. Las quiero niñas.

A mis amigos Samuel, Esteban, Odin, gracias por reír conmigo, por su ayuda y confianza.

A mí querido profesor y amigo Agustín Reyó por adoptarnos y ayudarnos con esta investigación, por sus conocimientos, consejos, y tiempo, gracias por escucharme, preocuparte por mí y darme ánimos.

A ti FJRM por que eres parte importante, por que cambiaste mi rumbo, mi espacio, gracias por esas gomitas y bombones, me quede esperando ecos que no volverán, pero poder decir adiós es crecer. TQM

A todos mis compañeros del laboratorio 301 del conjunto E, Benja, Irina, señora Oti, Omar, Cuquis, Amalia, gracias por el apoyo y los buenos momentos.

A ti mi compañera de este trabajo, amiga y hermana por que nos costo mucho esfuerzo, por el empeño dado, tu confianza y por no soltarme de la mano, Muchas gracias. ¡Lo hicimos!

“Por mi raza hablará el espíritu”
Sandra Angélica León Hernández

AGRADECIMIENTOS Y DEDICATORIAS

Quiero dedicarles este trabajo de meses a todas esas personas especiales, que saben que son y serán siempre parte de mi.

Mis padres: mi mamá y mi papá por estar conmigo siempre y brindarme sus palabras y sus enseñanzas. Mi hermano Vic que siempre me hace reír y también me cura, el doc. Toda mi familia, mis tres abuelitos: mi abue Yolita, mi abue Gloria y Don Fer, mis tíos a mi tía Ale, mi tía Norma, mi primita Thalís y a todos mis primos!

A la Doctora María del Carmen Durán Domínguez de Bazúa por asesorarnos a lo largo de la tesis, por compartir su conocimiento e inspirar en mi mucha admiración. Así como al personal del PIQAYQA por su apoyo.

Al Doctor Salvador Sánchez Tovar por ayudarnos a lo largo de la tesis desinteresadamente y brindarnos momentos que quedaran siempre grabados, como ese día de 24 horas de trabajo y a Cuquis porque siempre estuvo con nosotros.

Mis amigas: Cris y Mari mis niñas consentidas que quiero tanto. A ti Prim, por aguantarme, sabes que sin ti esto no hubiera sido, estos años con ustedes fueron increíbles, gracias por todo amigas.

¡A mis amigos de la fac! Dieguito, Esteban, Erik, Eddy y a todos los químicos y químicas que he conocido y a todas esas personitas del labo 301.

Un agradecimiento especial merece Agustín Reyó porque mas que un profesor se comportó como un amigo, gracias por tu colaboración, paciencia, apoyo, ayuda y por escucharnos y aconsejarnos siempre.

A Odino, porque eres parte de mi, porque siempre has sabido como ayudarme, sabes que decirme en momentos difíciles y me haces reír cuando ya no puedo más. Eres todo lo que quiero, eres increíble!

Y a todas esas personas que han formado parte de mi vida, parte de mi educación, de mi enseñanza, de mis triunfos, alegrías y momentos tristes.

Este trabajo es gracias a su apoyo y cooperación desinteresada. ¡Gracias a todos! Gracias por ayudarme a lograrlo ¡Los quiero mucho!

“Por mi raza hablará el espíritu”
Jacqueline Cornejo Dávila

ÍNDICE

| | Página |
|---|--------|
| Resumen | 7 |
| Capítulo I. Introducción | 8 |
| I.1 Introducción | 8 |
| I.2 Hipótesis | 9 |
| I.3 Objetivo y metas | 9 |
| I.3.1 Objetivo general | 9 |
| I.3.2 Metas | 9 |
| Capítulo II. Antecedentes | 10 |
| II.1 El grano de trigo | 10 |
| II.1.1 Estructura y composición | 10 |
| II.1.1.1 Composición química | 11 |
| II.1.1.2 Composición vitamínica | 12 |
| II.1.1.3 Composición mineral | 12 |
| II.1.2 Clasificación del trigo | 13 |
| II.1.3 Zonas de producción de trigo en el mundo | 14 |
| II.1.3.1 Producción de granos en México | 15 |
| II.1.3.2 Zonas de producción de trigo en México | 16 |
| II.1.3.3 Valores de producción de trigo en México | 18 |
| II.1.4 Molienda del trigo | 19 |
| II.2 Salvado de trigo | 20 |
| II.2.1 Características y composición del salvado de trigo | 20 |
| II.3 Rancidez oxidativa y cómo afecta a los alimentos | 21 |
| II.3.1 Ácidos grasos | 21 |
| II.3.2 Ácidos grasos esenciales (AGE) | 22 |
| II.3.3 Ácidos grasos libres | 22 |
| II.3.4 Lipasas | 23 |
| II.4 Extrusión | 23 |
| II.4.1 Características generales del proceso de extrusión | 24 |
| II.4.2 Componentes del proceso de extrusión | 25 |
| Capítulo III. Metodología | 27 |
| III.1 Actividades | 27 |
| III.2 Materiales y reactivos | 27 |
| III.3 Metodología experimental | 28 |
| III.3.1 Extrusión | 28 |
| III.3.2 Extracción de la grasa | 29 |

| | Página |
|--|--------|
| III.3.3 Medición del incremento de ácidos grasos libres | 30 |
| III.3.3.1 Método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry-Tinsley (MREM) | 30 |
| III.3.3.2 Método oficial AOCS Ca 5a-40 (1997) | 31 |
| III.4 Análisis estadístico | 31 |
| Capítulo IV. Resultados y discusión | 32 |
| IV.1 Análisis bromatológico | 32 |
| IV.2 Análisis del aceite de salvado de trigo | 33 |
| IV.3 Extrusión | 34 |
| IV.4 Medición del incremento de los ácidos grasos libres (AGL) | 36 |
| IV.5 Análisis estadístico de los datos | 41 |
| Capítulo V. Conclusiones y recomendaciones | 43 |
| V.1. Conclusiones | 43 |
| V.2. Recomendaciones | 44 |
| Apéndice | 46 |
| Anexo A.1 Resultados y datos experimentales | 46 |
| A.1.1 Curva patrón de ácido oleico | 46 |
| A.1.2 Incremento de ácidos grasos libres | 46 |
| Anexo A.2 Análisis bromatológico | 58 |
| A.2.1 Determinación de humedad | 58 |
| A.2.2 Determinación de cenizas | 58 |
| A.2.3 Determinación de proteína | 58 |
| A.2.4 Determinación de fibra | 59 |
| A.2.5 Determinación de lípidos | 59 |
| Anexo A.3 Acervo fotográfico | 61 |
| Anexo A.4 Análisis estadístico | 62 |
| Bibliografía | 64 |

Índice de Tablas, Figuras y Diagramas

| | | |
|-------------|---|----|
| Tabla 2.1. | Composición química del grano de trigo (Serna, 1996) | 11 |
| Tabla 2.2. | Composición vitamínica del trigo (Serna, 1996) | 12 |
| Tabla 2.3. | Composición mineral del trigo (Serna, 1996) | 13 |
| Tabla 2.4. | Clasificación del trigo (Serna, 1996) | 13 |
| Tabla 2.5. | Principales productores de trigo en el mundo 1980-2004 (FAO, 2008) | 15 |
| Tabla 2.6. | Producción de granos en México (SIAP-SAGARPA, 2008) | 16 |
| Tabla 2.7. | Producción de grano de trigo en México (SIAP-SAGARPA, 2008) | 18 |
| Tabla 2.8. | Datos de la literatura del análisis bromatológico del salvado de trigo (Egan y col., 2005) | 20 |
| Tabla 3.1. | Condiciones de extrusión para cada lote | 28 |
| Tabla 4.1. | Análisis bromatológico de la muestra del salvado de trigo, salvado de trigo extrudido (g/100g) y su comparación con datos de la literatura | 32 |
| Tabla 4.2. | Diferentes condiciones de extrusión | 34 |
| Tabla 4.3. | Resultados de las mediciones de AGL por el método oficial AOCS (1997) | 37 |
| Tabla 4.4. | Resultados de las mediciones de AGL por el método MREM | 40 |
| Tabla 4.5. | Comparación de uso de reactivos, tiempo de análisis y uso de material de vidrio lavado perfectamente para evitar interferencias entre los métodos de la AOCS (1997) y el MREM (método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry y Tinsley modificado por Escamilla y col., 2005) | 42 |
| Figura 2.1. | Esquema del grano de trigo (Modificado de Anónimo, 2007) | 10 |
| Figura 2.2. | Participación de los estados productores (Modificado de SIAP-SAGARPA, 2007) | 17 |
| Figura 2.3. | Proceso de molturación (Modificado de Wheat Flour Book, 2008) | 19 |
| Figura 2.4. | Hidrólisis del triacilglicerol (Modificado de Anónimo 2008) | 23 |
| Figura 2.5. | Esquema de un extrusor | 26 |
| Figura 3.1. | Diagrama de bloques general | 27 |
| Figura 3.2. | Metodología seguida para extrudir el salvado de trigo | 29 |

| | | |
|-----------------|---|--------|
| Figura 3.3. | Metodología seguida para la determinación de lípidos de las muestras de salvado de trigo por el método de lotes | 29 |
| | | Página |
| Figura 3.4. | Metodología seguida para evaluar el incremento de AGL, método MREM | 30 |
| Figura 3.5. | Metodología seguida para evaluar el incremento de AGL, método oficial AOCS (1997) | 31 |
| Figura 4.1. | Perfil de AGL en la muestra de salvado de trigo | 33 |
| Gráfica 4.1. | Porcentaje de AGL medidos por el método oficial AOCS (1997) expresados como ácido oleico | 37 |
| Gráfica 4.2. | Porcentaje de AGL medidos por el método MREM expresados como ácido oleico | 40 |
| Gráfica A.1.1 | Curva estándar de ácido oleico | 46 |
| Grafica A.1.2.1 | Porcentaje de AGL en el Lote A (salvado de trigo crudo) | 48 |
| Grafica A.1.2.2 | Porcentaje de AGL en el Lote B (salvado de trigo extrudido con 40% de humedad en b.s). | 50 |
| Grafica A.1.2.3 | Porcentaje de AGL en el Lote C (salvado de trigo extrudido con con HCl al 9%). | 52 |
| Grafica A.1.2.4 | Porcentaje de AGL en el Lote 1 (salvado de trigo crudo) | 56 |
| Grafica A.1.2.5 | Porcentaje de AGL en el Lote 2 (salvado de trigo extrudido con 40% de humedad en b.s). | 56 |
| Grafica A.1.2.6 | Porcentaje de AGL en el Lote 3 (salvado de trigo extrudido con HCl al 9% en b.s). | 57 |

RESUMEN

Uno de los principales problemas para los productores de cereales, actualmente, es la falta de un comercio justo. Debido a esto, se necesitan buscar opciones en cuanto al procesamiento y a buscar diversos usos de los subproductos que se obtienen para la fabricación de harinas, como es el caso del trigo, del cual se obtienen subproductos que son destinados principalmente a la alimentación animal o como forraje. A pesar de que el salvado de trigo, que es un subproducto de alto valor alimenticio, no es aprovechado porque los ácidos grasos que contiene se enrancian muy rápidamente. Esta investigación se enfoca en la comparación de un método espectrofotométrico para detectar el incremento de los ácidos grasos libres, los cuales son un índice de la actividad lipolítica o de actividad hidrolítica, con los resultados obtenidos del método oficial de la Sociedad Americana de Químicos de Aceites de los Estados Unidos (American Oil Chemists Society, AOCS, por su nombre en inglés) denominado Ca 5a-40 para determinar ácidos grasos libres. En esta investigación se empleó una metodología previamente utilizada que retrasa el deterioro lipídico: La extrusión. En este proyecto se compararon estas dos metodologías analíticas manteniendo las siguientes condiciones de extrusión: Adición de agua para tener un contenido de humedad inicial de las muestras de 40%, adición de HCl a 9% en b.s., temperatura de extrusión de 300°C. Se usó como control salvado de trigo sin extrudir (crudo). Los resultados obtenidos indican que no existe diferencia significativa entre los métodos sometidos a estudio. Se encontraron buenas correlaciones entre los métodos empleados (r^2 de 0.99), por lo que, puede emplearse el método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry-Tinsley (MREM) para determinar ácidos grasos libres.

Palabras clave: Extrusión ácida, salvado de trigo, ácidos grasos libres, método de la AOCS Ca 5a-40, método espectrofotométrico

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

I.1. INTRODUCCIÓN

Debido a la necesidad de lograr un aprovechamiento integral de los cereales, las tecnologías y su uso en el procesamiento de los mismos es de vital importancia. La industria de los alimentos juega un papel importante para desarrollar procesos de elaboración eficientes y que solucionen el desabasto y la malnutrición en el país.

Uno de los cereales que más se comercializa es el trigo, pero los procesos de obtención de harina producen subproductos que son desechados o utilizados en alimentación animal y, muy esporádicamente, en alimentos “naturistas”.

Es el caso del salvado de trigo, que es la capa externa del grano de trigo que, por tamizado, puede separarse de los demás productos de la molienda es, en su mayor parte, fibra insoluble. Por lo tanto, es un alimento que aumenta de volumen por su capacidad de absorber agua y cuando se consume en las dietas altas en fibra, incrementa el volumen de los bolos alimenticios y fecal (Serna, 1996).

Buscando una forma de retrasar el deterioro de este subproducto para que pueda ser empleado en la alimentación humana, en esta investigación se lleva a cabo la estabilización de la materia prima por medio del proceso de extrusión ácida considerando las condiciones ya establecidas en un trabajo previo aplicado a otro tipo de salvado, el de arroz, en el que se modificaron las variables de acidez y temperatura, usando sosa y ácido clorhídrico y unas resistencias eléctricas en el extrusor, así como controlando las condiciones de contenido de agua inicial (Escamilla y Varela, 2005; Escamilla-Castillo y col., 2005).

Para comparar el efecto de la extrusión del salvado de trigo se emplearán dos metodologías analíticas para determinar la cantidad de ácidos grasos libres en la muestra siendo éstos, un índice de la rancidez de la muestra.

Se uso como control el salvado en su forma cruda. Los métodos analíticos que se comparan son el método estandarizado de la Sociedad Americana de Químicos de Aceites de los Estados Unidos (*American Oil Chemists Society*, AOCS, por su nombre en inglés) AOCS Ca 5a-40 para la determinación de ácidos grasos libres con el método espectrofotométrico implementado por Escamilla y Varela (2005).

I.2. HIPÓTESIS

- Sí es posible emplear el método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry-Tinsley (MREM) para la determinación de ácidos grasos libres para evaluar muestras de salvado de trigo extrudidas ácidamente, así como muestras de salvado sin procesar.

I.3 OBJETIVO Y METAS

I.3.1. Objetivo general

- Comparar el método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry-Tinsley (MREM) para la determinación de ácidos grasos libres, AGL, en el salvado de trigo con el método oficial de la AOCS Ca 5a-40

I.3.2. Metas

- Comparación de los dos métodos (AOCS y MRCM) mediante un análisis estadístico (t-Student)
- Determinación de posibles variaciones significativas de los experimentos por medio de un análisis de correlación (r^2)

CAPÍTULO II. ANTECEDENTES

II.1 El grano de trigo

Todos los granos son similares estructuralmente. La carióspside del grano está compuesta de tres partes: el germen, el endospermo y el salvado.

II.1.1 Estructura y composición

Los granos enteros, tal como el grano de trigo, contienen las tres partes de la semilla, incluyendo el salvado y el germen (Figura 2.1).

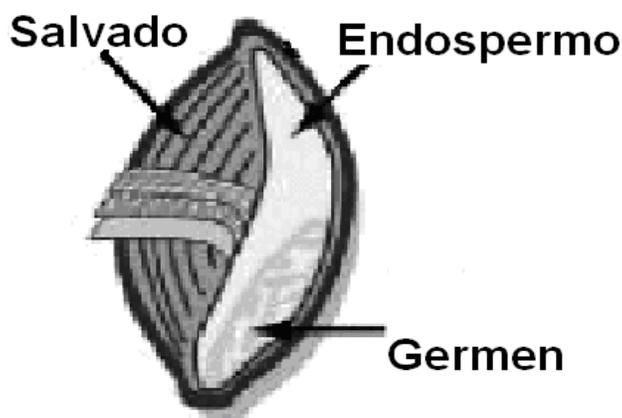


Figura 2.1. Esquema del grano de trigo (Modificado de Anónimo, 2007)

El **germen o embrión** es la parte interna de la carióspside localizada en el extremo inferior de la misma. Constituye aproximadamente el 2.5% de la semilla y es donde comienza la germinación cuando una nueva planta comienza a crecer. El germen es el componente de la semilla con el porcentaje más alto de lípidos, conteniendo 6-10% de lípidos. La presencia de lípidos puede causar el enranciamiento de la semilla por acción de la enzima lipoxidasa o por enranciamiento oxidativo no enzimático.

El **endospermo** es principalmente almidón, mantenido por una matriz proteínica. Es el componente de la semilla que es más pobre en grasa, conteniendo hasta 1.5% de los lípidos de la semilla, y con menor cantidad de fibra que el salvado.

El endospermo contiene la mayor parte de la proteína, hidratos de carbono y hierro, así como la mayoría de las vitaminas B, tal como riboflavina, niacina y tiamina. Es también una fuente de fibra soluble.

El **salvado** es la cubierta externa de una cariósida, formado por varias capas, que ofrece protección a la semilla, constituido por la capa externa del pericarpio y una capa interna que incluye la cubierta de la semilla. Se elimina por abrasión en el proceso de molturación y se usa para la alimentación animal. Representa aproximadamente 14.5% de la semilla. Contiene 19% de proteína, 3.5% de lípidos y minerales tales como hierro y grandes cantidades de las tres vitaminas B mencionadas anteriormente (Vaclavik, 2002.)

El salvado tiene un alto contenido de fibra, proporcionando la celulosa y hemicelulosa.

II.1.1.1 Composición química

El grano maduro está formado por hidratos de carbono, lípidos, proteínas, fibra, sales minerales y vitaminas, los cuales son componentes básicos para una dieta humana (Tabla 2.1).

Tabla 2.1. Composición química del grano de trigo^a (Serna, 1996)

| Trigo | Proteína (%) | Lípidos (%) | Fibra (%) | Cenizas (%) | Hidratos de carbono (%) ^b |
|--------------------------------------|--------------|-------------|-----------|-------------|--------------------------------------|
| Panadero <i>Triticum aestivum</i> | 14.4 | 2.3 | 2.9 | 1.9 | 78.5 |
| | 11.5-17.0 | 1.8-2.8 | 2.8-3.0 | 1.8-2.0 | 75.2-82.1 |
| Suave | 9.9 | 2.8 | 2.7 | 1.7 | 82.9 |
| | 8.0-12.0 | 2.6-2.9 | 2.5-2.8 | 1.8-1.9 | 80.4-85.1 |
| Cristalino <i>Triticum durum</i> | 13.2 | 2.8 | 2.8 | 2.0 | 79.2 |
| | 12.0-15.6 | 1.8-3.8 | 2.4-3.1 | 1.8-2.1 | 75.4-82.0 |

^a Los valores están expresados en materia seca. El número superior indica el valor promedio y el inferior indica al intervalo en el cual se encuentran generalmente los valores

^b Por diferencia

II.1.1.2 Composición vitamínica

El trigo es rico en vitaminas del complejo B, como la Tiamina (B1), Riboflavina (B2) y Niacina (B3). Las vitaminas B (hidrosolubles) y la vitamina E (liposoluble) que son de vital importancia para nuestro cuerpo (Tabla 2.2).

La vitamina B participa en el equilibrio nervioso de nuestro cuerpo, la B1 (Tiamina) se encuentra sobre todo en el escutelo del grano y la falta de esta vitamina produce la enfermedad conocida como Beri-Beri (Calaveras, 2004).

La vitamina B6 (Piridoxina) se encuentra sobre todo en la aleurona y el germen.

La vitamina E está en su mayoría en el germen, ayuda al buen funcionamiento de los músculos y su falta altera la fertilidad humana (Calaveras, 2004).

Tabla 2.2. Composición vitamínica del trigo (Serna, 1996)

| Vitamina | Trigo panadero <i>Triticum aestivum</i> | Trigo cristalino <i>Triticum durum</i> |
|----------------------------|--|---|
| Tiamina (B1) mg/g | 0.57 | 0.67 |
| Riboflavina (B2) mg/g | 0.12 | 0.11 |
| Niacina (B3)mg/g | 7.40 | 11.10 |
| Piridoxina (B6) mg/g | 0.35 | 0.43 |
| Ácido pantoteico (B5) mg/g | 1.36 | - |
| Biotina (B8) mg/g | 0.01 | - |
| Folacina mg/g | - | - |
| Carotenos mg/kg | 0.20 | 0.15 |
| Tocoferoles mg/kg | 0.45 | 0.28 |

II.1.1.3 Composición mineral

Los cereales son considerados una fuente importante de algunos minerales; sin embargo, durante el proceso de molienda éstos se pierden debido a que se encuentran principalmente en las capas exteriores del grano. Ésta es la razón por la cual los productos de molienda son

enriquecidos. En el trigo, el porcentaje total de los minerales es de 1.8%, aproximadamente (Tabla 2.3).

Tabla 2.3. Composición mineral del trigo (Serna, 1996)

| Mineral | Trigo panadero <i>Triticum aestivum</i> | Trigo cristalino <i>Triticum durum</i> |
|---------|--|---|
| Ca % | 0.03 | 0.04 |
| P % | 0.35 | 0.51 |
| K % | 0.36 | 0.49 |
| Na % | 0.04 | - |
| Mg % | 0.14 | 0.17 |
| Fe ppm | 40.10 | 47.80 |
| Co ppm | 0.05 | - |
| Cu ppm | 4.90 | 5.60 |
| Mn ppm | 40.00 | 33.50 |
| Zn ppm | 30.90 | 41.00 |

II.1.2 Clasificación del trigo

Existen diversos sistemas para clasificar a los granos en todo el mundo y el grano de trigo es uno de los que cuenta con más sistemas de clasificación debido a sus diferentes usos terminales. En México se emplea una clasificación basada en la funcionalidad del gluten, por lo que se emplean cinco grupos de clasificación, mostrados en la Tabla 2.4 (Serna, 1996).

Tabla 2.4. Clasificación del trigo (Serna, 1996)

| Grupo | Denominación | Características |
|-------|--------------|--|
| I | Fuerte | Gluten fuerte y elástico apto para la industria mecanizada de panificación. Utilizados para mejorar la calidad de trigos débiles |
| II | Medio-Fuerte | Gluten medio-fuerte usado en la industria artesana de panificación |
| III | Suave | Gluten débil o suave, extensible, usado en la industria galletera. Se utiliza para mejorar propiedades de trigos tenaces |
| IV | Tenaz | Gluten corto o poco extensible pero tenaz, apto para la industria pastelera y galletera |
| V | Cristalino | Gluten corto y tenaz, apto para la industria de pastas y sopas |

Los sistemas varían en su grado de sofisticación, ya que en algunos países de economías emergentes no cuentan con un sistema oficial de clasificación y sólo realizan pruebas básicas de humedad e inspección visual. Esto trae problemas al momento de exportar el grano, debido a que países como Estados Unidos que cuenta con el sistema más conocido basado en el grado y la clase, tienen parámetros de calidad ya establecidos basados en sus sistemas de clasificación.

II.1.3 Zonas de producción de trigo en el mundo

Los cereales han sido el sustento del planeta, ya que son los mayores aportadores de alimento para la raza humana. Son cultivados y fácilmente adaptables al medio ambiente.

La gran mayoría de los nutrientes que consume el hombre proviene de los cereales, como son: trigo, arroz y maíz seguido de los tubérculos, frutas, verduras y leguminosas.

El trigo es, junto con el arroz, un alimento básico de la alimentación. Una tercera parte de la población mundial depende principalmente de su cultivo (Serna, 1996).

La producción promedio anual de trigo en el mundo asciende a 500 millones de toneladas (Tabla 2.5). China produce el 19%, Estados Unidos y la India el 11% respectivamente, Francia y Rusia el 6% cada uno y Canadá y Australia el 4%. En conjunto dichas naciones producen el 62% y los tres principales países el 42% (Serna, 1996).

En el comercio mundial de trigo no predominan los principales países productores (China e India), ocupando su lugar Estados Unidos quien tiene el tercer lugar como productor pero el primero como exportador, por lo que su dinámica de ventas al exterior determina en buena medida el comportamiento del mercado mundial (SIAP-SAGARPA, 2007).

Tabla 2.5. Principales productores de trigo en el mundo 1980-2004
(FAO, 2008)

| Productores de trigo en el mundo (%) | | | |
|--|------------------|------------------|------------------|
| | 1980-1990 | 1991-2000 | 2001-2004 |
| China | 16.4 | 18.6 | 15.4 |
| India | 8.8 | 11.2 | 11.9 |
| Estados Unidos de América | 12.7 | 11.0 | 9.4 |
| Federación de Rusia/ URSS | 15.7 | 5.7 | 7.4 |
| Francia | 5.6 | 6.0 | 6.0 |
| Alemania | 2.7 | 3.2 | 3.8 |
| Canadá | 5.0 | 4.7 | 3.6 |
| Australia | 3.0 | 3.1 | 3.5 |
| Turquía | 3.5 | 3.4 | 3.3 |
| Pakistán | 2.5 | 3.0 | 3.2 |
| Suma del % de los 10 principales | 75.8 | 69.9 | 67.6 |
| Producción mundial de trigo (miles de toneladas) | 509,233 | 571,092 | 586,516 |

II.1.3.1 Producción de granos en México

La producción de granos básicos la componen: el maíz, trigo, frijol, arroz, cebada, sorgo, entre otros. Estos granos han representado desde los años cuarenta la mayor parte de la producción básica nacional.

El cereal de mayor producción en México es el maíz, representando más del 50% del total de la producción de los granos básicos.

El trigo y el sorgo son los segundos granos en importancia, su producción dentro del país es del 13.7-10% dentro de los cereales básicos (Tabla 2.6).

Tabla 2.6. Producción de granos en México (SIAP-SAGARPA, 2008)

| Año de producción 2005 | | | | | | |
|---|---------------------------------|----------------------------------|------------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|------------------------------------|
| Resumen nacional (Año agrícola y perennes, riego + temporal) | | | | | | |
| | Superficie sembrada (ha) | Superficie cosechada (ha) | Volumen de producción (Ton) | Valor de producción (\$) | Rendimiento (Ton/ha) | Precio medio rural (\$/Ton) |
| Arroz palay | 64,610.47 | 57,479.22 | 291,149.04 | - | 5.07 | 1,903.65 |
| Avena grano | 83,591.00 | 76,509.00 | 127,085.85 | - | 1.66 | 2,171.57 |
| Cebada | 332,700.15 | 306,093.15 | 760,685.73 | | 2.49 | 1,783.17 |
| Centeno grano | 25 | 25 | 27.5 | 82,500.00 | 1.1 | 3,000.00 |
| Frijol | 1,746,020.42 | 1,261,220.33 | 826,892.07 | - | 0.66 | 6,902.57 |
| Garbanzo grano | 110,105.91 | 97,750.91 | 133,975.82 | - | 1.37 | 7,113.71 |
| Maíz grano | 7,978,603.37 | 6,605,614.33 | - | - | 2.93 | 1,577.93 |
| Trigo | 654,193.52 | 634,547.84 | 3,015,177.23 | - | 4.75 | - |
| Sorgo grano | 1,901,246.70 | 1,599,234.94 | 5,524,384.45 | - | 3.45 | 1,195.99 |
| Soya | 106,161.96 | 96,061.21 | 187,016.48 | - | 1.95 | 2,295.98 |

SIAP (Servicio de información Agroalimentaria y Pesquera)

II.1.3.2 Zonas de producción de trigo en México

Los países desarrollados tienen un mayor consumo de trigo y los países en vías de desarrollo o de economías emergentes tienen un alto consumo de arroz. Como ya se mencionó arriba, después del maíz, el trigo es otro de los cereales importantes en la alimentación del ser humano en México.

Por su parte, el trigo es el cereal que más importancia tiene en cuanto a la producción de pan, pastas y galletas. Cabe destacar que el trigo tiene limitada su zona de crecimiento; sólo se cultiva en zonas elevadas; las zonas trigueras más importantes están de 800 a 1,300 metros sobre el nivel del mar. El trigo necesita de 15 a 24°C de calor para madurar, distribuidos entre 120 y 180 días (Serna, 1996).

La siembra de trigo se lleva al cabo durante los meses de septiembre a noviembre para obtener la cosecha de invierno, mientras que la siembra de febrero a marzo se cosecha para el ciclo de primavera.

En el territorio nacional las regiones Noroeste y Bajío son las principales productoras de trigo, siendo los estados de Sonora, Sinaloa, Baja California, Guanajuato, Michoacán y Jalisco (Figura 2.2). Estas regiones aportan en conjunto más de las tres cuartas partes del total nacional, Noroeste un 55% de la producción nacional del cereal y el Bajío el 28% (SIAP-SAGARPA, 2007).



Figura 2.2. Participación de los estados productores (Modificado de SIAP-SAGARPA, 2007)

II.1.3.3 Valores de producción de trigo en México

Según cifras del Servicio de Información Estadística Agroalimentaria y Pesquera (SIAP) de la Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación (SAGARPA), la producción total mexicana de trigo durante los últimos años (2000-2006) fue de 35.7 millones de toneladas, concentrándose cerca del 85% de la producción en los estados de Sonora (35%), Guanajuato (17.5%), Baja California (11.5%), Sinaloa (9.2%) Michoacán (6.4%) y Jalisco (4.4%).

La cosecha de trigo presentó un incremento del 20% en el valor de la producción durante los periodos de 2004 al 2006, respecto al periodo del 2000 al 2003, donde se presentó una disminución en la producción total del trigo.

Tabla 2.7. Producción de grano de trigo en México (SIAP-SAGARPA, 2008)

| Año de producción 2000 – 2006 | | | | | | |
|--|--------------------------|---------------------------|-----------------------------|--------------------------|----------------------|-----------------------------|
| Resumen nacional (Año agrícola y perennes, riego + temporal) | | | | | | |
| Año | Superficie sembrada (ha) | Superficie cosechada (ha) | Volumen de producción (Ton) | Valor de producción (\$) | Rendimiento (Ton/ha) | Precio medio rural (\$/Ton) |
| 2006 | 666,853.67 | 646,231.42 | 3,378,116.12 | - | 5.227 | 1,676.60 |
| 2005 | 654,193.52 | 634,547.84 | 3,015,177.23 | - | 4.752 | 1,623.46 |
| 2004 | 535,121.13 | 518,322.33 | 2,321,223.63 | - | 4.478 | 1,659.33 |
| 2003 | 623,259.92 | 604,658.93 | 2,715,772.32 | 3,850,857.759 | 4.491 | 1,417.96 |
| 2002 | 657,948.26 | 634,559.16 | 3,236,182.93 | 3,930,401,659.41 | 5.1 | 1,214.52 |
| 2001 | 695,880.95 | 687,248.20 | 3,275,458.75 | 4,012,166,331.96 | 4.766 | 1,224.92 |
| 2000 | 730,516.42 | 707,767.57 | 3,493,209.93 | - | 4.936 | 1,467.46 |

II.1.4 Molienda del trigo

La molienda del trigo tiene como objetivos principales la reducción del tamaño del grano, la separación de componentes del grano entre ellos los subproductos (Serna, 1996).

El proceso de molienda inicia con una operación de limpieza en la que se utilizan cribas para eliminar sustancias extrañas como suciedad, metales, residuos vegetales o piedras, también separan los granos de mala calidad (Figura 2.3).

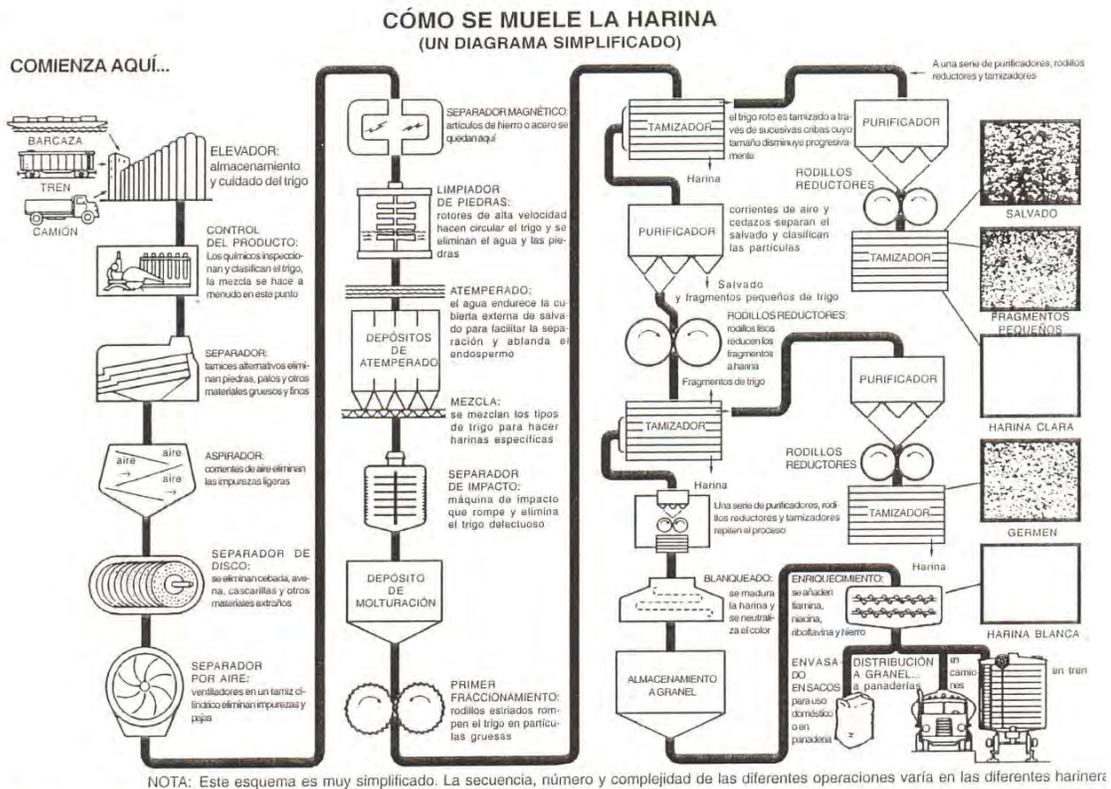


FIGURA 6.4 El proceso de molturación. (Fuente: Wheat Flour Institute)

Figura 2.3. Proceso de molturación (Modificado de Wheat Flour Book, 2008)

Posteriormente, es necesario un acondicionamiento o atemperado, que es un ajuste de la humedad para facilitar la separación de los componentes, es decir, al pericarpio del endospermo y suavizar el endospermo, para tener una reducción de su tamaño y obtener un mejor comportamiento de las fracciones durante el tamizado.

Se somete el grano a una ruptura o quebrado en el cual, dependiendo del tipo de grano de trigo, se utilizan diferentes equipos mecanizados con distintas características para obtener las fracciones: salvado, salvadillo, semolina y harina para trigos cristalinos o pasteros. En cambio, para el caso de los trigos harineros no se obtiene la semolina.

II.2 Salvado de trigo

El salvado de trigo es un subproducto que se obtiene durante el procesamiento de los granos de trigo para la obtención de harina.

Como se mencionaba antes, el consumo de granos refinados y de alimentos elaborados con estos se relacionan con el aumento de peso, con enfermedades como la diabetes y la hipertensión; en cambio, comer alimentos ricos en fibra tiene un efecto benéfico ya que protege contra estas enfermedades.

II.2.1 Características y composición del salvado de trigo

El salvado de trigo, así como el germen, son ricos en vitaminas del complejo B (B1, B2, B3), vitamina E, ácido fólico, calcio, fósforo, zinc, cobre, hierro y fibra (Arias-García, 2006; Serna, 1996). Los datos de la composición química del salvado de trigo se muestran en la Tabla 2.5.

Tabla 2.8. Datos de la literatura del análisis bromatológico del salvado de trigo (Egan y col., 2005)

| Humedad % | Cenizas % | Proteína % | Lípidos % | Fibra % | Hidratos de carbono (Carbohidratos) % |
|--------------|--------------|---------------|--------------|------------|---|
| 14 | 4.0-6.0 | 12-16 | 3.0-4.0 | 9-12 | - |

II. 3 Rancidez oxidativa y cómo afecta a los alimentos

La oxidación de los componentes lipídicos de un alimento, conocida como rancidez oxidativa, es una de las reacciones que deteriora y afecta en forma más importante la calidad de un producto. El proceso de enranciamiento se debe principalmente a la oxidación atmosférica llamada auto-oxidación. La rancidez oxidativa se acelera por exposición a la luz y al calor, por la humedad y la presencia de metales, tintes y pigmentos. (Fennema, 2008).

La rancidez oxidativa es iniciada por radicales libres del oxígeno o por el ataque del oxígeno molecular a radicales libres pre-formados en los ácidos grasos poliinsaturados que forman las grasas y aceites, es decir, las grasas toman el oxígeno y se forman hidroperóxidos y este proceso es autocatalítico, por lo que la oxidación de una grasa es un proceso que pasa por una etapa de inducción y cuando los peróxidos llegan a cierto nivel se acelera la velocidad de oxidación.

En general, mientras mayor sea el grado de insaturación de la grasa existe mayor posibilidad de que la grasa se enrancie por oxidación. Cuando la concentración de peróxidos alcanza cierto valor, se producen cambios que generan el olor y sabor desagradable a rancio.

La oxidación puede ser prevenida o retrasada por los antioxidantes, sustancias orgánicas de origen sintético o natural que actúan como secuestradores de los radicales libres del oxígeno involucrados en la oxidación de los ácidos grasos.

II.3.1 Ácidos grasos

Las grasas y los aceites son triacilgliceroles (TAG, también llamados triglicéridos), triésteres del glicerol con tres ácidos carboxílicos de cadena larga. Los ácidos grasos son ácidos carboxílicos con una cadena alifática(R-COOH) en donde R es la cadena hidrocarbonatada que identifica al ácido en particular.

Generalmente son no ramificados y contienen un número par de átomos de carbono y puede haber dobles enlaces. Los tres ácidos grasos de una molécula específica de triacilglicerol no necesita ser el mismo y la grasa o el aceite de una fuente dada es semejante a una mezcla compleja de muchos triacilgliceroles diferentes. En los aceites vegetales insaturados, los enlaces C=C provocan estructuras que dificultan la formación de cristales y por lo tanto es mas bajo el punto de fusión del aceite que el de una grasa. (Beare-Rogers y col., 2001, McMurry, 2001.)

II.3.2 Ácidos grasos esenciales (AGE)

Se llaman ácidos grasos esenciales a algunos ácidos grasos, como el linoleico, linolénico o el araquidónico que el cuerpo humano no puede sintetizar, por lo que se deben obtener por medio de la dieta. Existen dos grandes familias de ácidos grasos esenciales, que son los omega-3 (ω -3) y omega-6 (ω -6). Los ácidos grasos de estas dos familias son esenciales, ya que el cuerpo puede convertir un omega-3 a otro omega-3, pero no puede crear un omega-3 a partir del almidón.

II.3.3 Ácidos grasos libres

Son ácidos grasos que tienen un grupo ácido pero que no están unidos a un alcohol. Estos son una importante fuente de energía, ya que pueden producir una gran cantidad de ATP y éste puede ser usado por ciertas células como las del corazón o del músculo esquelético. Los cuerpos cetónicos se producen en el hígado por el metabolismo de los ácidos grasos durante los periodos de una baja ingesta de carbohidratos (McMurry, 2001).

La presencia de ácidos grasos libres indica actividad de la lipasa u otra actividad hidrolítica, en la Figura 2.4 se presenta la reacción de hidrólisis de un triglicérido mediada por lipasas que producen ácidos grasos y glicerol.

Las características organolépticas desagradables que pueden encontrarse en los alimentos, en parte, están ocasionadas por la presencia de ácidos grasos libres, así como del proceso de auto-oxidación.

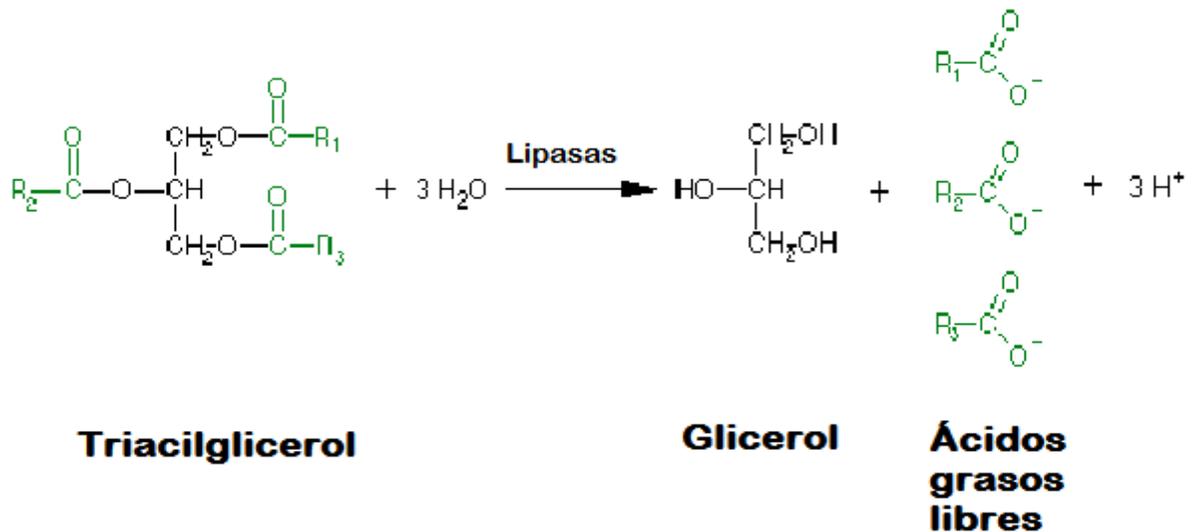


Figura 2.4. Hidrólisis del triacilglicerol (Modificado de Anónimo, 2008)

II.3.4 Lipasas

Son enzimas que catalizan la reacción de hidrólisis de los triacilgliceroles a glicerol y ácidos grasos libres.

Las lipasas se encuentran presentes en el metabolismo de los animales y en ciertas semillas vegetales.

II.4 Extrusión

La extrusión es una operación unitaria que consiste en introducir un material termoplástico a un aparato generador de presión y temperatura, el cual causa que el producto se mueva como un fluido en un flujo laminar a través del equipo. (Sánchez-Tovar, 1993).

Esta técnica hace posible el desarrollo de nuevos productos o productos con nuevos atributos, como cereales para el desayuno, botanas, almidones modificados y comida para lactantes, entre muchos otros.

Los extrusores de alimentos se pueden visualizar como aparatos que pueden transformar una diversidad de materiales crudos en productos intermedios y finalizados.

La extrusión de alimentos es un proceso en el que los ingredientes alimentarios se fuerzan a fluir, bajo una o varias condiciones de mezclado, calentamiento y cizalla, a través de un troquel que forma y/o seca con inflación los ingredientes (Rosen y Miller, 1973).

II.4.1 Características generales del proceso de extrusión

El objetivo principal es convertir las entradas de materias primas de alimentación en productos deseados utilizando los recursos disponibles del modo más económico. El proceso debe satisfacer las necesidades técnicas, económicas y sociales requeridas.

Existen diferentes diseños de extrusores y su elección varía dependiendo de las necesidades específicas de cada usuario. El extrusor consiste de un tornillo que transporta los materiales a través del cilindro. Los tornillos están suspendidos solamente desde el final del mecanismo de transmisión del cilindro y se apoyan sobre el sistema de acondicionamiento del producto final a la salida.

La transformación de las materias primas durante el procesado es uno de los factores más importantes que distingue un proceso alimentario y un tipo de alimento de otro.

La cocción por extrusión es una forma especializada de proceso, única en el procesado de alimentos debido a las condiciones que se utilizan para transformar los alimentos crudos a humedad relativamente baja. Los

niveles normales están en el intervalo de 10-40% sobre una base de peso húmedo (Guy, 2001).

Una segunda característica son las temperaturas altas, usualmente en un intervalo 100-180°C reduce el tiempo de procesado y permite una completa transformación en períodos tan bajos como 30-120 s.

Los productos alimentarios tienen estructuras básicas que se forman mediante ciertos elementos en las materias primas tales como biopolímeros de almidón y proteínas en los productos horneados o grasa y azúcar en confitería (Guy, 2001).

El control de los procesos de extrusión es difícil por las interacciones entre la transmisión de materia, energía y cantidad de movimiento, acoplados con las complejas transformaciones físico-químicas. Los parámetros funcionales incluyen la formulación de la alimentación, contenido de humedad de la alimentación, caudal de alimentación, velocidad del tornillo, temperatura del cilindro y configuración del tornillo del troquel (Guy, 2001).

Para las aplicaciones del extrusor, la presión del troquel, la temperatura del troquel y el par de torsión del motor se utilizan como medida de las salidas del proceso para registrar de modo indirecto la calidad del proceso.

Un sistema de control de extrusión tiene como meta el control de las características del producto.

II.4.2 Componentes del proceso de extrusión

Existen diferentes diseños de extrusores y su elección varía dependiendo de las necesidades específicas de cada usuario. El extrusor consiste en uno o varios tornillos que transportan los materiales a través del cilindro.

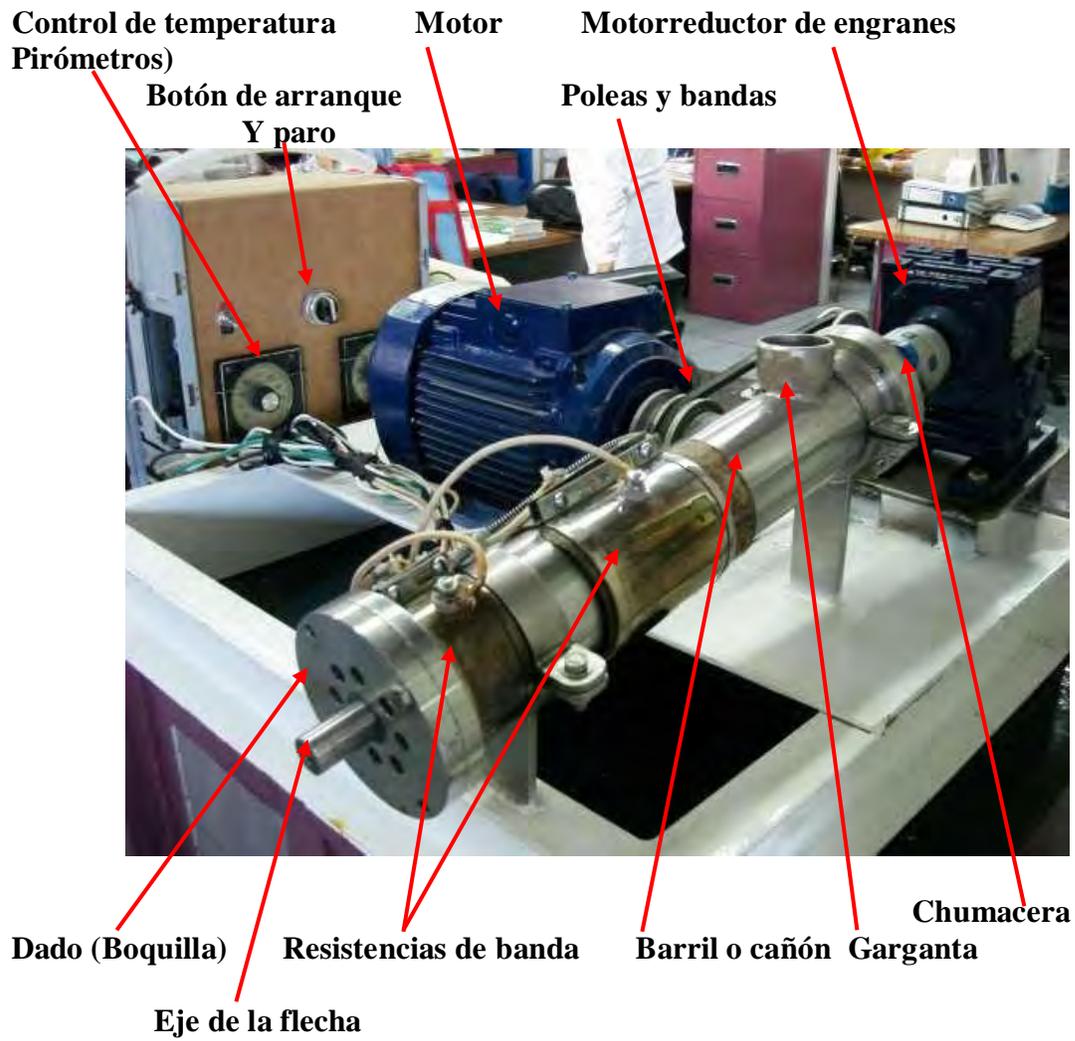


Figura 2.5. Esquema de un extrusor

CAPÍTULO III. METODOLOGÍA

III.1 Actividades

En la Figura 3.1 se presenta la metodología aplicable al proyecto integral.

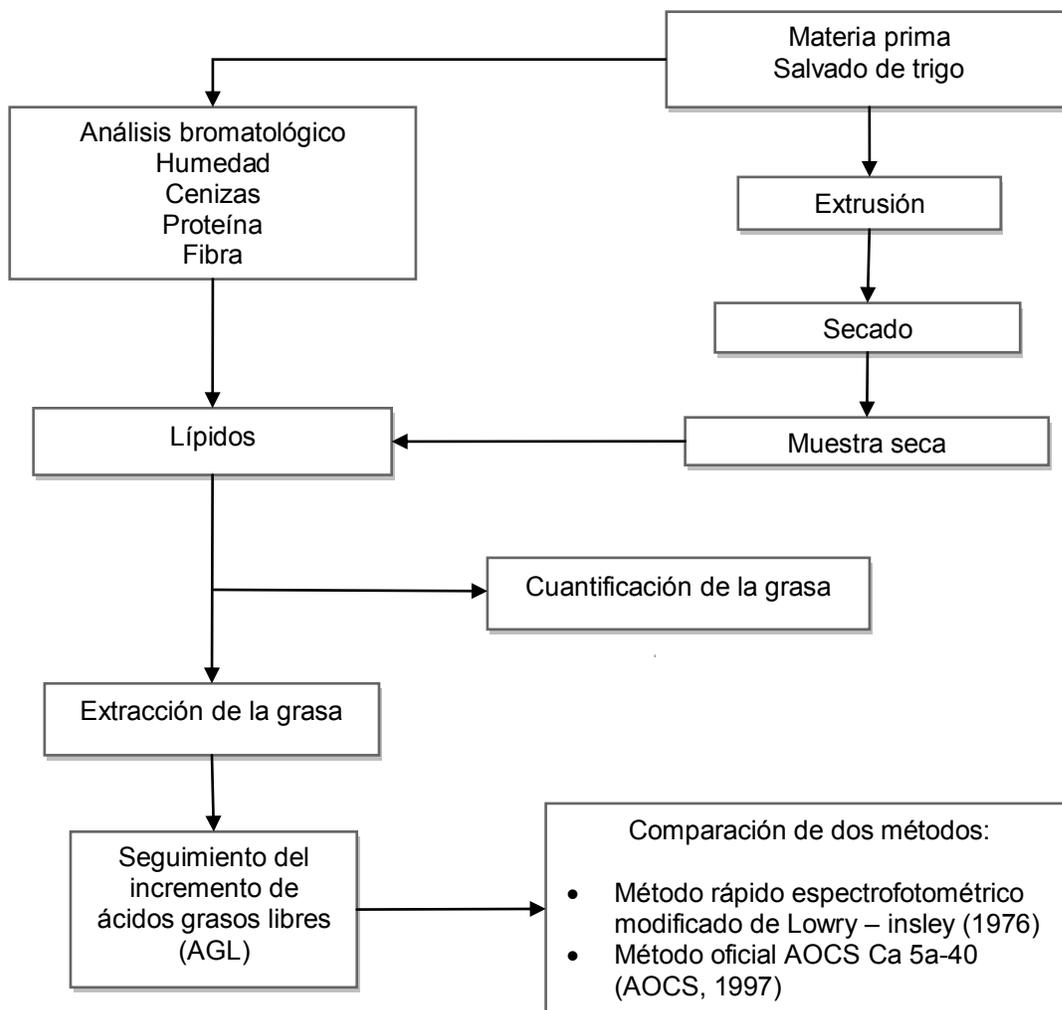


Figura 3.1. Diagrama de bloques general

III.2 Materiales y reactivos

Se utilizó salvado de trigo comercial almacenado a una temperatura de 4°C en bolsas negras para evitar el paso de la luz.

Se utilizaron reactivos grado analítico durante la experimentación: HCl, NaOH, isopropanol, éter etílico, solución amortiguadora ("buffer") tris-HCl 0.05, pH 7.5, 1% [v/v] de triton X-100(detergente), reactivo de cobre 5% (acetato cúprico en agua, pH 6.1).

III.3 Metodología experimental

Para evaluar el incremento de los ácidos grasos libres, se extrajo la grasa de la muestra para realizar los análisis correspondientes y para esto se empleó el método de extracción por lotes (“batch en inglés”). El análisis bromatológico se realizó de acuerdo con los métodos oficiales de la AOAC (2000): Método Oficial 920.86: Fibra. Método Oficial 920.87: Proteína total. Método Oficial 923.05: Lípidos. Método Oficial 925.10: Sólidos y humedad. Método Oficial 923.03: Cenizas.

III.3.1 Extrusión

El equipo empleado es un extrusor de una sola flecha con una boquilla que regula la presión al interior de la última etapa de extrusión. Se encuentra en el Laboratorio de Ingeniería Química Ambiental y de Química Ambiental en el Edificio E-3 de la Facultad de Química. Las condiciones experimentales se presentan en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Condiciones de extrusión para cada lote

| Método Oficial A.O.C.S | | | Método Espectrofotométrico | | |
|------------------------|--------------|--------------------------|----------------------------|--------------|--------------------------|
| Lote | Cantidad (g) | Condiciones | Lote | Cantidad (g) | Condiciones |
| 1 | 1000 | Salvado "crudo" | 1 | 500 | Salvado "crudo" |
| 2 | 1000 | Salvado 40% humedad b.s. | 2 | 500 | Salvado 40% humedad b.s. |
| 3 | 1000 | Salvado 9% HCl b.s. | 3 | 500 | Salvado 9% HCl b.s. |

El procedimiento seguido se presenta en la Figura 3.2.

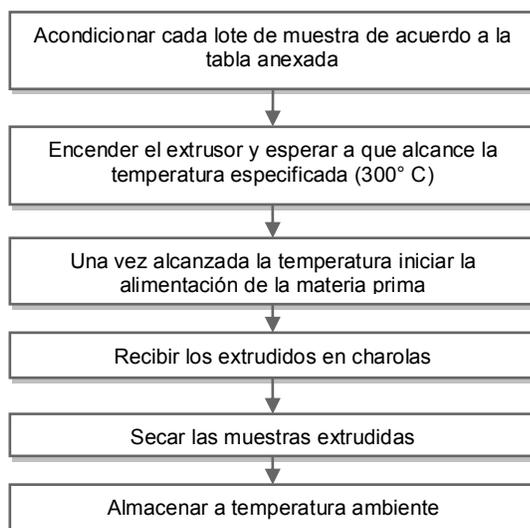


Figura 3.2. Metodología seguida para extrudir el salvado de trigo

III.3.2 Extracción de la grasa por el método por lotes (*batch*)

Con este método se extrae la mayor cantidad de lípidos, con pérdidas despreciables de compuestos volátiles, ya que se realiza en frío. No se satura el disolvente con la grasa, la grasa no es dañada por el calor y hay menos deterioro de la misma. El procedimiento para el método por lotes se presenta en la Figura 3.3.

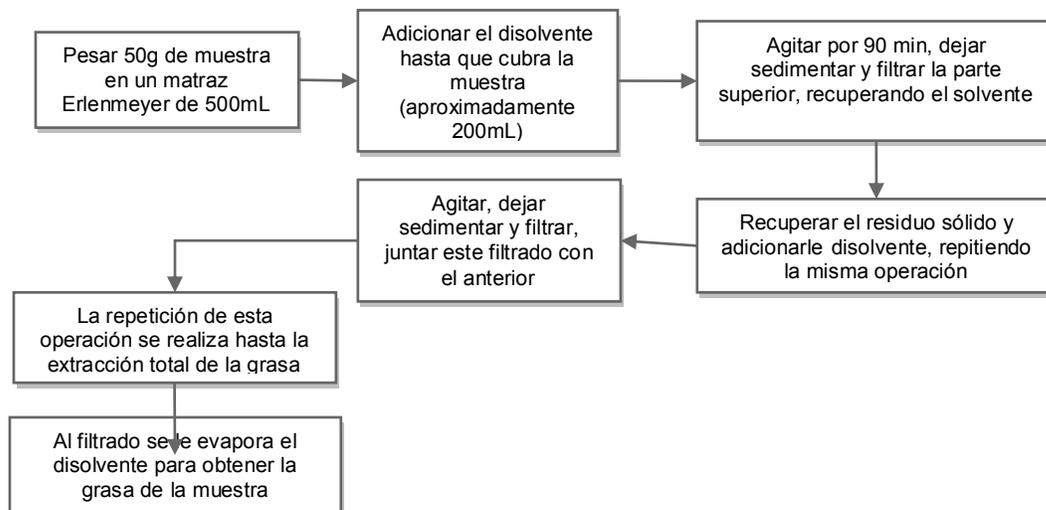


Figura 3.3. Metodología seguida para la determinación de lípidos de las muestras de salvado de trigo por el método de lotes

III.3.3 Medición del incremento de ácidos grasos libres

Para el seguimiento del incremento de los ácidos grasos libres de los diferentes lotes, se compararon dos metodologías. Una de ellas, es el método oficial AOCS Ca 5a-40 (AOCS, 1997) y la otra es una metodología denominada: Método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry-Tinsley (MREM), empleada en un trabajo previo y la cual fue modificada del método de Lowry y Tinsley (1976), en el cual se utilizaban reactivos que hoy en día, se conocen sus propiedades tóxicas y cancerígenas por lo que se evita su uso (Escamilla y col., 2005; Lowry y Tinsley, 1976).

III.3.3.1 Método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry-Tinsley (MREM)

Se basa en la extracción de los AGL del salvado por medio de un solvente y la posterior adición de un reactivo de cobre que genera un compuesto colorido entre los ácidos grasos libres y acetato cúprico, leído espectrofotométricamente (Escamilla y col., 2005; Lowry y Tinsley, 1976). En la Figura 3.4 se presenta el procedimiento seguido.

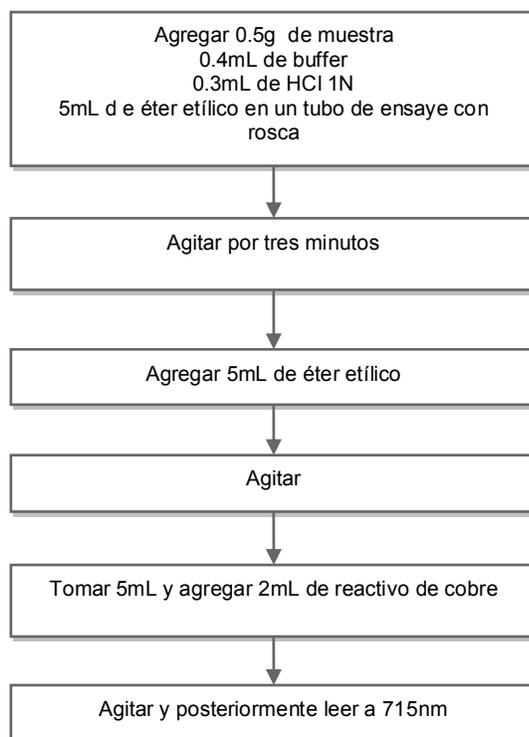


Figura 3.4. Metodología seguida para evaluar el incremento de AGL, método MREM

III.3.3.2 Método oficial AOCS Ca 5a-40 (1997)

Se basa en la determinación de los ácidos grasos libres existentes en la muestra, aplicable a aceites vegetales crudos y refinados, aceites marinos y grasas animales. El procedimiento seguido se presenta en la Figura 3.5.

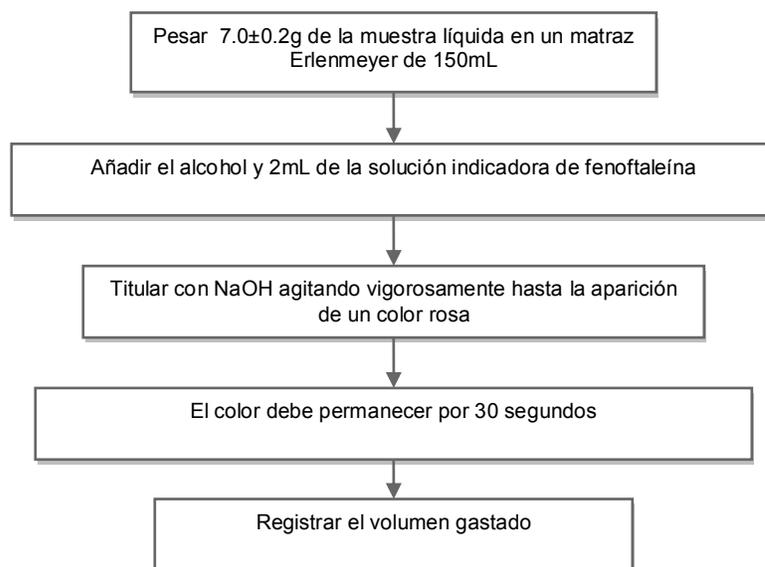


Figura 3.5. Metodología seguida para evaluar el incremento de AGL, método oficial AOCS (1997)

Cálculos (Fórmula)

$$\text{AGL como ácido oleico (\%)} = \frac{\text{mL de álcali} * \text{N} * 282}{\text{g muestra}} * 100$$

III.4 Análisis estadístico

Los datos experimentales se analizaron empleando la *t*-Student como herramienta estadística (Pedrero y col., 1989).

En el Anexo A.3 se presenta un acervo fotográfico de los métodos empleados en esta investigación.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

IV.1 Análisis bromatológico

Se realizó el análisis bromatológico de las muestra de salvado de trigo antes y después de la extrusión, pues este análisis permite conocer la composición de la muestra. Las metodologías analíticas como ya se mencionó en el capítulo anterior, fueron tomadas del AOAC (2000). Los resultados se muestran en la Tabla 4.1. En los Anexos A.1 y A.2 se presentan todos los datos experimentales de esta investigación.

Tabla 4.1. Análisis bromatológico de la muestra del salvado de trigo, salvado de trigo extrudido (g/100g) y su comparación con datos de la literatura²

| Muestra | Humedad | Cenizas | Proteína | Lípidos | Fibra | Hidratos de carbono (Carbohidratos) ¹ |
|----------------------------|-------------|------------|-------------|------------|--------------|--|
| Salvado de trigo | 9.66±0.0493 | 5.82±0.190 | 17.71±0.453 | 5.77±0.342 | 11.63±0.6179 | 49.41 |
| Salvado de trigo extrudido | 3.20±0.057 | 5.70±0.145 | 16.13±0.503 | 8.08±0.04 | 8.16±0.150 | 58.73 |
| Literatura ² | 14 | 4.0-6.0 | 12-16 | 3.0-4.0 | 9-12 | - |

n = 3

CV<5%

1 Obtenido por diferencia

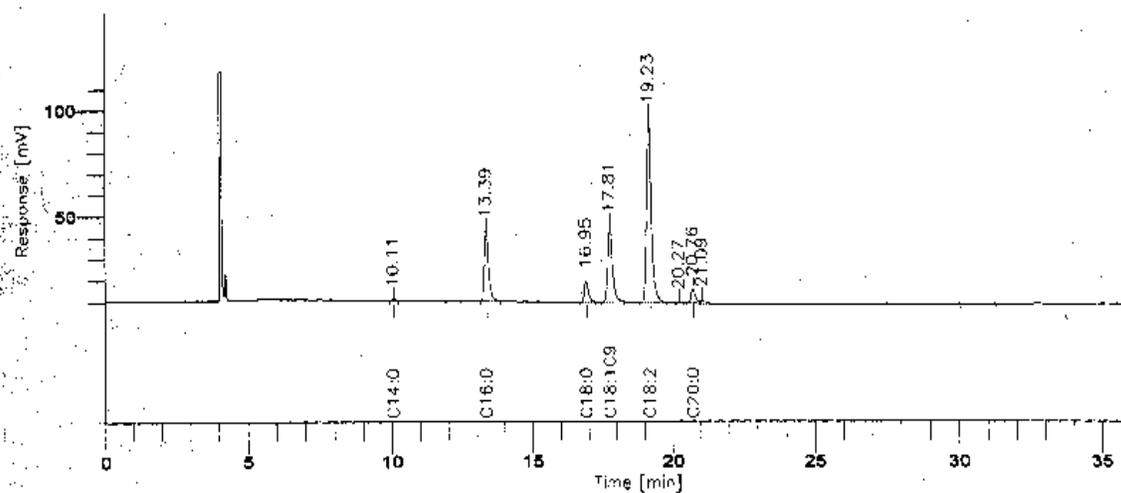
2 Egan, H., Kira, R.S. y Sawyer, R. 2005. Análisis químico de alimentos de Pearson. 7^a edición, p. 777. Ed. CECOSA, México, D.F. México

Los factores ambientales y el procesamiento del cereal para la elaboración de harinas de trigo provocan diferencias en composición.

En el caso de la humedad ésta es menor debido a que se realizó un secado posterior a la extrusión, con el fin de homogenizar las muestras y eliminar un factor que provoca deterioro. Se observa que los resultados en cuanto a composición son similares.

IV.2 Análisis del aceite de salvado de trigo

Se realizó la extracción y el perfil de ácidos grasos del aceite del salvado de trigo basado en la técnica del AOAC (2000). Esto se realizó para comprobar que componentes están presentes en la muestra y cuál es el componente mayoritario, siendo el ácido linoleico el que se encuentra en mayor proporción (50.5%), posteriormente el ácido oleico (22.1%) y el ácido palmítico (17.4%) siendo estos los principales y mayoritarios componentes presentes en el componente lipídico del salvado de trigo (Figura 4.1).



Acidos Grasos

Figura 4.1. Perfil de AGL en la muestra de salvado de trigo

IV.3 Extrusión

La materia prima usada, el salvado de trigo, se sometió a un proceso de extrusión en el cual se emplearon las tres condiciones descritas en el capítulo anterior: Materia prima sin extrudir, materia prima ajustada a un 40% de humedad en base seca y materia prima ajustada a un 9% de HCl en base seca (Tabla 4.2), ya que se sabe que con 40% de humedad las muestras fluyen más fácilmente, ya que actúa como un “lubricante” (Sánchez-Tovar, 2003) y a valores bajos la materia prima tiene dificultad para salir de la boquilla del extrusor (Escamilla y col., 2005). De igual manera mayor humedad reduce el tiempo de residencia al interior del extrusor.

Tabla 4.2. Diferentes condiciones de extrusión

| | Método oficial AOCS (1997) | Método MREM |
|---|---------------------------------------|--------------------|
| Materia prima sin extrudir | Lote A | Lote 1 |
| Materia prima extrudida con 40% de humedad en b.s | Lote B | Lote 2 |
| Materia prima extrudida con 9% de HCl en b.s | Lote C | Lote 3 |

Las condiciones de 9% de HCl son con el propósito de inhibir lipasas y, de esta manera, retrasar el deterioro hidrolítico (Escamilla y col., 2005). A pH ácido, las lipasas se desactivan lo cual permite conservar por más tiempo la materia prima (Escamilla y col., 2005).

Igualmente las altas temperaturas reducen la actividad lipolítica y también se reduce la humedad, con lo que disminuyen los factores que favorecen el aumento de la cantidad de ácidos grasos libres. (Rose y col., 2006).

Al medir el incremento del deterioro del salvado de trigo, la actividad lipolítica puede ser medida indirectamente, cuantificando la cantidad de ácidos grasos libres en las muestras empleando el método MREM, el cual fue cuestionado ampliamente, por lo que esta investigación se enfocó a comparar este método con el método oficial de la AOCS denominado Ca 5a-40 (1997).

Durante la extrusión ocurren diversos cambios que aún no han sido explicados totalmente, como son: la gelatinización del almidón, la coagulación de las proteínas, la formación de productos de Maillard y complejos lípido-amilosa (Harper, 1981). Sin embargo, siendo los alimentos estructuras complejas, explicar su comportamiento y cambios durante la extrusión, en la que ocurren un gran número de interacciones, resulta complicado (Arias-García, 2007).

Cabe mencionar que aún con la extrusión, los factores que afectan la oxidación de los lípidos de la muestra se mantienen, ya que los poros expandidos del material extrudido los hacen susceptibles a la oxidación durante el almacenamiento.

Se sabe que las moléculas de lípidos se encuentran en un estado ordenado asociado con la materia no lipídica: proteínas, carbohidratos,

agua, enzimas, sales, vitaminas y pro y anti-oxidantes. (Fennema, 2008). A altas temperaturas la parte hidrocarbonada de los lípidos puede fundir o pasar a un estado desordenado, en el cual puede interaccionar fácilmente con otros componentes del alimento, como son las proteínas (Fennema, 2008).

Puede ser que durante la extrusión la proteína forme complejos con los carbohidratos (Sánchez-Tovar, 1993) e igualmente se formen complejos lípido-carbohidratos (Mercier y col., 1979), ya que algunos carbohidratos como el almidón, se desestabilizan por alta humedad y altas temperaturas, como las condiciones de la extrusión.

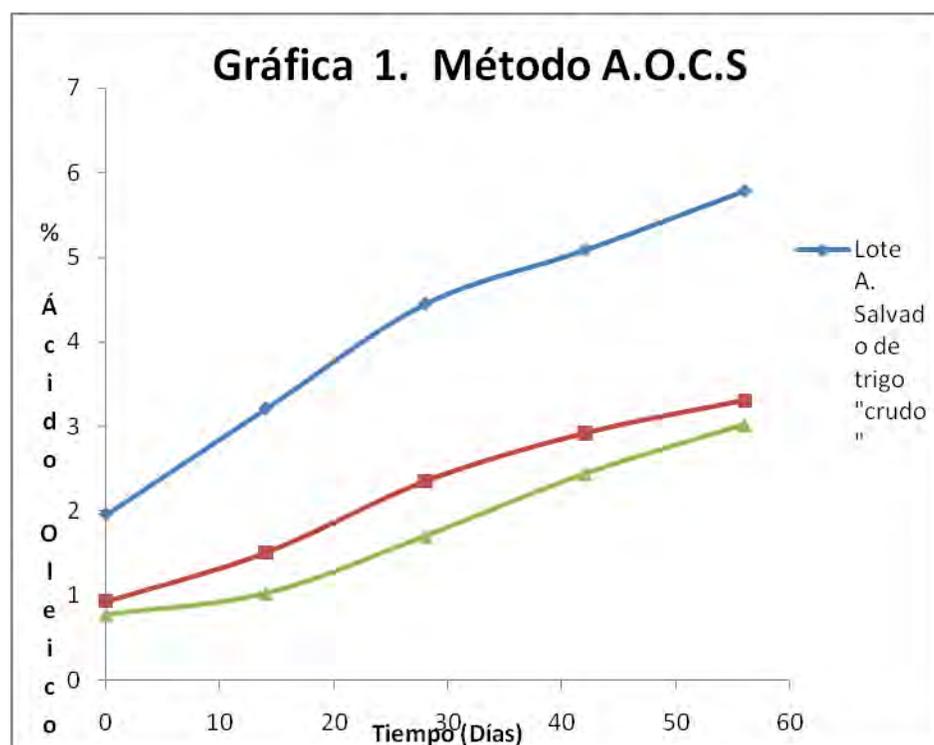
IV.4 Medición del incremento de los ácidos grasos libres (AGL)

El seguimiento del incremento de los ácidos grasos libres en la muestra de salvado de trigo por medio de los métodos que se emplearon (Método Oficial AOCS y MREM), se realizó durante 60 días y las determinaciones se realizaron por periodos de 15 días teniendo 5 determinaciones en total (T0, T1, T2, T3, T4). Los resultados de las determinaciones se presentan en la Tabla 4.3.

La Gráfica 4.1 muestra el comportamiento de cada uno de los lotes analizados y se observa una tendencia en todos los casos, la cual muestra que, conforme transcurre el tiempo, aumenta el porcentaje de ácidos grasos libres en las muestras.

Tabla 4.3. Resultados de las mediciones de AGL por el método oficial AOCS (1997)

| Tiempo (Días) | Lote A AGL como % ácido oleico | Lote B AGL como % ácido oleico | Lote C AGL como % ácido oleico |
|---------------|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| 0 | 1.9569±0.0531 | 0.9300±0.0427 | 0.7698±0.0051 |
| 15 | 3.2079±0.1263 | 1.5075±0.0414 | 1.0213±0.0385 |
| 30 | 4.4475±0.0789 | 2.3513±0.0449 | 1.6999±0.0410 |
| 45 | 5.0839±0.0449 | 2.9187±0.0257 | 2.4380±0.0554 |
| 60 | 5.7830±0.0449 | 3.3041±0.0596 | 3.0186±0.0449 |



Gráfica 4.1. Porcentaje de AGL medidos por el método oficial AOCS (1997) expresados como ácido oleico

En el lote A, que es el lote control o el denominado “salvado crudo” el cual no se sometió a ningún tratamiento, se observa un mayor incremento en el contenido de los AGL durante el tiempo de almacenamiento, debido a que no se sometió a ningún tratamiento.

El comportamiento en el lote B, cuyas condiciones son de 40% de humedad en b.s., presenta una disminución en la cantidad de AGL comparado con el lote A “control” y lo mismo ocurre en el lote C, con un 9% de HCl en b.s.

El aumento del porcentaje de AGL es menor en el lote C que en el lote B, aunque la diferencia es pequeña, se sabe que bajo estas condiciones se obtiene el mayor retraso de la actividad hidrolítica debido a la inhibición de las lipasas (Escamilla y col., 2005).

Uno de los inconvenientes del método oficial de la AOCS (1997), es que los resultados dependen mucho de la habilidad del analista al momento en que se obtiene el vire de color, ya que ocurren interferencias debido al color propio de la muestra.

La cantidad de muestra necesaria para realizar el análisis volumétrico es 14 veces mayor que la cantidad necesaria para el método MREM, lo cual es un problema ya que es necesaria la extracción del contenido lipídico de la muestra y la muestra con la que se trabajó tiene un contenido graso del 5%. Por lo tanto, las cantidades de materia prima empleadas resultaron

elevadas, así como la cantidad de disolvente empleado para realizar la extracción de la grasa.

El material de vidrio, así como los aparatos y equipo requeridos, resultan ser una cantidad elevada y el tiempo de experimentación es de 24 horas.

El método MREM surgió por la necesidad de encontrar una metodología que redujera el tiempo de análisis, así como las cantidades de reactivos y vidriería, especialmente en muestras que requerían el empleo de grandes cantidades de materia prima (Escamilla y col. 2005).

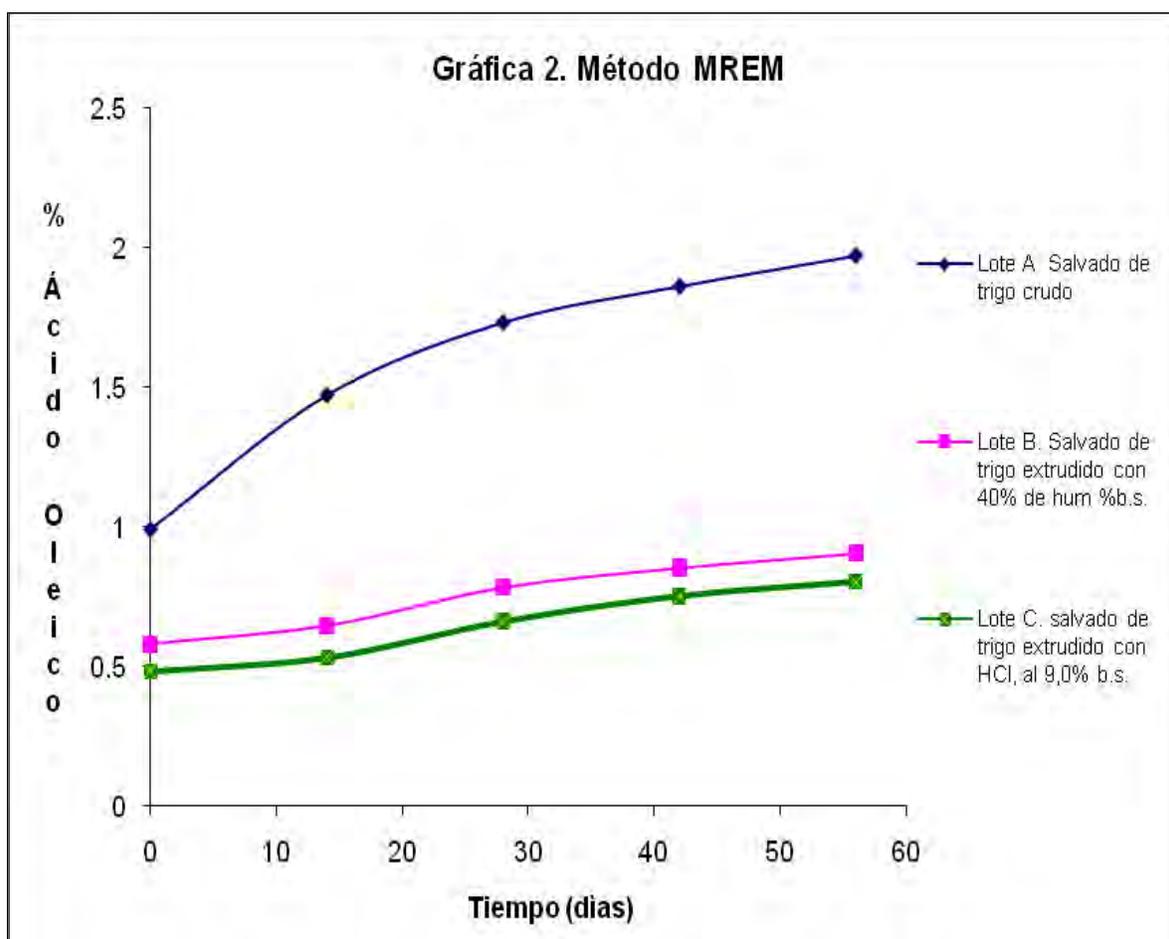
Debido a las características de la materia prima con la que se trabajó, este método resultó ser una alternativa viable para la medición de los AGL como un indicador de la descomposición del salvado de trigo.

En este método alternativo se emplea una menor cantidad de muestra y no hay necesidad de extracción previa de la grasa, lo que conlleva a menores tiempos de análisis y menores cantidades de reactivos. Es rápido y sensible, aunque el inconveniente es que los tiempos de separación de las fases varían de acuerdo con la composición de la muestra.

Los resultados obtenidos se encuentran en la Tabla 4.4 y se observa un comportamiento parecido al del método AOCS (1997). En la Gráfica 4.2 se observa un comportamiento similar a observado en la Gráfica 4.1, en el cual se muestra una clara tendencia de las muestras a aumentar la cantidad de AGL con respecto al tiempo.

Tabla 4.4. Resultados de las mediciones de AGL por el método MREM

| Tiempo (Días) | Lote 1 AGL como % ácido oleico | Lote 2 AGL como % ácido oleico | Lote 3 AGL como % ácido oleico |
|---------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| 0 | 0.9936±0.0011 | 0.5805±0.0006 | 0.4845±0.0010 |
| 15 | 1.4739±0.0010 | 0.6464±0.0004 | 0.5339±0.0009 |
| 30 | 1.7347±0.0033 | 0.7836±0.0007 | 0.6628±0.0014 |
| 45 | 1.8637±0.0073 | 0.8536±0.0004 | 0.7534±0.0007 |
| 60 | 1.9735±0.0006 | 0.9058±0.0002 | 0.8042±0.0009 |



Gráfica 4.2. Porcentaje de AGL medidos por el método MREM expresados como ácido oleico

A pesar de que las correlaciones entre ambos métodos son buenas, los valores obtenidos por los métodos pueden variar, ya que con el método oficial de la AOCS (1997), se tiende a tener valores un poco mayores de AGL, debido a que existen otros componentes lipídicos que interfieren en la titulación como son los fosfolípidos (Bernárdez y col., 2005; Mahadevan y col., 1969).

IV.5 Análisis estadístico de los datos

Los datos se analizaron empleando la *t*-Student como herramienta estadística (Pedrero y col., 1989). Los datos completos se encuentran en el Anexo A.4.

Las hipótesis planteadas son:

H1: Existe diferencia significativa entre los métodos

H₀: No existe diferencia significativa entre los métodos

Los datos obtenidos muestran que no hay una diferencia significativa en cuanto a los resultados del % de ácidos grasos libres, medido como % de ácido oleico, en ambas determinaciones.

Esto avala que se pueda emplear el método MREM como un método alternativo para medir la cantidad de ácidos grasos libres en el salvado de trigo.

Una contribución interesante de esta modificación del método espectrofotométrico de Lowry y Tysler (1996) es la reducción de consumo de reactivos potencialmente contaminantes, del tiempo de proceso en el laboratorio y del uso de material de vidrio que debe lavarse perfectamente para evitar que haya interferencias. La Tabla 4.5 muestra una comparación de estos rubros para ambos métodos. Esto hace al método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry y Tinsley desarrollado por Escamilla y col. (2005), MREM, una tecnología “verde”.

Tabla 4.5. Comparación de uso de reactivos, tiempo de análisis y uso de material de vidrio lavado perfectamente para evitar interferencias entre los métodos de la AOCS (1997) y el MREM (método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry y Tinsley modificado por Escamilla y col., 2005)

| Rubros | Método método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry y Tinsley modificado por Escamilla y col. (2005) | Método AOCS (1997) |
|-----------------------|---|----------------------------------|
| Reactivo éter etílico | 90 mL | 3600 mL |
| Tiempo de análisis | 10 min | 5 hrs |
| Material de vidrio | 27 tubos de ensayo | 18 matraces enlermeyer de 500mL |
| | | 9 matraces bola de 500 mL |
| | | 10 vasos de precipitado de 250mL |
| | | 1 bureta de 25 mL |

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

V.1. Conclusiones

De acuerdo con la hipótesis planteada y el objetivo propuesto, pueden derivarse las siguientes conclusiones:

- Los resultados de la aplicación de los dos métodos, el oficial de la AOCS (1997) y el espectrofotométrico modificado de Lowry y Tinsley desarrollado por Escamilla y col. (2005), para desarrollar el contenido de ácidos grasos libres en salvado de trigo crudo y extrudido, medidos como ácido oleico, para ambas metodologías muestran valores del mismo orden de magnitud no presentando diferencia significativa entre ellas ($p < 0.05$) y las correlaciones entre ambos métodos son aceptables estadísticamente.
- El consumo de reactivos, del tiempo de análisis y de la generación de residuos del laboratorio, el método propuesto (MREM) muestra como principal ventaja sobre el método oficial el hecho de requerir cantidades de reactivos y de materiales bastante menores.
- El tiempo empleado, al no haber necesidad de separar la grasa de la materia prima, ya que es mucho menor la cantidad.
- Los residuos generados del procesamiento de las muestras representan volúmenes mucho menores y más fáciles de estabilizar para su disposición controlada.

- La aplicación de estas dos metodologías para determinar la formación de ácidos grasos libres, está la corroboración del efecto positivo de la extrusión ácida sobre la inactivación de las enzimas que provocan el aumento de los AGL que provocan propiedades indeseables como la rancidez.
- Se redujo la formación de AGL en las muestras de salvado extrudido en un 46 y 57% cuando se adiciono HCl al agua de humidificación.
- El propio proceso de extrusión redujo la formación de AGL en un 40 y 52% con respecto de las muestras crudas.

V.2. Recomendaciones

De acuerdo con la realización de esta investigación, se recomienda lo siguiente:

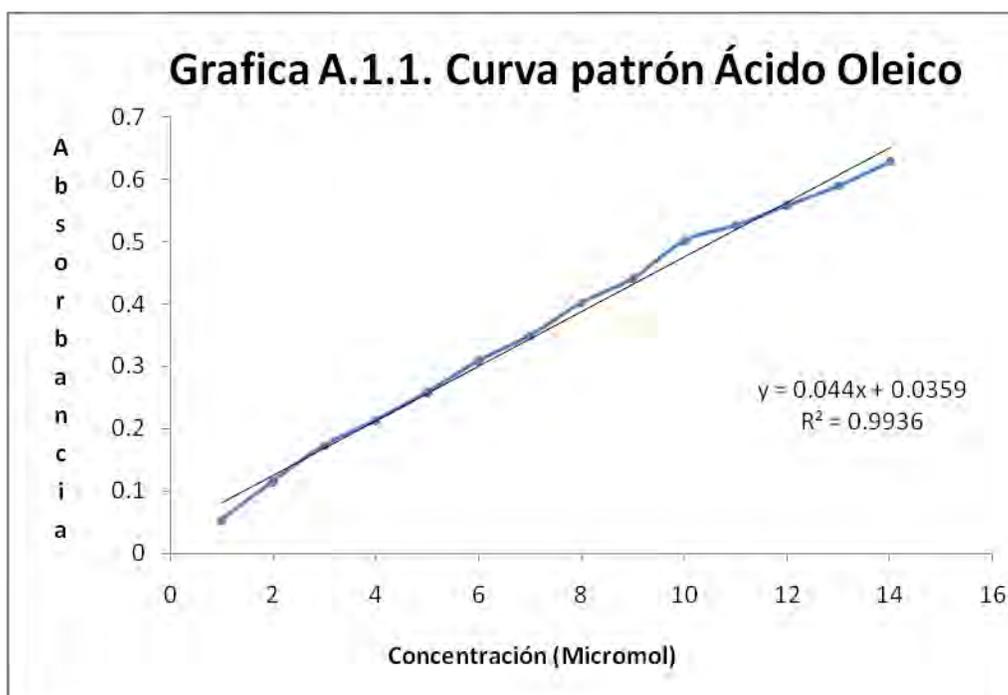
- De acuerdo con el tipo de material biológico, para llevar a cabo el análisis espectrofotométrico es necesario dejar que las fases se separen completamente, ya este tiempo es variable y depende de la naturaleza del material.
- Otro aspecto importante del método establecido por Escamilla y col. (2005) es la preparación del reactivo de cobre, el cual requiere un pH de 6.1 y para alcanzarlo debe disolverse la sal de cobre de manera simultánea con la piridina en agua destilada.

- También la parte del vire de la coloración debe hacerse de manera ágil para que no se altere el color de la solución, que debe pasar de amarillo a rojo ladrillo o naranja intenso, por la presencia de la grasa.
- Finalmente, la recuperación del éter empleado para separar la grasa de las muestras es un paso complejo, ya que las cantidades que se emplean son muy importantes. Además, la temperatura de volatilización no debe ser muy alta para evitar deterioro de las grasas.

ANEXO A.1 RESULTADOS Y DATOS EXPERIMENTALES

A.1.1 Curva patrón de ácido oleico

Para determinar el contenido de ácidos grasos libres presentes en cada una de las muestras que se analizaron con el método rápido espectrofotométrico modificado de Lowry-Tinsley (MREM) se construye una curva estándar de ácido oleico (Figura A.1.1).



Gráfica A.1.1. Curva estándar de ácido oleico

Con esta curva se tomó la ecuación $y = 0.044x + 0.0359$ con un coeficiente $r^2 = 0.9936$.

A.1.2 Incremento de ácidos grasos libres

Se determinó la cantidad de ácidos grasos libres (AGL) en las muestras en el tiempo estipulado de cada 15 días por un período total de 60 días. Las tablas siguientes muestran los resultados de los porcentajes de AGL medidos como ácido oleico.

CÁLCULOS DEL % DE ÁCIDO OLEICO POR EL MÉTODO OFICIAL DE LA APCS Ca5a-40 (1997)

LOTE A.

SALVADO DE TRIGO SIN EXTRUDIR (CRUDO)

| To (Día 0) | | | |
|-------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote A | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 2 | 7 | 1.933714286 |
| 2 | 2.1 | 7 | 2.0304 |
| 3 | 2 | 7.1 | 1.906478873 |
| Media | 2.033333333 | | 1.956864386 |
| DE | | | 0.053173031 |
| CV | | | 2.717256802 |

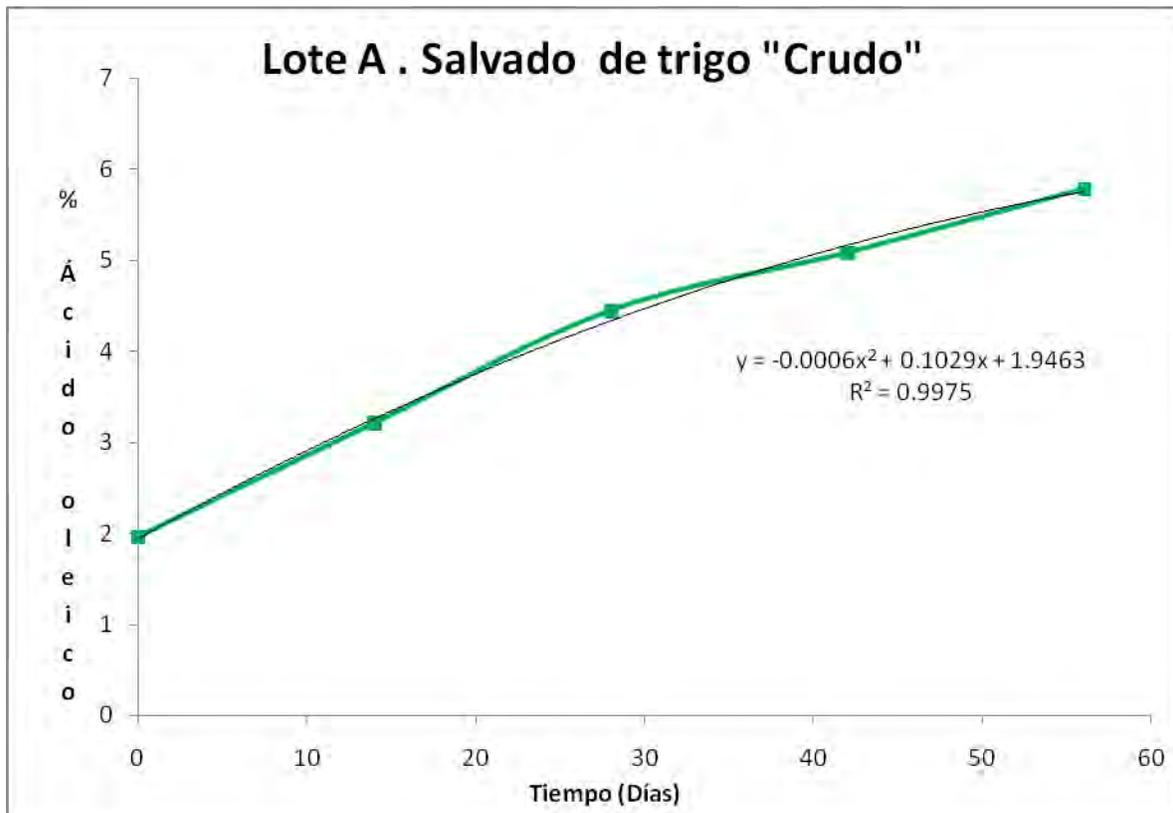
| T1 (Día 14) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote A | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 3.2 | 7 | 3.093942857 |
| 2 | 3.3 | 7.1 | 3.145690141 |
| 3 | 3.5 | 7 | 3.384 |
| Media | 3.333333333 | | 3.207877666 |
| DE | | | 0.126316409 |
| CV | | | 3.937694079 |

| T2 (Día 28) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote A | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 4.6 | 7 | 4.447542857 |
| 2 | 4.7 | 7 | 4.544228571 |
| 3 | 4.5 | 7 | 4.350857143 |
| Media | 4.6 | | 4.447542857 |
| DE | | | 0.078943555 |
| CV | | | 1.774992567 |

| T3 (Día 42) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote A | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 5.3 | 7.1 | 5.052169014 |
| 2 | 5.4 | 7.1 | 5.147492958 |
| 3 | 5.3 | 7.1 | 5.052169014 |
| Media | 5.333333333 | | 5.083943662 |
| DE | | | 0.044936138 |
| CV | | | 0.883883476 |

| T4 (Día 56) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote A | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 6 | 7.1 | 5.71943662 |
| 2 | 6.1 | 7.1 | 5.814760563 |
| 3 | 6.1 | 7.1 | 5.814760563 |
| Media | 6.06666667 | | 5.782985915 |
| DE | | | 0.044936138 |
| CV | | | 0.777040419 |

Representación gráfica del porcentaje de ácidos grasos libres (AGL) en el salvado de trigo crudo expresado como % de ácido oleico, en el Lote A.



Gráfica A.1.2.1. Porcentaje de AGL en el Lote A (salvado de trigo crudo).

LOTE B.**SALVADO DE TRIGO EXTRUDIDO CON 40% DE HUMEDAD EN B.S.**

| T0 (Día 0) | | | |
|-------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote B | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 1 | 7 | 0.966857143 |
| 2 | 0.9 | 7 | 0.870171429 |
| 3 | 1 | 7.1 | 0.953239437 |
| Media | 0.966666667 | | 0.930089336 |
| DE | | | 0.042731543 |
| CV | | | 4.594348281 |

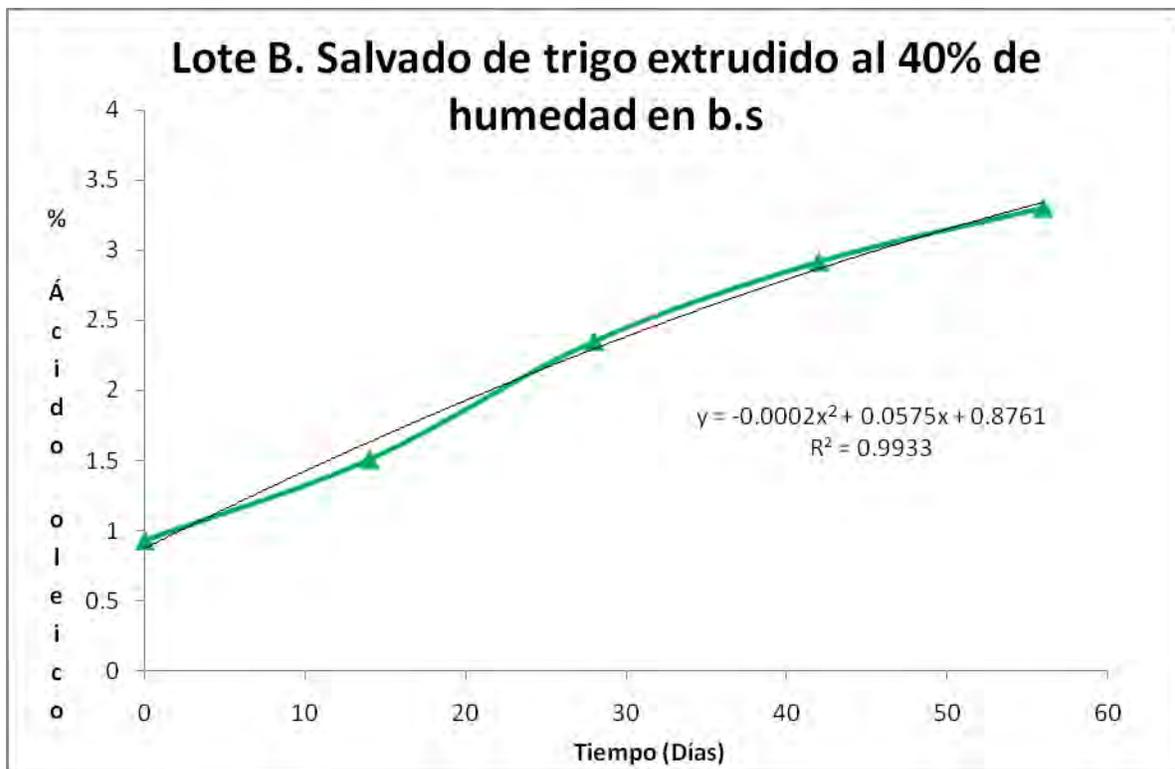
| T1 (Día 14) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote B | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 1.5 | 7 | 1.450285714 |
| 2 | 1.6 | 7.1 | 1.525183099 |
| 3 | 1.6 | 7 | 1.546971429 |
| Media | 1.566666667 | | 1.50748008 |
| DE | | | 0.041409173 |
| CV | | | 2.746913477 |

| T2 (Día 28) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote B | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 2.4 | 7.1 | 2.287774648 |
| 2 | 2.5 | 7.1 | 2.383098592 |
| 3 | 2.5 | 7.1 | 2.383098592 |
| Media | 2.466666667 | | 2.351323944 |
| DE | | | 0.044936138 |
| CV | | | 1.911099409 |

| T3 (Día 42) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote B | mL NaOH | G muestra | % A. oléico |
| 1 | 3 | 7 | 2.900571429 |
| 2 | 3.1 | 7.1 | 2.955042254 |
| 3 | 3 | 7 | 2.900571429 |
| Media | 3.033333333 | | 2.91872837 |
| DE | | | 0.025677793 |
| CV | | | 0.879759603 |

| T4 (Día 56) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote B | mL NaOH | G muestra | % A. oléico |
| 1 | 3.4 | 7 | 3.287314286 |
| 2 | 3.5 | 7 | 3.384 |
| 3 | 3.4 | 7.1 | 3.241014085 |
| Media | 3.433333333 | | 3.304109457 |
| DE | | | 0.059569575 |
| CV | | | 1.8028935 |

Representación gráfica del porcentaje de ácidos grasos libres (AGL) en el salvado de trigo extrudido con 40% de humedad en b.s, expresado como % de ácido oleico.



Gráfica A.1.2.2. Porcentaje de AGL en el Lote B (salvado de trigo extrudido con 40% de humedad en b.s).

LOTE C.**SALVADO DE TRIGO EXTRUDIDO CON HCl AL 9%**

| T0 (Día 0) | | | |
|-------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote C | mL NaOH | G muestra | % A. oléico |
| 1 | 0.8 | 7.1 | 0.762591549 |
| 2 | 0.8 | 7 | 0.773485714 |
| 3 | 0.8 | 7 | 0.773485714 |
| Media | 0.8 | | 0.769854326 |
| DE | | | 0.005135559 |
| CV | | | 0.667081869 |

| T1 (Día 14) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote C | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 1 | 7 | 0.966857143 |
| 2 | 1.1 | 7.1 | 1.04856338 |
| 3 | 1.1 | 7.1 | 1.04856338 |
| Media | 1.06666667 | | 1.021327968 |
| DE | | | 0.03851669 |
| CV | | | 3.771236166 |

| T2 (Día 28) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote C | mL NaOH | G muestra | % A. oléico |
| 1 | 1.8 | 7.1 | 1.715830986 |
| 2 | 1.7 | 7 | 1.643657143 |
| 3 | 1.8 | 7 | 1.740342857 |
| Media | 1.76666667 | | 1.699943662 |
| DE | | | 0.041039307 |
| CV | | | 2.414156914 |

| T3 (Día 42) | | | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------------|
| Lote C | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 2.5 | 7 | 2.417142857 |
| 2 | 2.6 | 7 | 2.513828571 |
| 3 | 2.5 | 7.1 | 2.383098592 |
| Media | 2.55 | | 2.43802334 |
| DE | | | 0.055374951 |
| CV | | | 2.271305213 |

| T4 (Día 56) | | | |
|-------------|------------|-----------|-------------|
| LoteC | mL NaOH | g muestra | % A. oléico |
| 1 | 3.2 | 7.1 | 3.050366197 |
| 2 | 3.2 | 7.1 | 3.050366197 |
| 3 | 3.1 | 7.1 | 2.955042254 |
| Media | 3.16666667 | | 3.018591549 |
| DE | | | 0.044936138 |
| CV | | | 1.488645855 |

Representación gráfica del porcentaje de ácidos grasos libres en el salvado de trigo extrudido con HCl al 9% en base seca, expresado como % de ácido oleico.



Gráfica A.1.2.3. Porcentaje de AGL en el Lote C (salvado de trigo extrudido con HCl al 9%).

RESULTADOS DE LAS ABSORBANCIAS LEÍDAS POR EL MÉTODO MREM

Todas las mediciones se realizaron por triplicado.

| T0 (Día 0) | | | |
|-------------------|--------------------------------------|--|---|
| | Lote 1 (salvado sin extrudir) | Lote 2 (salvado extrudido al 40% de H) | Lote 3 (Salvado extrudido con HCl al 9%) |
| 1 | 0.1068 | 0.0775 | 0.0722 |
| 2 | 0.1084 | 0.0789 | 0.0698 |
| 3 | 0.1096 | 0.0782 | 0.0715 |
| Media | 0.10826667 | 0.0782 | 0.071166667 |
| DE | 0.00114698 | 0.000571548 | 0.001007748 |
| CV | | | 1.416039012 |

| T1 (Día 14) | | | |
|--------------------|--------------------------------------|--|---|
| | Lote 1 (salvado sin extrudir) | Lote 2 (salvado extrudido al 40% de H) | Lote 3 (Salvado extrudido con HCl al 9%) |
| | 0.1421 | 0.0828 | 0.0739 |
| | 0.1431 | 0.0827 | 0.0745 |
| | 0.1446 | 0.0836 | 0.076 |
| Media | 0.14326667 | 0.083033333 | 0.0748 |
| DE | 0.0010274 | 0.000493288 | 0.000883176 |
| CV | | | 1.180716693 |

| Columna1T2 (Día 28)mna3 | | | |
|--------------------------------|--------------------------------------|--|---|
| | Lote 1 (salvado sin extrudir) | Lote 2 (salvado extrudido al 40% de H) | Lote 3 (Salvado extrudido con HCl al 9%) |
| | 0.1621 | 0.0926 | 0.0847 |
| | 0.1657 | 0.0938 | 0.0853 |
| | 0.1592 | 0.0927 | 0.0827 |
| Media | 0.16233333 | 0.093033333 | 0.084233333 |
| DE | 0.00325628 | 0.000665833 | 0.001361372 |
| CV | | | 1.616191362 |

| T3 (Día 42) | | | |
|--------------------|--------------------------------------|--|---|
| | Lote 1 (salvado sin extrudir) | Lote 2 (salvado extrudido al 40% de H) | Lote 3 (Salvado extrudido con HCl al 9%) |
| | 0.1765 | 0.0978 | 0.0901 |
| | 0.1632 | 0.0986 | 0.0907 |
| | 0.1754 | 0.098 | 0.0916 |
| Media | 0.1717 | 0.098133333 | 0.0908 |
| DE | 0.00738173 | 0.000416333 | 0.000754983 |
| CV | | | 0.831479563 |

| T4 (Día 56) | | | |
|--------------------|--------------------------------------|--|---|
| | Lote 1 (salvado sin extrudir) | Lote 2 (salvado extrudido al 40% de H) | Lote 3 (Salvado extrudido con HCl al 9%) |
| | 0.1792 | 0.1021 | 0.0956 |
| | 0.1804 | 0.1017 | 0.0942 |
| | 0.1796 | 0.1018 | 0.0938 |
| Media | 0.17973333 | 0.101866667 | 0.094533333 |
| DE | 0.00061101 | 0.000208167 | 0.000945163 |
| CV | | | 0.999819949 |

CÁLCULOS DEL PORCENTAJE DE ÁCIDO OLEICO POR EL MÉTODO MREM

| Lote 1 crudo | | | |
|---------------------|-----------------|---------------|-----------------|
| Días | micromol | factor | % Oleico |
| 0 | 1.6454 | 0.000464003 | 0.993582013 |
| 14 | 2.4409 | 0.000688334 | 1.47394818 |
| 28 | 2.8727 | 0.000810101 | 1.734692505 |
| 42 | 3.0864 | 0.000870365 | 1.863736188 |
| 56 | 3.2682 | 0.000921632 | 1.973516916 |

| Lote 2 Ext/agua | | | |
|------------------------|-----------------|---------------|-----------------|
| Días | micromol | factor | % Oleico |
| 0 | 0.9614 | 0.000271115 | 0.58054561 |
| 14 | 1.0704 | 0.000301853 | 0.646365739 |
| 28 | 1.2977 | 0.000365951 | 0.783621842 |
| 42 | 1.4136 | 0.000398635 | 0.853608565 |
| 56 | 1.5 | 0.000423 | 0.905781585 |

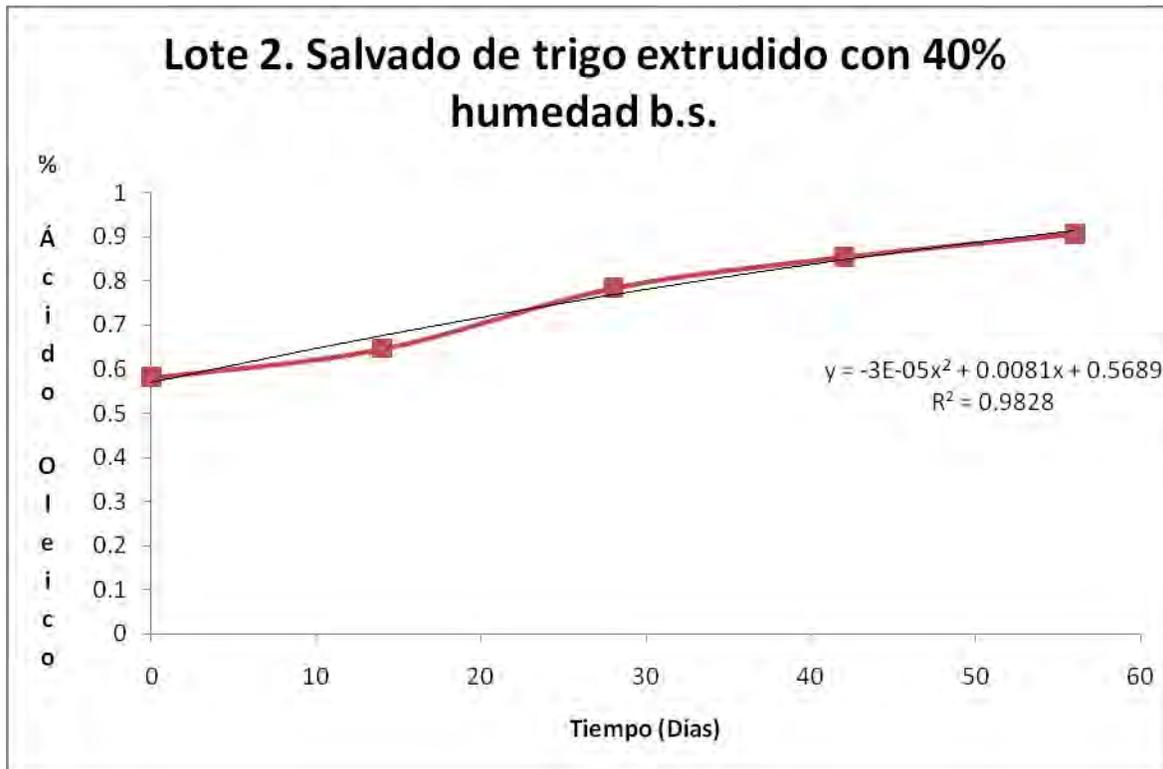
| Lote 3 Ext/HCl | | | |
|-----------------------|-----------------|---------------|-----------------|
| Días | micromol | factor | % Oleico |
| 0 | 0.8023 | 0.000226249 | 0.484472377 |
| 14 | 0.8841 | 0.000249316 | 0.533867666 |
| 28 | 1.0977 | 0.000309551 | 0.662850964 |
| 42 | 1.2477 | 0.000351851 | 0.753429122 |
| 56 | 1.3318 | 0.000375568 | 0.804213276 |

Representación gráfica del porcentaje de ácidos grasos libres (AGL) en el salvado de trigo crudo (Lote 1).



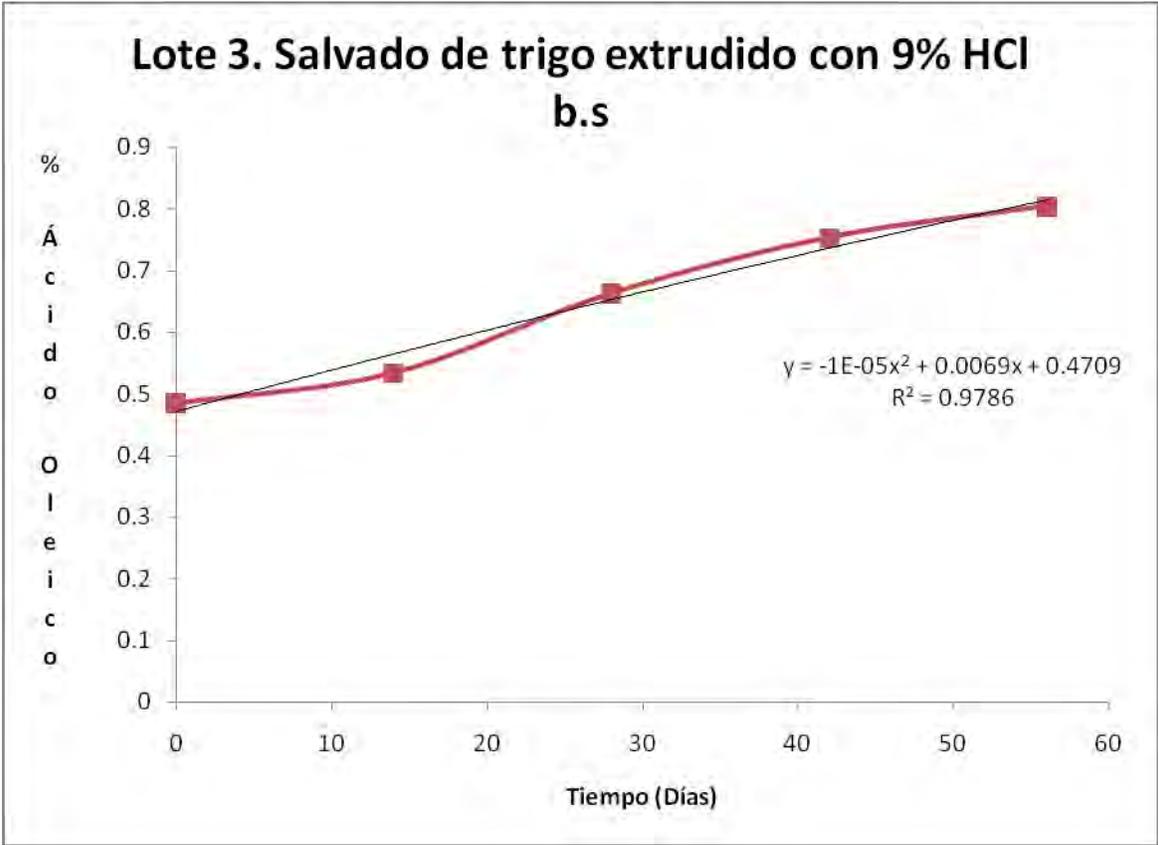
Gráfica A.1.2.4. Porcentaje de AGL en el Lote 1 (salvado de trigo crudo)

Representación gráfica del porcentaje de ácidos grasos libres (AGL) en el salvado de trigo extrudido con 40% de humedad en base seca (Lote2).



Gráfica A.1.2.5. Porcentaje de AGL en el Lote 2 (salvado de trigo extrudido con 40% de humedad en b.s).

Representación gráfica del porcentaje de ácidos grasos libres (AGL) en el salvado de trigo extrudido con HCl al 9% en base seca (Lote 3).



Gráfica A.1.2.6. Porcentaje de AGL en el Lote 3 (salvado de trigo extrudido con HCL al 9% en b.s).

ANEXO A.2 ANÁLISIS BROMATOLÓGICO

En las siguientes tablas se presentan los resultados de humedad, cenizas, proteína, fibra y lípidos en el marco de la caracterización bromatológica del salvado de trigo antes de someterlo a la extrusión ácida.

Tabla A.2.1. Caracterización del salvado de trigo previo a la extrusión ácida: Humedad

| Muestra | P_{inicial} de muestra (g) | P_{final} de la muestra (g) | Humedad (g) | % Humedad |
|----------------|---|--|--------------------|------------------|
| 1 | 9.67 | 8.73 | 0.94 | 9.72 |
| 2 | 9.14 | 8.26 | 0.88 | 9.63 |
| 3 | 9.65 | 8.72 | 0.93 | 9.64 |
| Promedio | 9.5 | 8.57 | 0.916 | 9.66 |
| Desv. Est | | | | 0.0493 |
| C.V | | | | 0.51 |

Tabla A.2.2. Caracterización del salvado de trigo previo a la extrusión ácida: Cenizas

| Muestra | P_{inicial} de muestra (g) | P_{final} de la muestra (g) | Cenizas (g) | % Cenizas |
|----------------|---|--|--------------------|------------------|
| 1 | 3.0095 | 2.8362 | 0.1733 | 5.75 |
| 2 | 3.0043 | 2.8402 | 0.1641 | 5.46 |
| 3 | 3.0062 | 2.8313 | 0.1749 | 5.82 |
| Promedio | 3.0066 | 2.8359 | 0.1707 | 5.67 |
| Desv. Est | | | | 0.190 |
| C.V | | | | 3.49 |

Tabla A.2.3. Caracterización del salvado de trigo previo a la extrusión ácida: Proteína

| Muestra | P_{inicial} de muestra (g) | mL gastados HCL 0.1N | % Nitrógeno | % Proteína |
|----------------|---|-----------------------------|--------------------|-------------------|
| 1 | 0.2976 | 5.1 | 2.759 | 17.409 |
| 2 | 0.4067 | 7.0 | 2.889 | 18.229 |
| 3 | 0.5015 | 9.0 | 2.771 | 17.485 |
| Promedio | 0.3019 | 7.03 | 2.806 | 17.707 |
| Desv. Est | | | | 0.4530 |
| C.V | | | | 2.55 |

Tabla A.2.4. Caracterización del salvado de trigo previo a la extrusión ácida: Fibra

| Muestra | P_{inicial} de muestra (g) | Crisol c/asbesto y muestra secos (g) | Peso final (g) | Fibra (g) | % Fibra |
|----------------|---|---|-----------------------|------------------|----------------|
| 1 | 2.9606 | 31.1219 | 30.7842 | 0.3377 | 11.40 |
| 2 | 2.9940 | 30.5501 | 30.1809 | 0.3692 | 12.33 |
| 3 | 2.9968 | 27.9915 | 27.6568 | 0.3347 | 11.16 |
| Promedio | 2.9838 | 29.8878 | 29.5406 | 0.3472 | 11.63 |
| Desv. Est | | | | | 0.6179 |
| C.V | | | | | 5.31 |

Tabla A.2.5. Caracterización del salvado de trigo previo a la extrusión ácida: Lípidos

| Matraz | P_{inicia} del matraz a Peso constante(g) | P_{final} del matraz con muestra extraída(g) | Grasa (g) | % Grasa |
|---------------|--|---|------------------|----------------|
| 1 | 105.5186 | 5.0530 | 0.2785 | 5.51 |
| 2 | 97.5913 | 5.0273 | 0.3096 | 6.16 |
| 3 | 116.8307 | 5.0078 | 0.2829 | 5.65 |
| Promedio | 106.6468 | 5.0293 | 0.2903 | 5.77 |
| Desv. Est | | | 0.0168 | 0.342 |
| C.V | | | | 5.92 |

Caracterización del salvado de trigo después de la extrusión

• Humedad

| Muestra 9% acidez | P_{inicial} de muestra (g) | P_{final} de la muestra (g) | Humedad (g) | % Humedad |
|--------------------------|---|--|--------------------|------------------|
| 1 | 9.85 | 9.54 | 0.31 | 3.14 |
| 2 | 9.86 | 9.54 | 0.32 | 3.24 |
| 3 | 9.46 | 9.15 | 0.31 | 3.24 |
| Promedio | | | | 3.20 |
| Desv. Est | | | | 0.057 |
| C.V | | | | 1.78 |

Caracterización del salvado de trigo después de la extrusión

• Cenizas

| Muestra 9% acidez | P_{inicial} de muestra (g) | Crisol con muestra (g) | Crisol con cenizas (g) | Cenizas (g) | % Cenizas |
|--------------------------|---|-------------------------------|-------------------------------|--------------------|------------------|
| 1 | 3.0452 | 30.2166 | 30.0482 | 0.1684 | 5.530 |
| 2 | 3.0017 | 30.7427 | 30.5696 | 0.1731 | 5.766 |
| 3 | 3.0190 | 32.8917 | 32.7167 | 0.1750 | 5.796 |
| Promedio | | | | | 5.697 |
| Desv. Est | | | | | 0.145 |
| C.V | | | | | 2.54 |

Caracterización del salvado de trigo después de la extrusión

• Proteína

| Muestra 9% acidez | P _{inicial} de muestra (g) | mL gastados HCL 0.1N | % Nitrógeno | % Proteína |
|----------------------|--|----------------------|----------------|---------------|
| 1 | 0.15 | 2.5 | 2.57 | 16.2 |
| 2 | 0.14 | 2.4 | 2.64 | 16.6 |
| 3 | 0.15 | 2.4 | 2.46 | 15.6 |
| Promedio | | | | 16.13 |
| Desv. Est | | | | 0.503 |
| C.V | | | | 3.11 |

Caracterización del salvado de trigo después de la extrusión

• Fibra

| Muestra 9% acidez | P _{inicial} de muestra (g) | Crisol c/asbesto y muestra secos (g) | Peso final (g) | Fibra (g) | % Fibra |
|----------------------|--|---|-------------------|--------------|--------------|
| 1 | 2.1493 | 28.3800 | 28.2046 | 0.1754 | 8.16 |
| 2 | 2.1634 | 28.1664 | 27.9863 | 0.1801 | 8.32 |
| 3 | 2.2017 | 28.3693 | 28.1926 | 0.1767 | 8.02 |
| Promedio | | | | | 8.16 |
| Desv. Est | | | | | 0.150 |
| C.V | | | | | 1.83 |

Caracterización del salvado de trigo después de la extrusión

▪ Lípidos

| Muestra 9% acidez | P _{inicial} de muestra (g) | P _{inicia} del matraz a Peso constante(g) | P _{final} del matraz con muestra extraída(g) | Grasa (g) | % Grasa |
|----------------------|--|---|--|--------------|-------------|
| 1 | 5.0355 | 108.3393 | 108.7448 | 0.4055 | 8.05 |
| 2 | 5.0674 | 106.3589 | 106.7716 | 0.4127 | 8.14 |
| 3 | 5.0419 | 104.9687 | 105.3754 | 0.4067 | 8.06 |
| Promedio | | | | | 8.08 |
| Desv. Est | | | | | 0.04 |
| C.V | | | | | 0.49 |

ANEXO A.3 ACERVO FOTOGRÁFICO

| | | |
|--|---|--|
| <p>Salvado de trigo "crudo" y extrudido</p>  | <p>Extrusor</p>  | <p>Espectrofotómetro</p>  |
| <p>Extracción de la grasa</p>  | <p>Titulación de la grasa extraída</p>  | <p>Balanza analítica</p>  |

| | | |
|---|--|---|
| <p>Muestra de salvado de trigo "crudo"</p>  | <p>Extracción de la grasa</p>  | <p>Formación del complejo colorido</p>  |
|---|--|---|

ANEXO A.4 ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Para el análisis estadístico se empleo el análisis de *t*-Student.

Condiciones: Salvado "crudo"

| | AOCS | MREM | D | D² |
|-----------------|-------------|-------------|----------|----------------------|
| | 1.9569 | 0.9936 | 0.9633 | 0.9279 |
| | 3.2079 | 1.4739 | 1.7339 | 3.0065 |
| | 4.4475 | 1.7347 | 2.7128 | 7.3596 |
| | 5.0839 | 1.8637 | 3.2202 | 10.3697 |
| | 5.7830 | 1.9735 | 3.8095 | 14.5120 |
| Suma | 20.4792 | 8.0395 | 12.4397 | 36.1758 |
| Promedio | 4.0958 | 1.6079 | | |

| | |
|-------------|--------|
| n=5 | |
| p= 0.05 | |
| g.l= 5-1 | 4 |
| t tabla | 2.776 |
| t calculada | 1.9562 |

Condiciones: Salvado extrudido con 40% humedad en b.s

| | AOCS | MREM | D | D² |
|-----------------|-------------|-------------|----------|----------------------|
| | 0.9301 | 0.5805 | 0.3495 | 0.1222 |
| | 1.5075 | 0.6464 | 0.8611 | 0.7415 |
| | 2.3513 | 0.7836 | 1.5677 | 2.4577 |
| | 2.9187 | 0.8536 | 2.0651 | 4.2647 |
| | 3.3359 | 0.9058 | 2.4301 | 5.9054 |
| Suma | 11.0435 | 3.7699 | 7.2736 | 13.4915 |
| Promedio | 2.2087 | 0.7540 | | |

| | |
|-------------|--------|
| n=5 | |
| p= 0.05 | |
| g.l= 5-1 | 4 |
| t tabla | 2.776 |
| t calculada | 2.6214 |

Condiciones: Salvado extrudido con 40% humedad en b.s

| | AOCS | MREM | D | D² |
|-----------------|-------------|-------------|----------|----------------------|
| | 0.7698 | 0.4845 | 0.2854 | 0.0814 |
| | 1.0213 | 0.5339 | 0.4875 | 0.2376 |
| | 1.6999 | 0.6628 | 1.0371 | 1.0755 |
| | 2.4380 | 0.7534 | 1.6846 | 2.8378 |
| | 3.0186 | 0.8042 | 2.2144 | 4.9035 |
| Suma | 8.9477 | 3.2388 | 5.7089 | 9.1360 |
| Promedio | 1.7895 | 0.6478 | | |

| | |
|-------------|--------|
| n=5 | |
| p= 0.05 | |
| g.l= 5-1 | 4 |
| t tabla | 2.776 |
| t calculada | 2.7641 |

BIBLIOGRAFÍA

- Anónimo. 2007. Cita electrónica, consultada el 22 de enero de 2007: <http://www.wholegrainscouncil.org/consumer%20guide.html> IMAGEN TRIGO
- Anónimo. 2008. Cita electrónica, consultada el 04 de junio de 2008: www.brookscole.com/.../Hibernation.html IMAGEN HIDROLISIS DE TRIACILGLICEROLES
- AOAC. 2000. Official Methods. Official Method 920.86: Fibra. Official Method 920.87: Proteína total. Official Method 923.05: Lípidos. Official Method 925.10: Sólidos y humedad. Official Method 923.03: Cenizas. W. Horwitz, editor. Association of Official Analytical Chemists. Washington, DC. EEUU.
- AOCS. 1997. Free Fatty Acids. AOCS Official method Ca 5a-40. Sampling and analysis of commercial fats and oils. 2 pp. Online Method. Dirección electrónica: orders@aocs.org.
- Arias-García, R.M.E. 2007. Caracterización reológica de mezclas de polímeros naturales, harinas de trigo y su relación estructura-propiedades en procesos de extrusión. Protocolo de tesis doctoral en ingeniería. PMyDI, UNAM. México, D.F. México.
- Arias-García, R.M.E. 2006. Extrusión de polímeros naturales: Condiciones de operación para mezclas de harina de trigo en extrusores de tornillo simple. Tesis de maestría en ingeniería. PMyDI, UNAM. México, D.F. México.
- Beare-Rogers, J., Dieffenbacher, A., Holm, J. V. 2001. Lexicon of Lipid Nutrition. IUPAC Technical Report. Pure Appl. Chem., 73(4):685–744,
- Bernárdez M., Pastoriza, L., Sampedro, G., Herrera, J., Cabo, M., 2005; Modified Method for the Analysis of Free Fatty Acids in Fish. J. Agric. Food Chem, 53(6), 1903-1906.
- Calaveras, J. 2004. Nuevo tratado de panificación y bollería. 2a edición. Editorial AMV Ediciones & Mundiprensa. Pp. 31-36. Madrid, España.
- Egan, H., Kira, R.S., Sawyer, R. 2005. Análisis químico de alimentos de Pearson. Ed. CECSA, 7ª edición, 777 pp. México D.F. México.

- Escamilla B., Varela R. 2005. Aprovechamiento integral de salvado de arroz: Extrusión ácida, alcalina y sin aditivos. Títulos de Químicos de Alimentos. Facultad de Química, UNAM. México, D.F. México.
- Escamilla-Castillo, B., Varela-Montellano, R., Sánchez-Tovar, S. A. Solís-Fuentes, J. A., Durán-de-Bazúa, C. 2005. Extrusion deactivation of rice bran enzymes by pH modification. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 107(12):871-876.
- FAO. 2008. FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. Cita electrónica, consultada el 25 de junio de 2008: http://www.fao.org/statistics/yearbook/vol_1_1/pdf/b01.pdf
- Fennema O. 2008. Fennema's Food chemistry. Edited by Srinivasan Damodaran. 4a Ed. Florida, EEUU.
- Guy, R. 2001. Extrusión en alimentos. Editorial Acribia, S.A. Pp. 5-19. Zaragoza, España.
- Harper, J.M. 1981. Extrusion of foods. Vols 1, 2. CRC Press, Boca Raton, FL. EEUU.
- Lowry, R.R., Tinsley, J.I. 1976. Rapid colorimetric determination of free fatty acids. Department of Agricultural Chemistry, Oregon State University. Corvallis, Oregon, EEUU.
- Mahadevan, S., Dillard, C. J., Tappel, A. L., 1969. A Modified Colorimetric micro method for long-chain fatty acids and its application for assay of lipolytic enzymes. *J. Analytical Biochemistry*. 27. 387-396. EEUU.
- McMurry, J. 2001. Química Orgánica, Editorial International Thomson. Quinta Edición. México, D.F. México.
- Mercier, C., Charbonniere, R., Galan, D., Guilbot, A. 1979. Structural modifications of various starches by extrusion cooking with a twin screw French extruder. En *Polysaccharydes in Foods*. J.M. Blanchard y J. Mitchel, editores. P. 153. Butterworths. Londres, Inglaterra.
- Pedrero, D. 1989. Evaluación sensorial de los alimentos/ Métodos analíticos. Editorial Alhambra. México, D.F. México.
- Rose y col, 2006. A simple method to measure lipase activity in wheat and wheat bran as a estimation of storage quality. Department of Nutrition, Dietetics and Food Science, Brigham University, Utah, EEUU.

- Rosen y Miller
- SIAP-SAGARPA. 2007. Anuario agrícola del SIAP (Servicio de información Agroalimentaria y Pesquera). Cita electrónica, consultada el 22 de diciembre de 2007:
<http://www.siap.sagarpa.gob.mx/InfOMer/analisis/antrigo.html>
- Sánchez-Tovar, S.A. 1993. Estudio del uso de modelos de superficie de respuesta para correlacionar características sensoriales y de textura de masas y tortillas elaboradas con harinas de maíz extrudidas alcalinamente. Tesis de Maestría en Ciencias de los Alimentos (Ingeniería). Facultad de Química, UNAM. México, D.F. México.
- Serna, O. 1996. Química, Almacenamiento e industrialización de los cereales. AGT Editor, S.A. México, D.F. México.
- Vaclavik, V. 2002. Fundamentos de la ciencia de los alimentos. Editorial Acribia, S.A. Pp. 75-97. Zaragoza, España.
- Wheat Flour Book. 2008. Cita electrónica, consultada el 02 de diciembre de 2008: <http://www.wheatflourbook.org/>