

20
2 Gen



Universidad Nacional Autónoma de México

Facultad de Química

DETERMINACION DE IMPUREZAS EN
ACEITES COMESTIBLES MEXICANOS

T E S I S

Que para obtener el Título de

Q U I M I C O

Presenta

IRMA CRUZ GAVILAN GARCIA



CONSEJO PROFESIONALES
FAC. DE QUÍMICA

México, D. F.

1985



Universidad Nacional
Autónoma de México



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.

INDICE

	pág
CAPITULO I	
INTRODUCCION	3
CAPITULO II	
GENERALIDADES	6
II.1 Historia	6
II.2 Composición Química	8
II.2.1 Acidos Grasos	11
II.2.2 Substancias que se Encuentran Principalmente en Aceite Bruto	14
II.2.3 Componentes Importantes en los Aceites Refinados..	16
II.2.4 Componentes que Afectan la Apariencia del Aceite..	17
II.2.5 Componentes que Ejercen Acción Sobre la Estabili- dad de los Aceites	18
II.2.6 Componentes que dan Olor y Sabor.....	19
II.2.7 Componentes con Valor Nutritivo	20
II.2.8 Contenido de Materiales Minerales	21
II.3 Propiedades Físicas de las Grasas y Aceites	22
II.3.1 Viscosidad	22
II.3.2 Tensión Superficial e Interfacial	22
II.3.3 Densidad	23
II.3.4 Punto de Fusión	23
II.3.5 Calor de Combustión	23
II.3.6 Punto de Humo, de Inflamación y Combustión	23

II.3.7 Índice de Refracción	24
II.4 Propiedades Químicas de Grasas y Aceites	25
II.4.1 Hidrólisis	25
II.4.2 Transesterificación	25
II.4.3 Saponificación con Alcalis	25
II.4.4 Oxidación	26
II.5 Manufactura	28
II.5.1 Extracción	28
II.5.2 Refinación	30
II.5.3 Decoloración y Neutralización	31
II.5.4 Hidrogenación	32
II.5.5 Desodorización	35
II.5.6 Almacenamiento	35
II.6 Producción de Aceites y Grasas Comestibles en México.	36
II.6.1 Marco Económico	37
II.6.2 Comercio Exterior	37
II.7 Marco Internacional	39
II.7.1 Espectativa de la Industria	39
II.8 Impurezas	41
II.8.1 Humedad y Materia Volátil	41
II.8.2 Insolubles	42
II.8.3 Acidez Libre	42
II.8.4 Acidez Mineral	43
II.8.5 Materia Insaponificable	43
II.8.6 Cenizas	43

II.8.7 Jabón	44
II.8.8 Metales	44
II.8.9 Metaloides	44
II.8.10 Compuestos Clorados	44
II.8.11 Aceite de Hidrocarburo	45
II.8.12 Determinación de Aceite Neutro Total	45

CAPITULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL	46
III.1 Determinación de Humedad y Materia Volátil	47
III.2 Determinación de Insolubles	48
III.3 Determinación de Acidez Libre	49
III.4 Determinación de Acidez Mineral	50
III.5 Determinación de Materia Insaponificable	51
III.6 Determinación de Cenizas	53
III.7 Determinación de Jabón	54
III.8 Determinación de Metales	55
III.9 Determinación de Metaloides	56
III.10 Determinación de Compuestos Clorados	57
III.11 Determinación de Aceite de Hidrocarburo	57
III.12 Determinación de Aceite Neutro Total	58

CAPITULO IV

RESULTADOS	60
IV.1 Planteamiento	60
IV.2 Organización	61

CUADROS DE RESULTADOS EXPERIMENTALES	63
IV.2.1 Aceite Neutro Total	63
IV.2.2 Humedad y Materia Volátil	64
IV.2.3 Insolubles	65
IV.2.4 Acidez Libre	66
IV.2.5 Materia Insaponificable	67
IV.2.6 Acidez Mineral	68
IV.2.7 Cenizas	69
IV.2.8 Jabón	69
IV.2.9 Metales	69
IV.2.10 Metaloides y Compuestos Clorados	69
IV.2.11 Aceite de Hidrocarburo	69
IV.3 Análisis	70

CAPITULO V

CONCLUSIONES	82
--------------------	----

CAPITULO VI

BIBLIOGRAFIA	85
--------------------	----

CAPITULO I

INTRODUCCION

El proceso a través del cual establecemos y alcanzamos las normas establecidas es conveniente llamarlo "Control".

Este proceso está formado por una serie de etapas, las cuales, al ser aplicadas a problemas de calidad de productos, a menudo se les llama "Control de Calidad".

Este término es el proceso de regulación, a través del cual, medimos la calidad, que al compararla con las normas vigentes se puede actuar en caso de que haya diferencia.

Mediante métodos analíticos no únicamente se eligen las materias primas más apropiadas a un proceso industrial, sino que con éstos también se vigilan diversas fases del proceso, hasta llegar al producto terminado que debe reunir determinados requisitos de normas de calidad. En la actualidad ya no hay industria de importancia que no cuente con laboratorios que controlen la fabricación de un producto en sus diferentes fases.

Todo químico, está íntimamente ligado dentro de su profesión al análisis, ya sea en la investigación, en el desarrollo de proyectos ó en la producción. Los mismos industriales se han convencido de la necesidad de tener no solo profesionistas especializados, sino también los laboratorios adecuados para controlar los procesos de que se trate.

En México se requieren aceites y grasas de origen animal y vegetal tanto para dedicarlos a fines comestibles como también-

para materias primas en diferentes ramas de la industria química.

Una considerable cantidad de grasas y aceites comestibles se consume en su forma primaria, como en carnes, nueces, cereales y productos lácteos, aunque también se consume mucho en forma de mantequilla, margarina, grasas de freír, aceites comestibles y de cocina.

Las grasas y aceites no comestibles abarcan también una amplia industria, siendo empleadas en la fabricación de jabones, aceites secantes para la industria de pinturas y barnices, aceites industriales para la industria textil y recientes avances en los que las grasas y aceites se emplean como materias primas para la síntesis de una amplia variedad de nuevos productos. -- Sin embargo, el consumo máximo de estas substancias se encuentra en la alimentación, por lo que esta tesis tiene por objeto:

Actualizar la norma de calidad para aceites comestibles mexicanos, así como ampliar la información para el control de calidad de aceites comestibles, proporcionando más técnicas para la determinación de impurezas.

Para lograr el objetivo planteado, en la presente tesis se desarrollan los siguientes capítulos:

En el capítulo de Generalidades se da un breve bosquejo sobre la manufactura de aceites mexicanos comestibles así como el significado de cada una de las impurezas a determinar en este trabajo.

En el capítulo de Desarrollo Experimental se hace mención de cada una de las técnicas empleadas para cada determinación de las impurezas. Más adelante en el capítulo de Resultados se hace un planteamiento y una organización de los datos obtenidos experimentalmente, y por último en el capítulo de Conclusiones se comparan los resultados obtenidos con la norma de calidad establecida en 1970 y se amplía dicha norma proponiendo otras determinaciones para obtener un mejor control de calidad de los aceites comestibles. (30)

CAPITULO II

GENERALIDADES

II.1 Historia. (1),(2)

La historia de los aceites comestibles principia cuando se comenzaron a aislar los aceites y grasas de los productos naturales que los contienen, para destinarlos a la alimentación ó para proporcionar a otros alimentos la cantidad de grasa deseada. En este sentido los aceites comestibles más antiguos debenhaber sido los aceites de oliva y palma, ambos de la pulpa de frutos cuyo aceite se separa por sí mismo por almacenamiento.

No es posible determinar cuando comenzaron a utilizarse, - aunque el aceite de oliva era ya conocido de los egipcios en -- los tiempos de Moisés y aún antes, y utilizado por ellos para quemarlo en las lámparas y para fines religiosos. Con anteriori-- dad a un período de mayor desarrollo, la obtención de aceites y semillas oleaginosas no debía existir, lo cual no excluye que - los pueblos de Asia Oriental, con su antigua cultura milenaria-- emplearan mucho antes los aceites de sésamo y soya en la prepa-- ración de sus alimentos. También debe datar de mucho antes el - uso del aceite de pescado como comestible por los habitantes de las regiones polares.

Por razones climáticas hay claras divisiones geográficas - de los pueblos consumidores de grasas y aceites. Los antepasa-- dos de los actuales habitantes de la Europa Central y del Norte obtenfan la casi totalidad de sus grasas comestibles de los ani

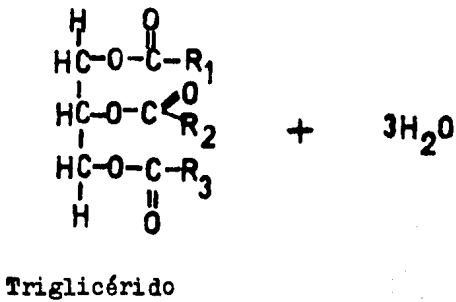
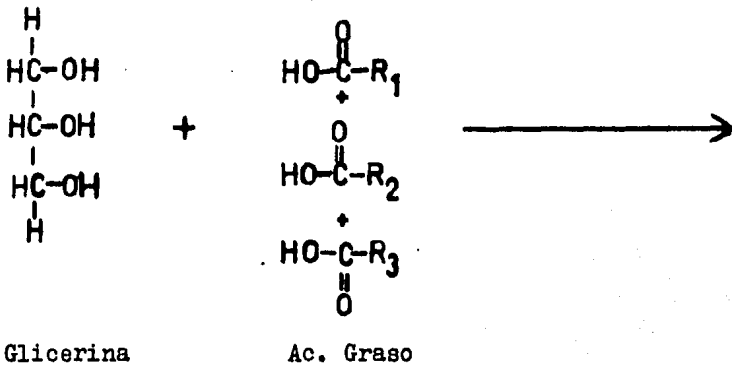
males domésticos. Por otra parte, en las más antiguas civilizaciones del sureste de Europa, Africa del Norte y Cercano y Lejano Oriente, el exceso de población había hecho imposible el uso único de grasas animales y se vieron obligados a obtener cosechas de vegetales oleaginosas. En las regiones tropicales se dan condiciones relativamente desfavorables para la cría de animales productores de grasas, en cambio, dichas regiones son muy adecuadas para el cultivo de algunas plantas oleaginosas.

Ya en el siglo XVI los aceites y grasas se encontraban como artículos comestibles; en estos últimos decenios se había creado una industria de las grasas y aceites alimenticios.

Actualmente de acuerdo a las últimas cifras reportadas la producción mundial de aceites y grasas vegetales se ha incrementado en varios millones de toneladas lo que indica que hay una tendencia creciente en la producción mundial de semillas oleaginosas.

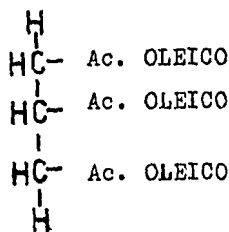
II.2 Composición Química. (3),(4),(5)

Los aceites y las grasa son sustancias de origen vegetal-
o animal que consisten predominantemente en mezclas de ésteres-
de la glicerina en los ácidos grasos, es decir, triglicéridos.

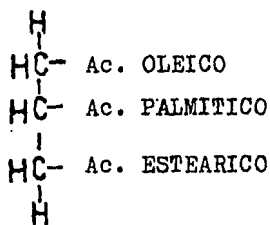


Desde el punto de vista estructural, un triglicérido puede considerarse formado por las condensaciones de una molécula de glicerina con tres de ácido graso, para dar tres moléculas de agua y una de un triglicérido.

Los triglicéridos que constituyen la fracción mayor de todas las grasas y aceites naturales se clasifican en simples y mixtos, dependiendo de su composición. Un triglicérido simple es aquel que tiene idénticos los tres radicales de ácido graso, los triglicéridos que no tienen iguales los radicales de ácido-graso se denominan triglicéridos mixtos. Las grasas y aceites naturales han sido definidas como mezclas de triglicéridos mixtos, puesto que, en la naturaleza la mayor parte de los triglicéridos se presentan como del tipo mixto.

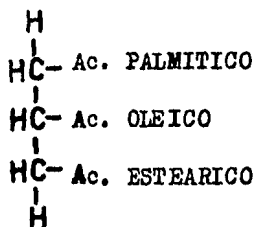


Triglicérido Simple

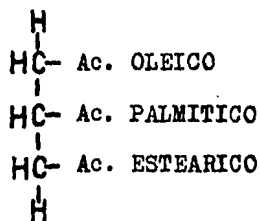


Triglicérido Mixto

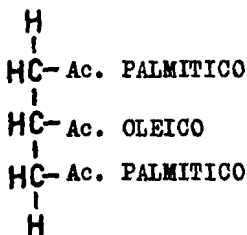
Cada triglicérido que contiene dos ó más radicales ácidos-diferentes tiene distintas formas isómeras posibles, dependiendo de la colocación de los ácidos grasos en la molécula del tri-glicérido. Dicho glicérido se nombra de acuerdo con los radicales ácidos específicos presentes y la posición relativa de estos radicales en la molécula, las tres posiciones en este radical glicérido se designan como α , β , γ ó 1, 2 y 3 respectivamente.



β -oleopalmitoestearina



β -palmitooleoesterina



2-oleodipalmitina

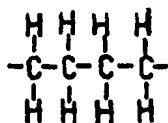
Los gliceridos simples aparecen solamente en un escaso número de grasas que contienen un solo ácido graso.

II. 2.1 Acidos Grasos

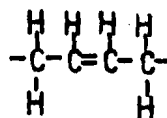
La química de los aceites y grasas es una extensión de la de los ácidos grasos. Los ácidos grasos que se encuentran en la naturaleza, en general son compuestos monobásicos alifáticos que constan de un solo grupo carboxilo situado en el extremo de una cadena lineal de átomos de carbono.

Los ácidos grasos son diferentes entre sí en el número de átomos de carbono de su cadena y en el número y posición de los enlaces dobles entre los átomos de carbono.

Los ácidos grasos en los que los átomos de carbono de su cadena están unidos a no menos de dos átomos de hidrógeno se llaman saturados. Los que contienen dobles enlaces se llaman no saturados ó insaturados. El grado de insaturación de un aceite depende del número medio de dobles enlaces de sus ácidos grasos.

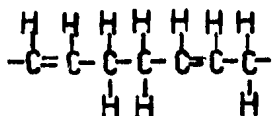


cadena de un ácido
-saturado

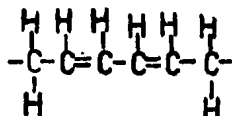


cadena de un ácido no
saturado ó insaturado

Los ácidos grasos poli-insaturados del tipo no conjugado, son los que los dobles enlaces de la cadena carbonada están --- siempre separados, por lo menos, por dos enlaces sencillos, se distinguen de los ácidos conjugados, en los que los enlaces sencillos y dobles se encuentran alternados entre los átomos de -- carbono.



cadena de un ácido
graso no conjugado



cadena de un ácido
graso conjugado

Los ácidos grasos insaturados que se encuentran en los aceites y grasas, dada su relativa dificultad de su aislamiento y caracterización, son menos conocidos que los saturados. Los ácidos grasos intensamente insaturados, con cuatro ó más enlaces dobles, que se encuentran en los aceites marinos, son difíciles de analizar por la facilidad con que se polimerizan e isomerizan por la acción del calor.

Ácidos grasos con un solo doble enlace.- El ácido oleico ó 9:10 octadecenoico, el ácido graso más ampliamente distribuido, se encuentra más ó menos en proporción en todos los aceites y grasas. Es el principal componente de la mayor parte de los aceites vegetales, alcanzando el 20% ó más del total de los áci-

dos grasos, y en muchos aceites importantes este ácido se encuentra en mayor proporción.

Acidos grasos con dos ó tres dobles enlaces.- En los aceites vegetales el ácido oleico está invariablemente asociado al ácido linoleico (2 enlaces dobles). En los aceites vegetales poco insaturados el ácido linoleico está subordinado en cantidad al oleico; pero en los más insaturados hay más linoleico que oleico.

El ácido linolénico (3 enlaces dobles), se encuentra en cantidades variables en algunos aceites insaturados, constituyendo hasta el 40% ó más del total de los ácidos grasos contenidos en estos aceites.

Acidos grasos con más de tres enlaces dobles.- El único ácido graso conocido con más de tres enlaces dobles es el ácido parinárico que ha sido encontrado en aceites de la semilla de *Parinarium laurinum*.

Acidos grasos artificiales.- Los aceites y grasas manufacturados pueden contener ácidos grasos que no se encuentran en la naturaleza y que se forman durante el proceso de transformación.

Durante la hidrogenación catalítica de aceites y grasas, se forman varios ácidos "isocleicos" ; algunos parecen ser el ácido elaidínico, otros son ácidos con un enlace doble en posición-12:13, producidos por la hidrogenación del ácido linoleico en el doble enlace 9:10 ó ácidos en los que el único enlace do-- -

ble no está en la posición normal 9:10' debido a su desplazamiento, que ha sido causado por una hidrogenación ó alguna otra causa. La isomerización puede seguir al desplazamiento del enlace-doble ó hidrogenación del enlace 12:13 de forma que se produzcan isómeros trans diferentes del ácido elaidínico. Todos los isómeros trans tienen puntos de fusión superiores al del ácido-oleico normal y posiblemente ocurre lo mismo con algunos isómeros cis.

Algunas desviaciones de los dobles enlaces, para producir ácidos conjugados u otros isómeros de los ácidos grasos naturales, se producen normalmente en el blanqueo por adsorción y probablemente también con otros procesos aplicados comunmente a los aceites comestibles.

II.2.2 Substancias que se Encuentran Principalmente en --- Aceite Bruto.

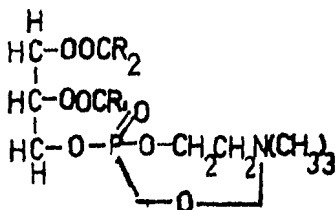
En la mayor parte de aceites y grasas, una elevada proporción de los no glicéridos se separan por hidratación o combinación con el álcali, en el curso de la refinación normal.

La cantidad de no gliceridos separables, que no sean ácidos grasos, varía considerablemente. Los productos comunmente separados en la refinación pueden considerarse que están constituidos por: Fosfátidos, hidratos de carbono y sus derivados, fragmentos proteínicos y diversas resinas y materias mucilaginosas poco identificados.

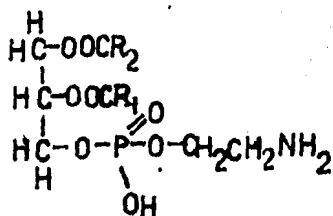
Además en la refinación alcalina, se separan los ácidos -- grasos libres resultantes de la hidrólisis parcial del aceite, -- y por otro lado se efectúa una separación parcial de esteroides, pigmentos, carotenoides, etc.

Los fosfátidos, que están asociados con las grasas y aceites en muchos tejidos vegetales y animales, están constituidos por un polialcohol esterificado con ácido graso y un ácido fosfórico.

El ácido fosfórico está a su vez combinado con un compuesto básico nitrogenado. Los dos fosfátidos más comunes son, lecitina y cefalina que se pueden considerar como triglicéridos en los que un radical ácido graso ha sido sustituido por un fosfórico.



Lecitina



Cefalina

En el caso de los aceites vegetales, los ácidos grasos que se encuentran en los fosfátidos y en los glicéridos parecen ser los mismos.

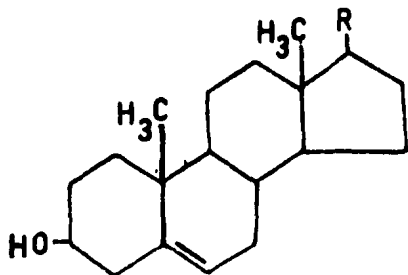
II.2.3 Componentes Importantes en los Aceites Refinados.

Los esteroides son compuestos característicos de todas las grasas y aceites naturales y en la mayoría de los casos constituyen la mayor parte de la materia insaponificable, y son químicamente inertes y no toman parte en ninguna propiedad del aceite.

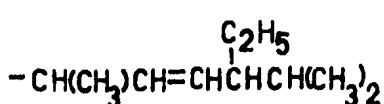
Los esteroides pueden encontrarse en los aceites, en forma libre, como ésteres de los ácidos grasos y como glucósidos. La refinación alcalina de los aceites separan parte de los esteroides por esta razón la parte jabonosa resultante de esta operación constituye una rica fuente de esteroides. El contenido de esteroides en los aceites se puede reducir por una desodorización con vapor a alta temperatura.

El esteroide característico de las grasas animales es el colesterol, los esteroides de los aceites vegetales se conocen colectivamente con el nombre de fitosteroides (β -sitosterol, estigmasterol).

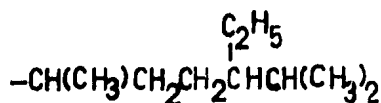
La estructura de los esteroides se representa como sigue:



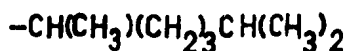
En el caso de los tres esteroides mencionados el radical R tiene la siguiente forma:



Estigmasterol



β -sitosterol

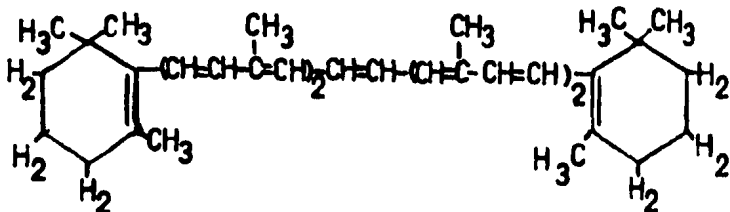


Colesterol

II.2.4 Componentes que Afectan la Apariencia del Aceite.

El característico color amarillo rojizo de la mayor parte de las grasas y aceites, se debe a la presencia de diversos pigmentos carotenoides. Estructuralmente los carotenoides están -- constituidos por cadenas de hidrocarburos altamente insaturados ó grupos isopreno, unidos formando diferentes configuraciones - cíclicas y acíclicas.

La estructura del β -caroteno es típica:



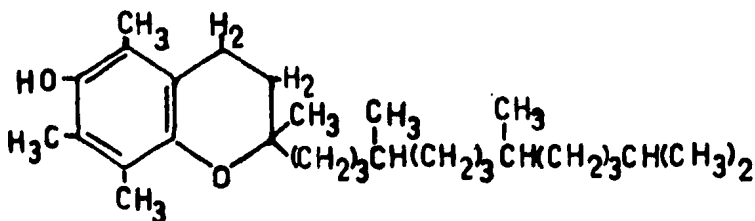
La hidrogenación en un aceite disminuye la insaturación de sus pigmentos carotenoides lo suficiente para conseguir una significativa reducción del color. Estos pigmentos son termolábiles en cierto grado.

De ahí que los aceites sean blanqueados por tratamiento a altas temperaturas, como en la dosodorización con vapor.

Los carotenos son fácilmente absorbidos por las tierras de colorantes y por el carbón activado; por consiguiente el color de un aceite pigmentado únicamente por estos compuestos, se puede disminuir hasta el valor deseado, mediante un tratamiento con absorbentes de suficiente intensidad.

II.2.5 Componentes que Ejercen Acción Sobre la Estabilidad de los Aceites.

Un importante tipo de antioxidante, son los tocoferoles -- idénticos a la vitamina E, que son antioxidantes efectivos que se han aislado de varios aceites vegetales, fueron identificados tres tocoferoles diferentes (α , β y δ tocoferoles).



α -tocoferol

el β y γ -tocoferol difieren del α -tocoferol debido a que poseen un grupo metilo, como sustituyente en el anillo bencénico.

En el tocoferol β los grupos metilos están en posición 5- y 8 y en el γ -tocoferol están en posición 7 y 8. La pérdida de tocoferoles en los procesos comerciales de tratamiento de aceites vegetales comestibles, es relativamente pequeña. Un máximo de un 6% del total, se ha dado como pérdida en el blanqueo y un reducido tanto por ciento en la desodorización, mientras que en la hidrogenación no hay pérdida.

II.2.6 Componentes que dan Olor y Sabor.

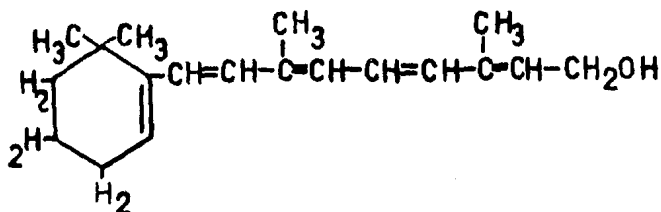
Los materiales que contribuyen a dar olor y sabor a las grasas y aceites, se encuentran solamente en muy reducida proporción y se alteran ligeramente, por destilación, en corriente de vapor a alta temperatura.

Los compuestos odoríferos de los aceites vegetales son notables por su baja volatilidad, ciertos sabores y olores no son debidos solamente a la presencia de compuestos volátiles y por consiguiente, separables, sino que están íntimamente relacionados con la composición en ácidos grasos del aceite.

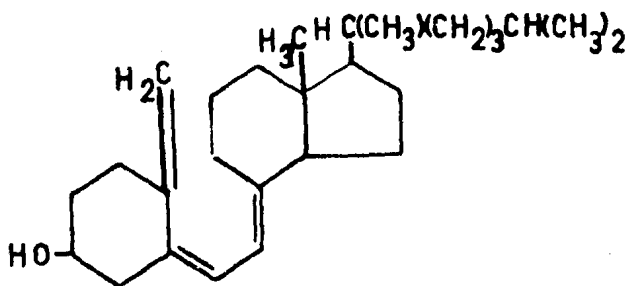
Estas substancias se eliminan por desacidificación cuando éstas son de naturaleza ácida y además por adsorción en los procesos de decoloración, terminando estos procesos con una desodorización, con el fin de eliminar completamente todas las materias olorosas y sápidas.

II.2.7 Compuestos con Valor Nutritivo.

Las grasas y aceites son una importante fuente de vitaminas liposolubles, tales como A, D y E.



Vitamina A



Vitamina D Natural

La vitamina A podemos considerarla como derivada del β -caroteno por ruptura de la cadena hidrocarbonada por la mitad y adición de una molécula de agua a cada fragmento. Esta transformación se produce en el cuerpo humano, por lo que los β -carotenos se consideran como provitamina A.

La vitamina D está relacionada con los esteroides, por su estructura de anillos condensados, difieren de la de aquellos en que tiene el segundo anillo bencénico abierto.

La vitamina E, se encuentra en los aceites en forma de tocoferoles, que ya hemos mencionado como antioxidantes.

II.2.8 Contenido de Materiales Minerales.

Los aceites comerciales, aún los bien refinados contienen trazas de fósforo, por la presencia de fosfátidos residuales y trazas de jabones sódicos procedentes de la neutralización alcalina.

Se supone que los aceites comerciales contienen metales pesados, debido a su contacto con el equipo metálico, en el proceso de refinación, pero probablemente no es éste el único origen de los mismos, ya que no existen razones para negar, que los aceites como en otros productos vegetales los metales procedan del suelo donde se desarrollan.

La neutralización alcalina y el blanqueo por adsorción y en algunos casos, solamente el blanqueo produce una separación totalmente efectiva de los metales pesados contenidos en los aceites.

II.3 Propiedades Físicas de las Grasas y Aceites. (6)

II.3.1 Viscosidad

Los aceites deben su relativa alta viscosidad a la estructura en largas cadenas de sus moléculas de glicéridos; en general, la viscosidad de los aceites disminuye ligeramente con un aumento de su grado de insaturación; por otra parte, los que -- contienen ácidos grasos de bajo peso molecular son algo menos -- viscosos que aquellos cuyo grado de saturación es equivalente, -- pero contienen solamente ácido de elevado peso molecular.

En los aceites, como en muchos otros líquidos, hay una relación aproximadamente lineal, dentro de intervalos limitados -- entre el logaritmo de la viscosidad y el de la temperatura.

II.3.2 Tensión Superficial e Interfacial

La tensión superficial aumenta al crecer la longitud de la cadena del ácido.

La tensión superficial disminuye con el aumento de temperatura.

La tensión interfacial, como la tensión superficial, cambia con relativa lentitud con el aumento de la temperatura.

En las grasas y aceites comerciales, la tensión interfacial disminuye considerablemente, por la presencia de monoglicéridos, ácidos grasos libres ó trazas de jabones.

II.3.3 Densidad

La densidad de los ácidos grasos y glicéridos aumenta al -- disminuir su peso molecular y al aumentar su grado de insatura-- ción. A las temperaturas a que se calientan los aceites en el -- proceso de refinación, desde 65.6°C a 260°C la densidad varía -- linealmente con la temperatura, disminuyendo.

II.3.4 Punto de Fusión

Los puntos de fusión de los ácidos grasos aumenta con la -- longitud de la cadena y disminuye con un aumento de la insatura-- ción. Los puntos de fusión de los ácidos grasos componentes de - un triglicérido, se reflejan en los puntos de fusión de los mono di y triglicéridos.

II.3.5 Calor de Combustión

Los calores de combustión de los ácidos grasos saturados -- aumenta con la longitud de la cadena carbonada, mientras que los valores para los ácidos grasos no saturados son ligeramente más-- bajos que los de los ácidos grasos saturados de una misma longi-- tud.

Los triglicéridos tienen, substancialmente, el mismo calor-- de combustión que los ácidos grasos de que se componen.

II.3.6 Punto de Humo, de Inflamación y Combustión

Los punto de humo, inflamación y combustión de un aceite -- son la medida de su estabilidad térmica, cuando se calienta en - contacto con el aire. El punto de humo es la temperatura a la -- que los productos de la descomposición se desprenden en cantidad

suficiente para hacerse visibles; el punto de inflamación es la temperatura a la que estos productos se desprenden a un ritmo - tal que son capaces de inflamarse, sin mantener la combustión; - y el punto de combustión es la temperatura a la que se sostiene la combustión.

II.3.7 Índice de Refracción

El índice de refracción está relacionado con el peso molecular medio y con el grado de insaturación, el índice de refracción tanto de las grasas como de los ácidos grasos aumenta con la longitud de la cadena hidrocarbonada y el número de enlaces dobles en ella.

El índice de refracción de los glicéridos simples es considerablemente más alto que el de los correspondientes ácidos grasos.

El índice de refracción de los glicéridos mixtos, están generalmente próximos a la correspondiente mezcla de glicéridos mixtos.

La presencia de enlaces dobles conjugados produce una marcada exaltación del índice de refracción.

II.4.1 Propiedades Químicas de Grasas y Aceites. (7),(8)

II.4.1 Hidrólisis

Los triglicéridos de las grasas se pueden hidrolizar, para dar ácidos grasos y glicerina.



esta reacción es reversible, hasta llegar a un equilibrio dependiendo de la concentración de los reaccionantes y de los productos de la reacción.

La reacción hidrolítica es catalizada por los ácidos, por los compuestos que forman jabones con los ácidos grasos y por otras sustancias tales como enzimas lipoprotéicas que permiten efectuar una hidrólisis rápida.

II.4.2 Transesterificación

Los ésteres de los alcoholes más sencillos se preparan de la reacción directa de un alcohol y una grasa, en la que se desplaza a la glicerina.



II.4.3 Saponificación con Alcalis

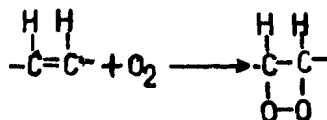
Es cuando reacciona una grasa con un álcali, donde se obtiene glicerina y una sal ó jabón del metal alcalino con el ácido graso.



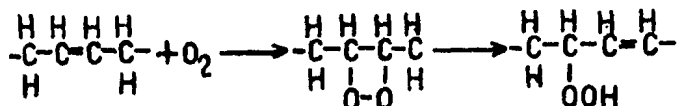
lo cual es la base industrial del jabón.

II.4.4 Oxidación

La oxidación de una grasa, es la acción del oxígeno al enlace doble de la cadena de un ácido graso para formar compuestos inestables llamados peróxidos.



en el caso del ácido oleico.

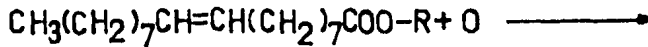


El mecanismo envuelve, la migración del enlace doble al punto de la adición del oxígeno. Las modernas teorías suponen que el oxígeno ataca a las grasas en pocos puntos, después de esto la reacción prosigue por un mecanismo en cadena con radicales libres activados.

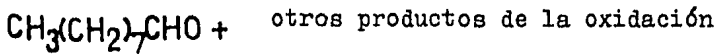
Los peróxidos formados parecen ser relativamente estables de tal manera que se concentración aumenta más ó menos paralelamente a la absorción de oxígeno por la grasa. En esta última fase, comienza a descomponerse, reaccionando entre sí ó con o-

ros compuestos causantes de la rancidez con modificación de olor y sabor. El agudo y desagradable olor a rancio, se cree que es debido principalmente a la presencia de aldehídos de peso molecular medio.

Estos compuestos se forman por la oxidación y ruptura de una cadena de un ácido graso.



Glicérido de ácido oleico



Aldehído nonanoico

II.5 Manufactura. (9)

Los aceites comestibles no se consumen bajo la forma de -- substancias originales oleaginosas, se tratan posteriormente -- puesto que los aceites vegetales crudos no son apropiados para su consumo como comestibles.

El tratamiento del aceite vegetal es una fase importante de la tecnología de las grasas y aceites. En la figura 1 se -- muestra un esquema típico de algunas operaciones de la manufactura de grasas y aceites. La mayor parte de los aceites vegetales importantes del comercio, se extrae de las semillas por diversos métodos de prensado o extracción.

II.5.1 Extracción. (10)

La separación de los aceites y grasas a partir de productos oleaginosos animales y vegetales, constituye una rama propia y es especializada de la tecnología de las grasas y aceites. La diversidad de características de los distintos productos -- grasos da lugar también a distintos procedimientos de extracción, tales como la fusión, el prensado y la extracción con disolvente. Sin embargo, todos estos procedimientos tienden a -- los mismos fines que son: primero, obtener el aceite sin alteraciones y desprovisto de impurezas; segundo, máximo rendimiento, de acuerdo con la economía del proceso; y tercero, conseguir un residuo o torta de máxima calidad.

La extracción de los aceites vegetales presenta mayores -- dificultades ya que las plantas y, sobre todo, las semillas --

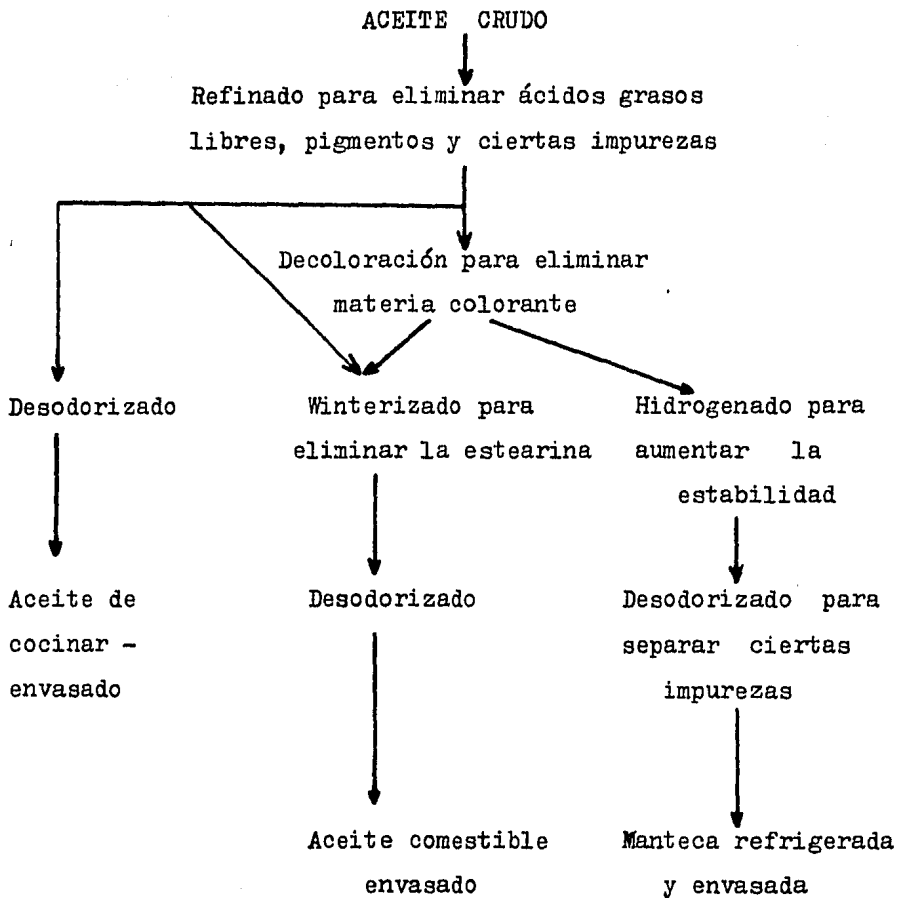


Figura 1

oleaginosas contienen considerables cantidades de productos só lidos asociados con el aceite.

Como auxiliares de las operaciones de prensado o extracción, existen otras de realización más ó menos delicadas. Las semillas oleaginosas deben descortezarse, siempre que sea posible antes de extraerle el aceite, tanto para incrementar la capacidad de la instalación, como para evitar pérdidas, por absorción en las cortezas; después de lo cual, se muele ó tritura, para reducir las a finas partículas que se someten a tratamiento térmico a fin de hacer las paredes de las células oleaginosas permeables al aceite y obtener éste en libertad; a menos que se le vaya a someter a extracción con disolvente, en cuyo caso el tratamiento térmico no es generalmente necesario.

II.5.2 Refinación. (11)

Se refiere a cualquier tratamiento purificador, destinado a eliminar los ácidos grasos libres, fosfátidos ó productos mu cilaginosos.

La refinación alcalina de un aceite con sosa cáustica reduce fácilmente el contenido en ácidos grasos libres, a valores de bajo porcentaje. Sin embargo con un álcali más débil, - tal como el carbonato sódico, es difícil reducir el contenido de ácidos grasos a valores muy bajos.

Por medio de la refinación alcalina, también se elimina, - casi completamente, fosfátidos, productos no fosfátidos como -

hidratos de carbono y fragmentos de proteínas.

Este tratamiento se lleva a cabo por medio de vapor a alta temperatura, eliminando una cantidad pequeña, aunque importante de esteroides y tocoferoles de los aceites vegetales.

II.5.3 Decoloración y Neutralización. (12)

La neutralización y la decoloración son procesos estrechamente relacionados.

El método de neutralización es el tratamiento del aceite con un álcali. La neutralización alcalina realiza una completa eliminación de los ácidos grasos libres, que se transforman en jabones insolubles en el aceite. Del mismo modo se combinan con el álcali, otras sustancias ácidas y se eliminan algunas impurezas del aceite, por adsorción en el jabón formado en el proceso. Se eliminan también otras sustancias que se insolubilizan por hidratación. El álcali más empleado en la neutralización de los aceites es la sosa cáustica, cuya acción decoloradora es mucho más efectiva que los otros álcalis más débiles. Sin embargo, la sosa cáustica tiene la desventaja de saponificar una parte pequeña del aceite neutro, además de neutralizar los ácidos grasos libres. Por esta razón en ocasiones se usan otros álcalis, tales como carbonato y bicarbonato de sodio.

También se han propuesto como agentes de neutralización algunas bases orgánicas, tales como las etanoaminas, por su acción selectiva sobre los ácidos libres del aceite.

Ciertas impurezas, tales como fosfátidos, proteínas y sus productos de degradación y sustancias gomosas mucilaginosas, son solubles en el aceite, sólo en su forma anhidra, y se pueden eliminar por precipitación con una sola simple hidratación. Esta se efectúa haciendo pasar una corriente de vapor a través del aceite ó mezclándolo con agua ó soluciones ligeramente acuosas.

Puesto que los ácidos grasos son más volátiles que los glicéridos es posible eliminarlos por arrastre en corriente de vapor, a altas temperaturas y baja presión.

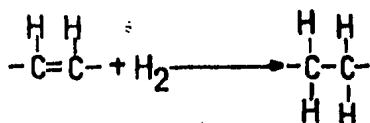
El método ordinario de decoloración es la adsorción ó tratamiento del aceite con tierra ó carbón decolorante. Los distintos métodos químicos de decoloración, aplicados a grasas no comestibles, dependen de la oxidación de los pigmentos, con formación de productos incoloros ó ligeramente coloreados. La mayor parte de los métodos de desacidificación son causa simultánea de una considerable disminución del color del aceite.

Los pigmentos carotenoides no son completamente estables al calor y se transforman en compuestos incoloros por reducción; de aquí que se produzcan efectos decolorantes, simultáneamente con las operaciones de hidrogenación y desodorización

II.5.4 Hidrogenación. (13)

La hidrogenación de una grasa consiste en una adición directa de hidrógeno a los enlaces dobles de la cadena de los --

ácidos grasos;



Por lo tanto el grado de hidrogenación de un aceite está relacionado directamente con su índice de yodo; la adición de un mol de hidrógeno corresponde a la absorción de un mol de yodo.

En principio, la hidrogenación es un procedimiento de transformación de los aceites líquidos en grasas semisólidas, de consistencia plástica, adecuada para la fabricación de grasas de cocina y margarina. En la hidrogenación se obtienen también otras ventajas, tales como el aumento de la estabilidad y mejorar el color de la grasa.

Para que la reacción se produzca, se necesita la intervención de un catalizador. El catalizador empleado en una hidrogenación comercial se compone básicamente de níquel, aunque se agregan pequeñas cantidades de cobre, aluminio, por su acción-promotora.

Durante la hidrogenación, el catalizador se mantiene en suspensión en el aceite, y se separa del mismo, al final de la operación por filtrado. Para que se produzca la hidrogenación, es necesario, que estén presentes a una temperatura y presión adecuada, el hidrógeno, el aceite líquido y el catalizador sólido.

do. Se puede suponer que, en la práctica corriente, se disuelve el hidrógeno en el aceite y esto, cargado de hidrógeno, se pone en contacto con el catalizador por medios mecánicos. En este tipo de instalación corriente, la reacción se lleva a cabo por agitación del aceite con el catalizador en suspensión dentro de un recipiente cerrado en atmósfera de hidrógeno.

La agitación de la mezcla de aceite y catalizador efectúa la doble función de promover la disolución de hidrógeno en el aceite y renovar el aceite presente en la superficie del catalizador.

La solubilidad del hidrógeno y otros gases en el aceite, al revés de lo que ocurre en el agua, aumenta, al incrementar la temperatura, y por supuesto, al aumentar la presión. La velocidad a que se produce la hidrogenación, según las condiciones indicadas, dependen de la temperatura, naturaleza del aceite, actividad y concentración del catalizador y velocidad a la cual se encuentran juntos, en la superficie activa del catalizador, las moléculas de hidrógeno y las del aceite no saturado. La composición y carácter del producto hidrogenado, pueden variar, según sean las posiciones de los enlaces dobles que se hidrogenan, aparte la aparición de ciertos fenómenos de isomerización, que dependen, en gran parte de las condiciones de la hidrogenación.

II.5.5 Desodorización. (14)

La desodorización se emplea para el tratamiento, cuyo objetivo primario es la eliminación de trazas de compuestos que afectan al olor y al sabor, este procedimiento sigue normalmente a la neutralización y decoloración.

La desodorización con vapor, es factible debido a las grandes diferencias que existen entre la volatilidad de los triglicéridos y la de las sustancias que dan el sabor y el olor indeseable a los aceites y grasas. Esencialmente es un proceso de destilación en corriente de vapor, en el cual las sustancias odoríferas y de mal sabor, relativamente volátiles se separan del aceite relativamente no volátil. La operación se lleva a cabo a temperatura elevada, para aumentar la volatilidad de los componentes odoríferos; aplicando una presión reducida, durante la operación se protege el aceite caliente contra la oxidación, se impide la hidrólisis indebida del aceite por acción del vapor de agua y se disminuye considerablemente la cantidad necesaria de éste.

II.5.6 Almacenamiento. (15)

Los aceites vegetales ricos en tocoferol, limpios y secos se almacenan en tanques de gran capacidad, durante períodos indefinidos, sin seria alteración; las grasas animales, más pobres en antioxidantes, se almacenan menos satisfactoriamente.

II.6 Producción de Aceites y Grasas Comestibles en México

(16)

La industria de aceites y grasas comestibles se integran por las empresas que proceden principalmente de semillas oleaginosas, utilizando diversos sistemas para obtenerlos.

El número de establecimientos ha mostrado variaciones durante el período analizado. De 112 empresas registradas en 1970, se disminuyó a 83 en 1975, por la desaparición de negocios, provocado por la escasez de materia prima a mediados de la década. No obstante, en los años siguientes se establecieron nuevas empresas y para 1980 su número ascendió a 90 establecimientos.

EVOLUCION DEL NUMERO DE EMPRESAS

CONCEPTO	1970	1975	1976	1977	1978	1979	1980
Número de Establecimientos	112	83	87	91	92	92	90

Su ubicación está distribuida en 22 estados de la república y se concentran en las principales zonas de producción y consumo de oleaginosas: 25% en la Cd. de México; 21% en Jalisco; 9% en el Edo. de México; 6% en Nuevo León; 6% en Sonora y el resto distribuido en los estados de Veracruz, Coahuila, Du-

rango, Puebla, Sinaloa, Michoacán, Guerrero, etc.

II.6.1 Marco Económico

Oferta- Durante el periodo analizado el volumen global de la producción creció a una tasa media anual del 8.6% sin embargo, a nivel desagregado se observa que mientras la producción de pastas se incrementó a un ritmo anual del 13.4%, los aceites y grasas comestibles lo hicieron solamente al 2.6%, lo cual refleja que el consumo de aceites y grasas vegetales por habitante se redujo de 12.5 Kg en 1970 a 12.3 Kg en 1980.

EVOLUCION DEL VOLUMEN Y VALOR DE LA PRODUCCION DE LA RAMA

	1970	1975	1976	1977	1978	1979	1980
Producción:							
Volumen total	1131.5	1512.0	1665.9	1646.7	1701.6	1761.4	2582.0
(miles de Ton)							
Aceites y grasas							
(miles de Ton)	633.7	651.8	741.4	700.7	721.6	741.4	830.6

II.6.2 Comercio Exterior

Las importaciones de aceites y grasas vegetales refinadas han experimentado fluctuaciones en función de los resultados de las casechas nacionales. Sin embargo sus volúmenes han sido relativamente reducidos ya que únicamente se recurre al mercado externo en situaciones sumamente críticas en el abasteci---

miento nacional.

En 1973 y en 1974, años en que se importaron los mayores volúmenes de aceite en el lapso analizado, significaron el -- 6.2% y el 4.7% de la producción nacional, respectivamente.

IMPORTACIONES DE ACEITE

(toneladas)

Aceite	1970	1971	1972	1973	1974
Soya	3008	13	22	25937	79336
Ajonjolí	—	—	1	1862	1812
Algodón	7087	—	1	24318	4179
Copra	—	231	36	17423	1622
Olivo	1	1	4	110	97
Margarina	239	1311	35195	2136	158

	1975	1976	1977	1978	1979	1980
	10108	3070	15249	33740.0	13.8	42.1
	—	—	17	1.1	2.3	2.1
	42	1	0.2	2.7	0.8	2.4
	742	11606	—	—	—	—
	29	64	0.3	27	2.0	—
	358	260	241	349	261.9	451.2

II.7 Marco Internacional. (16)

De acuerdo a datos preliminares, la producción mundial de aceites y grasas vegetales alcanzó en 1979 un total de 31.8 millones de toneladas lo que representa un incremento de 12.5% -- respecto al año precedente, en el que se había logrado un aumento de 17.4%.

II.7.1 Espectativa de la Industria

Materias Primas- De acuerdo a la tendencia observada en -- los últimos once años, así como las perspectivas en cuanto a -- rendimiento por hectárea y superficie cosechada, se estiman las siguientes cifras de producción nacional de oleaginosas para -- los próximos cinco años.

De conservarse las tendencias de la última década, se espera que la producción global de estas semillas alcance en 1985 un total de 2405.0 toneladas, lo que representa un incremento de 3.8%, promedio anual durante el lapso proyectado. Esta situación hace previsible que las importaciones continuen a fin de estar en condiciones de satisfacer los requerimientos de materia prima de la industria.

Oferta de la Industria.- Se estima que la oferta nacional de aceites y grasas comestibles que se genera con la materia prima nacional, se incrementará a una tasa media anual de 4.8% durante el período 1981-1985.

PROYECCION DE LA OFERTA NACIONAL DE PRODUCTOS OLEAGINOSOS
(miles de ton) &

Concepto	1981	1982	1983	1984	1985
Aceites y					
Grasas	521.7	564.1	586.2	611.0	629.9
Comestibles					

& Incluye únicamente la materia prima nacional.

Los principales obstáculos a la creación de nuevas empresas en la rama, están representados por un alto nivel de competencia e inestabilidad en el suministro de materia prima. Los montos de inversión requeridos para nuevas plantas fluctúan entre 20 y 70 millones de pesos.

PROYECCION DE LA OFERTA NACIONAL DE PRODUCTOS OLEAGINOSOS
(miles de ton) &

Concepto	1981	1982	1983	1984	1985
Aceites y					
Grasas	888.0	912.0	934.0	995.0	1018.0
Comestibles					

& Incluye materia prima importada.

Para que la industria alcance la producción que se ha fijado en sus programas de inversión y desarrollo, en 1981 necesitará importar 1.1 millones de toneladas de oleaginosos, lo que representa 53% de la producción nacional.

II.8 Impurezas. (17)

Las impurezas abarcan aquellas, que frecuentemente tienen límites específicos fijados en los contratos de compra-venta - de aceites vegetales.

Corrientemente existen limitaciones en el contenido de humedad, impurezas insolubles y materia insaponificable, en los-contratos referentes a grasas animales no comestibles.

Los límites especificados no incluyen generalmente la cantidad de jabón, aceite mineral y otras impurezas. No obstante, se consideran corrientemente como no naturales y por tanto, -- constituyentes indeseables de aceites tanto animales como vegetales.

II.8.1 Humedad y Materia Volátil

El agua es ligeramente soluble en aceite y por lo tanto - su presencia, no es corriente excepto en pequeñas cantidades.- Los productos desodorizados, tales como aceite de mesa que contiene solo trazas de humedad.

Debido a que los aceites comestibles contienen substan---cias no acuosas volátiles en cantidades variables, por lo que- la pérdida en peso representa la humedad y las otras substan--cias que puedan ser volátiles como alcoholes de bajo peso mole- cular.

La cantidad de materia volátil depende del producto y de- las condiciones de temperatura a la cual se trata la muestra.- Por lo general la materia volátil no acuosa, presente en acei

tes desodorizados comestibles es bajo.

II.8.2 Insolubles

Este término en la industria de aceites y grasas, se le da a toda substancia extraña a excepción de la humedad y materia volátil, y consta de arena, jabones cálcicos, materia nitrogenada de origen vegetal, grasas oxidadas y materia mineral

Según la American Oil Chemist's Society, las impurezas -- son "polvo,harina y otras substancias insolubles en queroseno ó éter de petróleo".

La naturaleza del disolvente en un grado considerable determina la composición de las materias insolubles.

II.8.3 Acidez Libre

La presencia de ácidos grasos libres en aceites es el resultado de la hidrólisis de algunos de los triglicéridos.

Para su determinación se acostumbra reportarlo como el % de ácidos grasos libres y los cálculos se hacen generalmente -- suponiendo que el peso molecular del ácido graso libre es el -- del ácido oleico.

Debido a que los ácidos grasos son ácidos débiles es necesario usar una base fuerte (NaOH) para su valoración y también usamos fenoftaleina como indicador en solución alcohólica, no lo hacemos en solución acuosa debido a que el aceite no es soluble en agua.

II.8.4 Acidez Mineral

La presencia de acidez mineral es debido a que durante la decoloración las arcillas utilizadas son arcillas ácido activadas con ácido sulfúrico o clorhídrico, los cuales alteran tanto la superficie de las partículas que les dan un poder decolorante pero que posiblemente al retener el aceite le dé cierto carácter ácido.

Para su determinación usamos un álcali diluido (NaOH 0.01 N), usando fenoftaleina como indicador y lo reportamos tomando como base el peso molecular del ácido clorhídrico.

II.8.5 Materia Insaponificable

Según lo define la American Oil Chemist's Society "son -- substancias que se encuentran en grasas y aceites que no pueden saponificarse por álcalis cáusticos, pero que son solubles en disolventes corrientes de las grasas.

Se incluyen los más altos alcoholes alifáticos, esteroides pigmentos e hidrocarburos".

De acuerdo a la definición dada por la International Fat-Commission, esta comprende materia insaponificable natural a las grasas (esteroides e hidrocarburos) y también materia orgánica no volátil a 100°C ajenas a las grasas.

II.8.6 Cenizas

Las cenizas son el residuo inorgánico que queda después de la incineración de la muestra.

Generalmente el contenido de cenizas es bajo y consta de-

substancias metálicas combinadas en forma de jabón.

II.8.7 Jabón

Los aceites refinados con álcalis tienen pequeñas cantidades de jabón.

Los jabones sódicos, se encuentran en aceites que han sido refinados con carbonato ó hidróxido de sodio, pero también puede haber jabones de otros metales.

II.8.8 Metales

Los metales contenidos en aceites y grasas vegetales generalmente se deben al contacto de aquellos con el equipo ó en alguna otra operación en su elaboración.

Los metales, por lo general, se encuentran en las grasas y aceites vegetales en unas pocas partes por millón.

II.8.9 Metaloides

La presencia de metaloides tales como el fósforo es debido a la presencia de fosfátidos residuales en los aceites y grasas vegetales.

II.8.10 Compuestos Clorados

Esta detección se lleva a cabo debido a que es de gran interés, considerando que estos compuestos provienen de agentes insecticidas y fungicidas que se usan para preservar y desinfectar las semillas oleaginosas. Se considera que se encuentra en muy pequeñas cantidades.

II.8.11 Aceite de Hidrocarburo

Los aceites de hidrocarburos, tales como aceites de petróleo ó minerales, especialmente los empleados, como lubricantes y combustibles, pueden encontrarse como contaminantes de los aceites glicéridos. Los orígenes más frecuentes de tal contaminación son los vagones cisternas y barcos, empleadas para transportar aceites comestibles.

II.8.12 Determinación de Aceite Neutro Total

Para determinar la pureza de los aceites comestibles, se recurre en la mayoría de los casos a la determinación de aceite neutro total.

Con lo que podemos darnos cuenta del aproximado porcentaje de impurezas en aceites comestibles.

CAPITULO III
DESARROLLO EXPERIMENTAL

Los aceites comestibles vegetales que se utilizaron para las determinaciones de las impurezas, se escogieron de tal manera que, fueron las marcas más vistas en el mercado y las más accesibles.

- | | |
|---------------|-----------------|
| 1) Cordial | 7) Kártamus |
| 2) 1-2-3 | 8) Alianza |
| 3) Casa | 9) Grano de Oro |
| 4) Libertador | 10) Mazeite |
| 5) Marfil | 11) Capullo |
| 6) Maravilla | 12) Colón |

Las determinaciones de impurezas que se realizaron a los aceites comestibles vegetales fueron:

- | | |
|--|--------|
| 1) Determinación de Humedad y Materia Volátil. | (HyMV) |
| 2) Determinación de Impurezas Insolubles. | (I) |
| 3) Determinación de Acidez Libre. | (AcL) |
| 4) Determinación de Acidez Mineral. | (AcM) |
| 5) Determinación de Materia Insaponificable. | (MI) |
| 6) Determinación de Cenizas. | (C) |
| 7) Determinación de Jabón. | (J) |
| 8) Determinación de Metales. | (M) |
| 9) Determinación de Metaloides. | (Md) |
| 10) Determinación de Compuestos Clorados. | (Cl) |
| 11) Determinación de Aceite de Hidrocarburo. | (AH) |
| 12) Determinación de Aceite Neutro Total. | (ANT) |

La muestra se tomó directamente de su envase, evitando en todo momento su contaminación.

III.1 Determinación de Humedad y Materia Volatil. (HyMV)

(18)

Pesar 5 g de muestra en una cápsula tarada, previamente - desecada y enfriada en un desecador.

Colocarla en una estufa de aire y secar durante una hora - a $101 \pm 1^{\circ}\text{C}$. Retirar de la estufa, enfriar en un desecador a - temperatura ambiente y pesar.

Repetir el proceso hasta que la pérdida en peso no exceda de 0.05% por cada período de secado de una hora.

Cálculo:

$$\% \text{ humedad y materia volátil} = \frac{P \times 100}{p}$$

donde:

P = pérdida en peso; (g)

p = peso de la muestra; (g)

III.2 Determinación de Insolubles (I). (19)

Se pesan 10 g de muestra y se filtran a través de un papel filtro, que previamente se ha colocado a peso constante a $100 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

Lavar el papel filtro con 25 ml de éter de petróleo (previamente destilado), 3 veces seguida. Después de que se ha lavado totalmente el papel filtro, se seca el papel y su contenido durante 30 minutos en una estufa a 100°C hasta peso constante.

Cálculo:

$$\% \text{ impurezas insolubles} = \frac{a \times 100}{p}$$

donde:

a = aumento en peso; (g)

p = peso de la muestra; (g)

III.3 Determinación de Acidez Libre (AcL). (20)

Pesar la cantidad de 10 g. de muestra en un matraz Erlenmeyer y agregar 50 ml de alcohol etílico previamente neutralizado.

Valorar con NaOH 0.10 N usando fenoftaleína como indicador y agitando vigorosamente hasta la aparición del primer color rosa permanente, de la misma intensidad que la del alcohol etílico neutralizado antes de la adición de la muestra. El color debe persistir durante 30 segundos.

Cálculo:

$$\% \text{ acidez libre como } \begin{array}{l} \text{ácido oleico} \end{array} = \frac{(V) (N) (28.2)}{p}$$

donde:

V = volumen de álcali gastado; (ml)

N = normalidad del hidróxido de sodio

28.2 = miliequivalentes de ácido oleico por 100

p = peso de la muestra; (g)

III.4 Determinación de Acidez Mineral (AcM). (20)

Se pesan aproximadamente 50 g de muestra en un embudo de separación de unos 500 ml. Lavar el aceite con 50 ml de agua - destilada y caliente, moviendo el embudo pero sin agitación vigorosa, si se agita muy fuerte pueden formarse emulsiones muy-estables.

Extrae la capa de agua pasándola a otro embudo de separación. Repetir dos veces el lavado con agua caliente recogiendo unos 150 ml de agua de lavado en el embudo separador.

Extraer cualquier ácido graso de las aguas de lavado con éter de petróleo. Valorar este lavado con NaOH 0.01 N, utilizando fenoftaleína como indicador. Se alcanza el punto final - de la valoración, cuando la adición de una sola gota de solución alcalina produzca un leve pero definido cambio de color - rosa que persiste durante 30 segundos.

Cálculo:

$$\% \text{ acidez mineral como} \\ \text{ácido clorhídrico} = \frac{(V) (N) (0.0365) (100)}{p}$$

donde:

V = volumen de álcali gastado; (ml)

N = normalidad del hidróxido de sodio

0.0365 = miliequivalentes del HCl

p = peso de la muestra; (g)

III.5 Determinación de Materia Insaponificable (MI). (21)

Pesar alrededor de 5 g de muestra, en un matraz boia de - 100 ml y añadir 30 ml de alcohol etílico y 5 ml de KOH al 50 % Hervir suave pero regularmente bajo un condensador a reflujo - durante una hora ó hasta saponificación completa. Es esencial una saponificación completa. Pasar la mezcla de saponificación a un embudo de separación y lavar el matraz de saponificación con 40 ml de alcohol etílico al 95% y vaciar éste al embudo de separación, completar el lavado empleando primero 20 ml de -- agua caliente y después 20 ml de agua fría, vaciando estos lavados en el embudo de separación, luego lavar el matraz con un poco de éter de petróleo y añadir los lavados al embudo.

Enfriar el embudo y su contenido a temperatura ambiente - y añadir 50 ml de éter de petróleo. Tapar el embudo y agitarlo vigorosamente durante un minuto por lo menos. Separar la capa superior tan completamente como sea posible, teniendo cuidado de no arrastrar ni la más mínima cantidad de la capa inferior.

Las fracciones de éter de petróleo se acumulan en un embudo de separación. Repetir la extracción por lo menos 4 veces - más empleando porciones de 50 ml de éter de petróleo cada vez, agitando vigorosamente cada extracción. Lavar los extractos -- reunidos en el embudo de separación, 3 veces con porciones de 25 ml de alcohol etílico al 10% en agua destilada, agitando vi gorosamente y retirando la capa de alcohol después de cada lavado, teniendo cuidado de eliminar nada de la capa de éter de

petróleo, secar el éter de petróleo con sulfato de sodio anhidro.

Pasar el extracto de éter de petróleo a un matraz tarado y evaporarlo a sequedad en un rotavapor. Después de evaporar, pesar el matraz, recoger el residuo en 50 ml de alcohol etílico templado y que haya sido neutralizado previamente hasta un color rosa.

Valorar con NaOH 0.02 N hasta el mismo color rosa y que persiste durante 30 segundos.

Realizar una determinación en blanco a la vez que la muestra semejante en todos los detalles, pero omitiendo la muestra

Cálculo:

g. de ácido graso en el extracto = (V) (N) (0.056)

% materia insaponificable = $\frac{(R - G - B) (100)}{p}$

donde:

V = volumen del álcali gastado; (ml)

N = normalidad del hidróxido de sodio

0.056 = miliequivalentes del KOH

R = peso del residuo; (g)

G = gramos de ácido graso en el extracto

B = peso del residuo del blanco; (g)

p = peso de la muestra; (g)

III.6 Determinación de Cenizas (C). (22)

Colocar a peso constante una cápsula de porcelana a 550--650 °C. Añadir 25 g de muestra a la cápsula y calentar suavemente con un mechero, hasta que la superficie de la muestra empieza a arder. Reducir la cantidad de llama hasta que el calor que proporcione sea suficiente para mantener la combustión de la muestra.

Cuando se ha quemado suficiente muestra como para permitir la adición de más cantidad, retirar el mechero, dejar enfriar hasta que deje de arder y añadir una segunda cantidad pesada de muestra. Debe emplearse un total de 75-100 g de muestra. Continuar calentando hasta carbonización y pasar la cápsula a una mufla.

Calentar a 550-650°C durante una hora. Retirar de la mufla enfriar ligeramente y enfriar en un desecador a temperatura ambiente, pesar y repetir el calentamiento en la mufla hasta que se obtenga peso constante.

Cálculo:

$$\% \text{ cenizas} = \frac{P \times 100}{p}$$

donde:

P = peso del residuo; (g)

p = peso de la muestra; (g)

III.7 Determinación de Jabón (J). (23)

Pesar 125 g de muestra en un embudo separador de 500 ml- y añadir 25 ml de ácido clorhídrico concentrado y agitar vigorosamente durante varios minutos. Añadir con una pipeta 100 ml de agua destilada caliente, agitar durante 2 minutos y dejar reposar durante 20 minutos.

Pasar 100 ml de la solución acuosa a un vaso de 250 ml y evaporar a sequedad, en una parrilla. Asegurándose de que no pase nada de aceite en estos 100 ml ya que el aceite obstaculiza el proceso subsiguiente. Después de evaporar la solución a sequedad continuar el calentamiento durante 4 ó 5 minutos más. Retirar el vaso de la parrilla, enfriar un poco y adicionar 50 ml de agua destilada. Evaporar de nuevo a sequedad, calentar como se ha dicho anteriormente y repetir el tratamiento completo. Enfriar, añadir 10 ml de agua destilada y 1 ml de solución de cromato de potasio, y valorar cualquier cloruro presente con AgNO_3 0.01 N.

Realizar una determinación en blanco a la vez que la muestra semejante en todos los detalles, pero omitiendo la muestra

Cálculo:

$$\% \text{ jabón como oleato sódico} = \frac{(V - B) (0.00304) (100)}{p}$$

donde:

V = volumen de nitrato de plata gastado; (ml)

B = volumen consumido por el blanco; (ml)

p = peso de la muestra; (g)

0.00304 = miliequivalentes del oleato sódico por la normalidad del AgNO_3

III.8 Determinación de Metales (M). (24)

Se pesan 2.5 g de muestra y se someten a una pirólisis - lenta a una temperatura entre 350-450°C.

Se completa la calcinación en una mufla a 450°C durante - una hora.

Cálculo:

$$\% \text{ metales} = \frac{(R) (100)}{p}$$

donde:

R = peso del residuo; (g)

p = peso de la muestra; (g)

III.9 Determinación de Metaloides (Md). (25)

Se realiza un ensayo para la determinación de azufre y fósforo por medio de una fusión alcalina de la siguiente manera:

En un tubo de ensaye completamente seco se toma un trozo de sodio y se funde en un mechero Fisher, hasta observar que se desprenden vapores blancos, se deja enfriar y se adicionan 5 ± 1 gota de muestra, se calienta al rojo vivo y se deja enfriar, este procedimiento se repite 2 veces más. Se adiciona un mililitro de alcohol etílico, el cual reaccionará con el sodio que haya en exceso, se evapora lentamente el alcohol y se calienta al rojo vivo, el producto de la reacción se recolecta en 20 ml de agua, la cual se hierve ligeramente y se filtra.

La solución resultante es con la que se determinará azufre y fósforo.

Azufre.- Se toman unos mililitros de la solución resultante de la fusión alcalina y se acidula con ácido acético y se agregan unas gotas de acetato de plomo saturado, si aparece un precipitado negro nos indica la presencia de azufre, prueba positiva.

Fósforo.- Se toman unos mililitros de la solución resultante de la fusión alcalina y se acidula con ácido nítrico concentrado y se calienta ligeramente, se agregan unas gotas de molibdato de amonio al 10% y si se obtiene un precipitado amarillo nos indica la presencia de fósforo.

III.10 Determinación de Compuestos Clorados (Cl). (25)

Se toman unos mililitros de la solución resultante de la fusión alcalina y se acidula con unas gotas de ácido nítrico -- diluido, se calienta ligeramente y se le agregan unas gotas de AgNO_3 al 5%, si se obtiene un precipitado blanco nos indica la presencia de cloruros.

III.11 Determinación de Aceite de Hidrocarburo (AH). (26)

Colocar un mililitro de muestra en un matraz bola y se le añade 1 ml de solución acuosa de KOH al 60% y 25 ml de alcohol-etílico al 95%, se hierve bajo reflujo con agitación constante hasta que la saponificación sea completa (10 minutos), después se añaden 25 ml de agua destilada y se mezcla, si se observa -- una ligera turbidez indica prueba positiva.

III.12 Determinación de Aceite Neutro Total (ANT). (27)

Pesar 10 ± 0.1 g de muestra, vaciarla a un embudo de separación, añadir 50 ml de éter de petróleo y agitar el embudo para disolver la muestra. Agregar 10 ml de una solución de KOH al 14 %, tapar y agitar vigorosamente durante 3 minutos. Añadir 25 ml de alcohol etílico al 50%. Tapar y agitar durante 0.05 minutos, dejar reposar hasta que se separen las dos fases de alcohol y éter.

La capa superior se pasa a un segundo embudo de separación, que contiene el aceite neutro y se agregan 35 ml de alcohol etílico al 50%. Tapar y agitar bien, el alcohol sirve para extraer la pasta jabonosa que haya quedado en el aceite neutro. Se deja reposar y la capa de éter se pasa a un matraz bola tarado. La solución jabonosa se extrae con 50 ml de éter de petróleo 2 veces más como se ha descrito antes. Los extractos de éter se recogen en el matraz bola y se secan sobre sulfato de sodio, se evapora el disolvente hasta asegurarse que no ha quedado nada de éste.

Se pesa el matraz previamente tarado.

Realizar una determinación en blanco a la vez que la muestra.

Cálculo:

$$\% \text{ aceite neutro total} = \frac{(S - B) (100)}{p}$$

donde:

S = peso del residuo; (g)

B = peso del residuo del blanco; (g)

p = peso de la muestra; (g)

CAPITULO IV

RESULTADOS

IV.1 Planteamiento. (28), (29)

Siguiendo los objetivos planteados en esta tesis, propuesto ya en la introducción, se intenta como un aspecto aplicativo de esta tesis, el establecer límites que faciliten determinar la calidad de los aceites comestibles.

Se calcularán intervalos numéricos que regulen el marco de referencia para todos y cada uno de los ensayos realizados.

Así por ejemplo, para aceite neutro total existe un valor de Aceite Neutro Total mínimo (ANT_m) y otro valor de Aceite Neutro Total máximo (ANT_M), de tal manera que, cualquier valor de Aceite Neutro Total (ANT_x) cumpla con la condición:

$$ANT_m \leq ANT_x \leq ANT_M$$

de la misma forma para humedad y materia volátil;

$$HyMV_m \leq HyMV_x \leq HyMV_M$$

para insolubles;

$$I_m \leq I_x \leq I_M$$

para acidez libre;

$$AcL_m \leq AcL_x \leq AcL_M$$

para acidez mineral;

$$AcM_m \leq AcM_x \leq AcM_M$$

Análogamente para cada una de las pruebas restantes; Materia Insaponificable, Cenizas, Jabón, Metales, Metaloides y Compuestos Clorados y Aceite de Hidrocarburo.

En este trabajo se tratará de determinar que valores se proponen para; ANT_m , ANT_M , $HyMV_m$, $HyMV_M$, I_m , I_M , AcL_m , AcL_M , - etc.

IV.2 Organización.

Para el trabajo experimental se escogieron 12 diferentes marcas de aceites comestibles vegetales, que ya fueron mencionados en el capítulo de Desarrollo Experimental. El trabajo se organizó de la siguiente manera:

Un primer lote que consta de 12 aceites comestibles vegetales, adquiridos en tiendas de descuento especial.

Un segundo lote que consta de 12 aceites comestibles vegetales, obtenidas en tiendas de descuento.

A cada aceite de cada lote se le realizaron las determinaciones por duplicado.

Los resultados obtenidos para cada una de las determinaciones, de la parte experimental son presentados de la siguiente forma:

Cuadro 1. Determinación de Aceite Neutro Total.

Cuadro 2. Determinación de Humedad y Materia Volátil.

Cuadro 3. Determinación de Insolubles.

Cuadro 4. Determinación de Acidez Libre.

Cuadro 5. Determinación de Acidez Mineral.

Cuadro 6. Determinación de Materia Insaponificable.

Cuadro 7. Determinación de Cenizas.

Cuadro 8. Determinación de Jabón.

Cuadro 9. Determinación de Metales.

Cuadro 10. Determinación de Metaloides y Compuestos Clorados.

Cuadro 11. Determinación de Aceite de Hidrocarburo.

Cada cuadro de resultados consta de ocho columnas.

La primera columna es de la marca del aceite.

La segunda y tercera columna, es el primer lote, que tiene sus dos determinaciones, con sub-índice 1 y 2.

La cuarta y quinta columna, es el segundo lote, que tiene sus dos determinaciones, con sub-índice 3 y 4.

La sexta columna, son los valores mínimos obtenidos de -- las cuatro determinaciones por cada aceite, señalada con sub-índice "m".

La séptima columna, son los valores máximos obtenidos de las cuatro determinaciones para cada aceite, señalada con sub-índice "M".

Y la octava columna, incluye el valor promedio de los resultados numéricos registrados en la columna segunda, tercera, cuarta, y quinta, (promedio aritmético).

Las correcciones se han hecho eliminando los datos con asterisco (*), en base a lo explicado en las páginas 72, 73 y 74.

CUADRO DE RESULTADOS EXPERIMENTALES

IV.2.1 Aceite Neutro Total (ANT).

No.	Marca de Aceite	ANT ₁	ANT ₂	ANT ₃	ANT ₄	ANT _m	ANT _M	<ANT>
1	Cordial	99.71	98.90	99.60	99.00	98.90	99.71	99.30
2	1-2-3	98.81	98.76	99.00	98.57	98.57	99.00*	98.78
3	Casa	98.78	98.70	99.20	99.00	98.70	99.20*	98.95
4	Libertador	99.80	99.90	98.50	98.65	98.50	99.90	99.20
5	Marfil	99.57	99.40	99.50	99.20	99.20*	99.57	99.38
6	Maravilla	99.59	99.60	99.00	99.00	99.00*	99.60	99.30
7	Kártamus	99.74	99.70	98.52	98.60	98.52	99.74	99.17
8	Alianza	99.43	98.92	99.81	98.93	98.92	99.81	99.36
9	Grano Oro	98.50	99.90	99.53	99.46	98.50	99.90	99.20
10	Mazeite	99.67	99.00	98.13	99.39	98.13	99.67	98.90
11	Capullo	97.88	99.00	99.85	99.32	97.88	99.85	98.86
12	Colón	99.97	99.00	98.33	99.60	98.33	99.97	99.15

En las notaciones anteriores, los símbolos se refieren a -
lo siguiente:

"m" mínimo "M" máximo <> promedio

El menor de todos los mínimos es: 97.88

El mayor de todos los máximos es: 99.97

IV.2.2 Humedad y Materia Volátil (HyMV).

No	Marca de Aceite	HyMV ₁	HyMV ₂	HyMV ₃	HyMV ₄	HyMV _m	HyMV _M	<HyMV>
1	Cordial	0.290	0.260	0.000	0.028	0.000	0.290	0.145
2	1-2-3	0.800	0.080	0.225	0.100	0.080*	0.800	0.440
3	Casa	0.210	0.024	0.270	0.056	0.024	0.270	0.147
4	Libertador	0.118	0.040	0.131	0.000	0.000	0.131	0.065
5	Marfil	0.045	0.024	0.039	0.031	0.024	0.045	0.034
6	Maravilla	0.029	0.018	0.001	0.035	0.001	0.035 [†]	0.018
7	Kártamus	0.000	0.018	0.000	0.027	0.000	0.027*	0.013
8	Alianza	0.029	0.068	0.019	0.023	0.019	0.068	0.043
9	Grano Oro	0.040	0.210	0.043	0.083	0.040*	0.210	0.061
10	Mazeite	0.039	0.056	0.075	0.052	0.039*	0.075	0.057
11	Capullo	0.019	0.028	0.009	0.042	0.009	0.042 [#]	0.025
12	Colón	0.026	0.059	0.009	0.032	0.009	0.059	0.034

En las notaciones anteriores, los símbolos se refieren a -
lo siguiente:

"m" mínimo "M" máximo <> promedio

El menor de todos los mínimos es: 0.000

El mayor de todos los máximos es: 0.800

IV.2.3 Insolubles (I).

No	Marca de Aceite	I_1	I_2	I_3	I_4	I_m	I_M	$\langle I \rangle$
1	Cordial	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000*	0.000
2	1-2-3	0.000	0.040	0.070	0.000	0.000	0.070	0.035
3	Casa	0.019	0.000	0.030	0.000	0.000	0.030*	0.015
4	Libertador	0.069	0.024	0.059	0.000	0.000	0.069	0.034
5	Marfil	0.074	0.059	0.000	0.000	0.000	0.074	0.037
6	Maravilla	0.000	0.049	0.000	0.000	0.000	0.049	0.024
7	Kártamus	0.076	0.058	0.000	0.000	0.000	0.076	0.038
8	Alianza	0.075	0.025	0.024	0.000	0.000	0.075	0.037
9	Grano Oro	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000*	0.000
10	Mazeite	0.000	0.060	0.049	0.000	0.000	0.049	0.024
11	Capullo	0.000	0.020	0.000	0.000	0.000	0.020*	0.010
12	Colón	0.000	0.060	0.044	0.000	0.000	0.060	0.030

En las notaciones anteriores, los símbolos se refieren a -
lo siguiente:

"m" mínimo "M" máximo $\langle \rangle$ promedio

El menor de todos los mínimos es: 0.000

El mayor de todos los máximos es: 0.076

IV.2.4 Acidez Libre (AcL).

No	Marca de Aceite	AcL ₁	AcL ₂	AcL ₃	AcL ₄	AcL _m	AcL _M	<AcL>
1	Cordial	0.149	0.148	0.036	0.034	0.034	0.149	0.091
2	1-2-3	0.070	0.120	0.170	0.050	0.050	0.170	0.110
3	Casa	0.054	0.037	0.092	0.109	0.037	0.109	0.073
4	Libertador	0.053	0.036	0.030	0.051	0.030	0.053*	0.041
5	Marfil	0.050	0.210	0.082	0.087	0.050	0.210	0.130
6	Maravilla	0.017	0.080	0.106	0.067	0.017	0.106	0.061
7	Kártamus	0.092	0.150	0.070	0.072	0.070*	0.150	0.110
8	Alianza	0.056	0.147	0.036	0.036	0.036	0.147	0.091
9	Grano Oro	0.120	0.090	0.089	0.053	0.053	0.120	0.086
10	Mazeite	0.200	0.150	0.070	0.075	0.070*	0.200	0.135
11	Capullo	0.110	0.090	0.074	0.054	0.054	0.110	0.082
12	Colón	0.075	0.050	0.087	0.074	0.050	0.087*	0.068

En las notaciones anteriores, los símbolos se refieren a -
lo siguiente:

"m" mínimo "M" máximo <> promedio

El menor de todos los mínimos es: 0.017

El mayor de todos los máximos es: 0.210

IV.2.5 Materia Insaponificable (MI).

No	Marca de Aceite	MI ₁	MI ₂	MI ₃	MI ₄	MI _m	MI _M	< MI >
1	Cordial	0.820	0.410	0.390	0.530	0.390	0.820	0.605
2	1-2-3	1.368	1.006	1.220	0.690	0.690	1.368	1.029
3	Casa	0.600	0.730	1.450	0.300	0.300	1.450	0.870
4	Libertador	0.300	0.000	1.010	1.110	0.000	1.110	0.550
5	Marfil	0.830	0.400	0.610	0.740	0.400	0.830	0.615
6	Maravilla	0.118	0.700	0.176	0.134	0.118	0.700	0.409
7	Kártamus	1.530	0.590	0.220	0.153	0.153	1.530	0.841
8	Alianza	0.160	0.890	1.000	1.380	0.160	1.380	0.770
9	Grano Oro	1.120	1.032	0.750	1.500	0.750*	1.500	1.120
10	Mazeite	1.370	1.470	1.530	1.060	1.060*	1.530	1.290
11	Capullo	0.790	1.140	0.605	1.920	0.605*	1.920	1.260
12	Colón	0.970	0.870	0.703	1.460	0.703*	1.460	1.080

En las notaciones anteriores, los símbolos se refieren a -
lo siguiente:

"m" mínimo "M" máximo < > promedio

El menor de todos los mínimos es: 0.000

El mayor de todos los máximos es: 1.920

IV.2.5 Acidez Mineral (AcM).

No.	Marca de Aceite	AcM ₁	AcM ₂	AcM ₃	AcM ₄	AcM _m	AcM _M	<AcM>
1	Cordial	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
2	1-2-3	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
3	Casa	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
4	Libertador	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
5	Marfil	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
6	Maravilla	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
7	Kártamus	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
8	Alianza	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
9	Grano Oro	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
10	Mazeite	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
11	Capullo	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---
12	Colón	0.000	0.000	0.000	0.000	---	---	---

En las notaciones anteriores, los símbolos se refieren a -
lo siguiente:

"m" mínimo

"M" máximo

<> promedio

Nota:

Los cuadros de resultados experimentales relativos a las determinaciones de Cenizas (C), Jabón (J), Metales (M), Metaloides y Compuestos Clorados (MdyCl) y - Aceite de Hidrocarburo (AH), no se presentan debido a que los resultados fueron de cero, similar al cuadro de resultados de Acidez Mineral (AcM).

IV.3 Análisis.

El ordenamiento de los resultados obtenidos en los cuadros ayuda al propósito que se pretende.

Se esquematizará para Aceite Neutro Total, el tratamiento por el cual se han determinado los parámetros ANT_m y ANT_M .

Como se ha procedido a manejar los datos de Aceite Neutro Total, de igual forma se ha procedido con los datos de las demás pruebas.

El Universo de datos de Aceite Neutro Total del trabajo experimental de esta tesis, lo forma el conjunto de "N" datos, -- siendo $N=48$.

La idea más simple para determinar ANT_m sería buscar en la sexta columna, que corresponde a la columna de mínimos, el valor ANT más pequeño de todos; esto es 97.88.

Análogamente, para determinar ANT_M nos encontramos el valor de 99.97 como el más grande de la séptima columna.

Es obvio, que cualquier dato de Aceite Neutro Total, que pertenezca al universo citado, caerá siempre en el intervalo.

$$97.88 \leq ANT_x \leq 99.97$$

Con esto el problema de determinar los parámetros ANT_m --- (97.88) y ANT_M (99.97), quedaría resuelto.

Sin embargo, es natural suponer que cualquier dato de Aceite Neutro Total que no pertenezca a este universo de datos (propio tan solo de esta tesis), puede tener dos alternativas:

Primera, que quede incluido en la regla anterior;

Segundo, que no quede incluido. ¿ Que probabilidad hay pa-

ra cualquiera de los dos casos?

No se puede saber, al menos con tan solo estos datos. Los valores 97.88 y 99.97 no tiene ninguna confiabilidad, como para elegirlos de límites en la regla que se desea establecer, ya -- que es muy factible, que solo por casualidad son el mayor y menor respectivamente, de todo el universo en este experimento.

Por esta razón no conviene darles tal crédito de confianza a los valores 97.88 y 99.97.

Se debe ensayar algún medio diferente.

Otra idea menos simple, pero no complicada, es la de determinar el valor promedio de todos los Aceites Neutros Totales -- menores; esto es, hallar el valor $\langle \text{ANT}_m \rangle$ que es promedio aritmético de los doce datos de la sexta columna.

$$\langle \text{ANT}_m \rangle = (1 / n) \sum_{k=1}^{n=12} \quad ; \quad (\text{ANT}_m) = 1183.15 / 12$$

De igual modo, podemos evaluar el valor promedio de todos los valores de Aceite Neutro Total mayores, ó sea el promedio, -- de los doce datos en la séptima columna:

$$\langle \text{ANT}_M \rangle = (1 / n) \sum_{k=1}^{n=12} \quad ; \quad (\text{ANT}_M) = 1195.92 / 12$$

y entonces hallamos otros nuevos límites del intervalo:

$$98.59 \leq \text{ANT}_x \leq 99.66$$

Se observa que el intervalo definido por estos límites, es más estrecho que el anterior. El intervalo inicial incluía 2.09 unidades de extensión, siendo que este nuevo intervalo se reduce a 1.07 unidades de extensión, esto es 1.02 unidades más pequeñas que el primero; (esto es una reducción en un 48.8% de extensión).

Al hacer un breve análisis del nuevo intervalo, se observa que:

A) Siete datos, del universo de $N = 48$, quedan por debajo del límite inferior ($\langle \text{ANT}_m \rangle = 98.59$) ó sea difieren por defecto a la regla, siete datos de los 48 representan un 14.58% de N ó sea $0.1458 N$.

B) Diez datos del universo de $N = 48$, quedan por arriba del límite superior ($\langle \text{ANT}_M \rangle = 99.66$) ó sea difieren por exceso a la regla, diez datos de los 48 representan un 20.83% de N , ó sea $0.2083 N$.

C) En consecuencia $0.1458 N + 0.2083 N = 0.3541 N$ ó 35.41% de los 48 datos del universo no son incluidos en la regla.

Treinta y cinco punto cuarenta y uno por ciento de falla en la regla, es apreciable.

Esto obliga a que se reconsidere el proceder para evaluar los límites ANT_m y ANT_M .

Se puede hacer algunos ajustes y correcciones que afirmen la exactitud de la regla. A continuación se menciona la corrección aplicada.

De los doce datos de la sexta columna, el análisis estadís

tico revela que algunos de los datos se disparan de la media y además se espera que con la corrección el límite inferior disminuya; en consecuencia los datos de alto valor dentro de la columna de mínimos deben descartarse (señalados con asterisco), y redeterminar el promedio aritmético de todos los demás.

$$\text{mínimo corregido} = 984.95 / 10 = 98.49 \quad (*)$$

Por otro lado, la corrección debe conducir a un aumento del límite superior, a fin de optimizar la eficiencia del intervalo, de tal manera que los datos de bajo valor, en la séptima columna (señalados con asterisco), deben descartarse y también redeterminar el promedio aritmético de los restantes.

$$\text{máximo corregido} = 997.72 / 10 = 99.77 \quad (*)$$

Así pues el siguiente intervalo, que incluye una corrección será:

$$98.49 \leq \text{ANT}_x \leq 99.77$$

el cual comprende 1.275 unidades de extensión (0.205 unidades mayor que el anterior y 0.815 unidades menor que el primero).

Con respecto a este intervalo último, se observa que, tres datos (6.25 % de N) difieren por defecto y seis datos (12.50 % de N) difieren por exceso; esto se refiere a que 0.1875 N no son incluidos en esta regla, ó dicho de otro modo, la regla:

$$98.49 \leq \text{ANT}_x \leq 99.77$$

predice 81.25 % de los casos expuestos en la parte experimental de esta tesis.

La corrección (*) fue útil, pues amplió el intervalo y en consecuencia aumentó la eficiencia.

Evidentemente el intervalo ideal.

$$ANT_m \leqslant ANT_x \leqslant ANT_M$$

que tiene 100 % de eficiencia no es algo simple de determinar.

Se requiere un trabajo extenso en cantidad de datos por -- acumular y profundo en cantidad; con el mínimo de errores experimentales y el máximo de correcciones apropiadas.

(*) Los datos que se disparan tienen una mayor desviación relativa. Si el propósito fuese minimizar la variancia deberían eliminarse los valores muy excedentes y también los muy defectivos, pero tan solo se decide hacerlo con los excedentes a fin de bajar más el límite inferior del intervalo.

Nota: En las tablas que a continuación se presentan, se -- han usado las siguientes literales y signos para esquematizar -- las siguientes ideas:

Símbolo	Idea
A	Número de ensayo.
B	Procedimiento usado en el ensayo.
	Fueron tres procedimientos; a saber:

- P(I) Simple elección del mayor y del menor - de todos los datos incluidos en el universo de N elementos.
(N=48 datos en cada una de las pruebas de la parte experimental de esta tesis)
- P(II) Determinación de los promedios aritméticos de todos los mínimos y todos los máximos, (en la sexta y séptima columna de cada una de las tablas de resultados)
- P(III) Corrección estadística del procedimiento P(II).
- C Regla (intervalo) que se concluye.
- D Extensión del intervalo (expresado en - las unidades propias de cada parámetro)
- E Confiabilidad de la regla deducida, (expresada en porcentaje de casos predecibles por la regla, dentro del universo de N elementos).
- F Confiabilidad de fallas (por defecto y por exceso). Se refiere al porcentaje - de casos que no son predecibles por la regla.

IV.3.1 Aceite Neutro Total (ANT).

A	B	C	D	E	F
1°	P(I)	$97.88 \leq \text{ANT}_x \leq 99.97$	2.090u	?	No determinadas
2°	P(II)	$98.59 \leq \text{ANT}_x \leq 99.66$	1.070u (a)	64.59%	14.58% (7 datos) por defecto. 20.83% (10 datos) por exceso.
3°	P(III)	$98.49 \leq \text{ANT}_x \leq 99.77$	1.275u (b)	81.25%	6.25% (3 datos) por defecto. 12.50% (6 datos) por exceso.

Notas:

La -u- en la columna -D- se refieren a las unidades propias de cada parámetro.

(a) Este intervalo es 1.020u más pequeño que el primero.

(b) Este intervalo es 0.205u mayor que el segundo y ---
0.815u menor que el primero.

? No determinada.

IV.3.2 Humedad y Materia Volátil (HyMV).

A	B	C	D	E	F
1°	P(I)	$0.000 \leq \text{HyMV}_x \leq 0.800$	0.800u	?	No determinadas.
2°	P(II)	$0.020 \leq \text{HyMV}_x \leq 0.171$	0.151u (c)	62.51%	22.91% (11 datos) por defecto. 14.58% (7 datos) por exceso.
3°	P(III)	$0.009 \leq \text{HyMV}_x \leq 0.216$	0.206u (d)	77.09%	12.50% (6 datos) por defecto. 10.41% (5 datos) por exceso.

Notas:

La -u- en la columna -D- se refiere a las unidades propias de cada parámetro.

(c) Este intervalo es 0.649u más pequeño que el primero.

(d) Este intervalo es 0.055u mayor que el segundo y ---
0.594u menor que el primero.

? No determinada.

IV.3.3 Insolubles (I).

A	B	C	D	E	F
1°	P(I)	$0.000 \leq I_x \leq 0.076$	0.076u	?	No determinadas
2°	P(II)	$0.000 \leq I_x \leq 0.042$	0.042u (e)	72.91%	0.00% (cero datos) por defecto. 27.08% (13 datos) por exceso.
3°	P(III)	$0.000 \leq I_x \leq 0.065$	0.065u (f)	89.59%	0.00% (cero datos) por defecto. 10.41% (5 datos) por exceso.

Notas:

La -u- en la columna -D- se refiere a las unidades propias de cada parámetro.

(e) Este intervalo es 0.034u más pequeño que el primero.

(f) Este intervalo es 0.023u mayor que el segundo y ---
0.011u menor que el primero.

? No determinada.

IV.3.4 Acidez Libre (AcL).

A	B	C	D	E	F
1°	P(I)	$0.017 \leq \text{AcL}_x \leq 0.210$	0.193u	?	No determinadas
2°	P(II)	$0.045 \leq \text{AcL}_x \leq 0.134$	0.089u (g)	66.68%	16.66% (8 datos) por defecto. 16.66% (8 datos) por exceso.
3°	P(III)	$0.041 \leq \text{AcL}_x \leq 0.147$	0.106u (h)	70.84%	16.66% (8 datos) por defecto. 12.50% (6 datos) por exceso.

Notas:

La -u- en la columna -D- se refiere a las unidades propias de cada parámetro.

(g) Este intervalo es 0.104u más pequeño que el primero.

(h) Este intervalo es 0.017u mayor que el segundo y ---
0.087u menor que el primero.

? No determinada.

IV.3.5 Materia Insaponificable (MI).

A	B	C	D	E	F
1°	P(I)	$0.000 \leq MI_x \leq 1.920$	1.920u	?	No determinadas
2°	P(II)	$0.444 \leq MI_x \leq 1.290$	0.846u (i)	56.25%	25.00% (12 datos) por defecto. 18.75% (9 datos) por exceso.
3°	P(III)	$0.276 \leq MI_x \leq 1.472$	1.196u (j)	81.26%	10.41% (5 datos) por defecto. 8.33% (4 datos) por exceso.

Notas:

La -u- en la columna -D- se refiere a las unidades propias de cada parámetro.

(i) Este intervalo es 1.074u más pequeño que el primero.

(j) Este intervalo es 0.350u mayor que el segundo y ---
0.724u menor que el primero.

? No determinada.

Nota:

El tratamiento estadístico concerniente a las determinaciones de Acidez Mineral (AcM), Cenizas (C), Jabón (J), Metales (M), Metaloides y Compuestos Clorados -- (MdyCl) y Aceite de Hidrocarburo (AH), no se realizó debido a que los valores fueron de cero en todas las determinaciones de todos los aceites indicados.

CAPITULO V

CONCLUSIONES

V.1 Una de las determinaciones que no queda incluida en -- las determinaciones de Impurezas en Aceites Comestibles Vegetales, es la determinación de Aceite Neutro Total, la cual se realizó para conocer el porcentaje de aceite neutro presente en el producto analizado, y de esta manera obtenerse un criterio sobre la cantidad de impurezas en los aceites comestibles vegetales.

Para Aceite Neutro Total el intervalo encontrado fue de: 98.49 a 99.77 con una confiabilidad de un 81.25%.

V.2 De acuerdo a los resultados obtenidos, se llegaron a los siguientes intervalos, para cada una de las determinaciones de impurezas en aceites comestibles vegetales.

a) Para Humedad y Materia Volátil.

De 0.009 a 0.216; con una confiabilidad de un 77.09%.

b) Para Insolubles.

De 0.000 a 0.065; con una confiabilidad de un 89.59%.

c) Para Acidez Libre.

De 0.041 a 0.147; con una confiabilidad de un 70.84%.

d) Para Materia Insaponificable.

De 0.276 a 1.472; con una confiabilidad de un 81.26%.

e) Para Acidez Mineral.

Cero; con una confiabilidad no determinada.

f) Para Cenizas.

Cero; con una confiabilidad no determinada.

g) Para Jabón.

Cero; con una confiabilidad no determinada.

h) Para Metales.

Cero; con una confiabilidad no determinada.

i) Para Metaloides y Compuestos Clorados.

Negativo; con una confiabilidad no determinada.

j) Para Aceite de Hidrocarburo.

Negativo; con una confiabilidad no determinada.

V.3 El conjunto de las determinaciones experimentales realizadas en esta tesis, se proponen para un análisis de las impurezas en los aceites comestibles vegetales y mejorar el control de calidad en los mismos; situación que se reflejaría positivamente en la actualización de la norma de calidad para aceites comestibles vegetales.

V.4 Las proposiciones realizadas en esta tesis, pueden estar sujetas a restricciones.

La cantidad de muestra puede aumentarse, persiguiendo tener un análisis más exacto.

También puede pensarse que la cantidad de datos recopilados en esta tesis $N = 48$ no sean los suficientes para proporcionar un criterio más exacto a los resultados obtenidos como intervalos.

V.5 El presente trabajo de tesis, más que pretender agotar el tema, pretende abundar sobre el mismo, motivando mejorar el control de calidad en los aceites comestibles vegetales; ya que son productos de importancia primordial en la alimentación del hombre.

CAPITULO VI

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Ullmann, F. Enciclopedia de Química Industrial. Segunda Edición. Editorial Gustavo Gili, S.A. Vol. V Secc. III, Parte-1. Barcelona (1953). pag. 65-72.
- 2.- Bailey, E.A. Aceites y Grasas Industriales. Segunda Edición. Editorial Reverté, S.A. Barcelona (1979). pag. 155-158.
- 3.- Morrison, T.R. and Boyd, N.R. Química Orgánica. Fondo Educativo Interamericano, S.A. México (1976). pag. 1081-1085.
- 4.- Mehlenbacher, V.C. Enciclopedia de la Química Industrial. - Tomo 6. Análisis de Grasas y Aceites. Segunda Edición. Ediciones Urmo. España (1970). pag. 19-25.
- 5.- Bailey, E.A., obra citada. pag. 4-32.
- 6.- Bailey, E.A., obra citada. pag. 59-76.
- 7.- Bailey, E.A., obra citada. pag. 33-45
- 8.- Morrison, T.R., obra citada. pag. 1085-1087.
- 9.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 19-25
- 10.- Bailey, E.A., obra citada. pag. 423-473.
- 11.- Ullmann, F., obra citada. pag. 451-455.
- 12.- Bailey, E.A., obra citada. pag. 475-521.
- 13.- Bailey, E.A., obra citada. pag. 523-559.

- 14.- Bailey, E.A., obra citada. pag. 595-615.
- 15.- Bailey, E.A., obra citada. pag. 418-421.
- 16.- Secretaría de Programación y Presupuesto. Biblioteca.
- 17.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 89.
- 18.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 89-108.
- 19.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 108-113.
- 20.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 114-121.
- 21.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 125-131.
- 22.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 138-139.
- 23.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 140-145.
- 24.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 146-149.
- 25.- Shriner, L.R. Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. Segunda Edición. México (1975). pag. 75-78
- 26.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 174-175.
- 27.- Mehlenbacher, V.C., obra citada. pag. 191-193.
- 28.- Alvarez Hernandez Fernando. Tesis Profesional. UNAM. México D.F. (1972).
- 29.- Guzmán Correa Juan Manuel. Tesis Profesional. UNAM. México D.F. (1983).
- 30.- Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Biblioteca.