

64
25



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN

"CROMATOGRAFIA DE GASES CAPILAR DE
ACIDOS GRASOS CIS Y TRANS EN MEZCLAS DE
MANTECA DE CERDO Y SEBO DE RES"

**M E M O R I A
DE DESEMPEÑO PROFESIONAL**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

QUIMICA FARMACEUTICA BIOLOGA

P R E S E N T A :

PATRICIA ZAMORANO PAULLADA

ASESOR: DRA. RAQUEL LOPEZ ARELLANO

CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MEX.

1999

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

27826!



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.



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

UNIVERSIDAD NACIONAL
 AVANZADA DE
 MEXICO

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

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



DR. JUAN ANTONIO MONTARAZ CRESPO
 DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
 PRESENTE

ATN: Q. Ma. del Carmen García Mijares
 Jefe del Departamento de Exámenes
 Profesionales de la FES Cuautitlán

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

Memoria de Desempeño Profesional:

"Cromatografía de gases capilar de ácidos grasos cis y trans en mezclas de manteca de cerdo y sebo de res".

que presenta la pasante: Patricia Zamorano Paullada.

con número de cuenta: 8054935 - 0 para obtener el TITULO de:
 Química Farmacéutica Bióloga

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

ATENTAMENTE.

"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"

Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 04 de agosto de 1998

PRESIDENTE Dra. Raquel López Arellano

VOCAL Q.F.B. José A. Garduño Rosas

SECRETARIO Q.F.B. Guadalupe Rebollar Barrera

PRIMER SUPLENTE Q.F.B. Brígida del C. Camacho Enríquez

SEGUNDO SUPLENTE M. en C. Julio C. Botello Pozos

AGRADECIMIENTOS

GRACIAS SEÑOR POR DARME LA OPORTUNIDAD DE APRENDER QUE ES
UNO DE LOS MEJORES PRIVILEGIOS DE LA VIDA

A mis padres

José Luis Zamorano Zeláa

Francisca Paullada de Zamorano

Porque gracias a su amor, comprensión,
enseñanza, educación y apoyo pude realizar
una de mis grandes metas en la vida.

Que Dios los Bendiga

A mis hermanos

Martha, Zamí, Ceci, Jorge y Rayo

Por su cariño y apoyo

A mi único amor

Paco

Por su apoyo, amor y paciencia.
Gracias por ser mi compañero en
las buenas y en las malas.

A la Administración Central de Laboratorio Y Servicios Científicos

Por las facilidades brindadas para la realización
de éste trabajo.

Con reconocimiento especial

Al Dr. Ramiro Gutiérrez Flores

Porque es un ejemplo a seguir como profesionalista
y formó un Laboratorio que ha sido una Institución
muy importante y útil para el desarrollo del país.

A la Q.F.B. Cristina Arrieta Cisneros
El Pilar del Departamento de Análisis.
Gracias por tus enseñanzas, apoyo y amistad.

Al Q.I. Fernando Jaureguí Zavala
Gracias por tu apoyo y ayuda en la
realización de este trabajo.

**A mis amigos y compañeros del Laboratorio
Rosita, Norma, Rocío, Héctor, Pedro y Samuel**
Gracias a ustedes formamos un gran equipo de
trabajo, gracias por su amistad y apoyo.

A la Dra. Raquel López Arellano
Por su ayuda y asesoría para la
realización de este trabajo.

A mi Honorable Jurado
Por su colaboración para la realización
de este trabajo.

**A la Universidad Autónoma de México
Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán**
Cuya formación académica fue muy importante
para realizarme como profesionista.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN.....	4
OBJETIVOS.....	9
CAPÍTULO 1	
PRINCIPIOS TEÓRICOS DE CROMATOGRAFÍA DE GASES E ISOMERÍA CIS Y TRANS.	
1.1 <i>Introducción</i>	10
1.2 Descripción del proceso cromatográfico.....	11
1.3 Teoría Cromatográfica.....	14
1.3.1 Coeficiente de reparto.....	15
1.3.2 Factor de Capacidad.....	16
1.3.3 Retención relativa (Selectividad).....	16
1.3.4 Eficiencia de la columna.....	17
1.3.5 Resolución.....	19
1.3.6 Ecuación de van Deemter.....	21
1.4 Sistema de Inyección de muestra.....	23
1.5 Columnas	
1.5.1 Columnas empacadas.....	24
1.5.2 Columnas capilares.....	25
1.6 Detectores	
1.6.1 Detector de Conductividad térmica.....	27
1.6.2 Detector de Ionización de llama.....	28
1.7 Isomería cis y trans.....	30

CAPÍTULO 2

TECNOLOGÍA DE GRASAS Y MANTECAS

2.1 Manteca de Cerdo.....	32
2.1.1 Propiedades Fisicoquímicas.....	33
2.2 Sebos de Res.....	34
2.2.1 Propiedades Fisicoquímicas.....	35
2.3 Mezclas de Grasas Comestibles (Shortening).....	36

CAPÍTULO 3

DESEMPEÑO PROFESIONAL

3.1 Desempeño Profesional.....	37
3.2 Metodología.....	38
3.2.1 Preparación de ésteres metílicos de ácidos grasos en aceites y grasas. Método con Trifluoruro de Boro.....	39
3.2.2 Determinación de la composición de ácidos grasos cis y trans en grasas animales y mezclas de grasas comestibles por Cromatografía de gases capilar.....	42

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 Análisis Cualitativo.....	49
4.2 Análisis Cuantitativo.....	49

INTRODUCCIÓN

La presente Memoria de Desempeño Profesional, está basada en la experiencia desarrollada en el Departamento de Cromatografía de Gases de la Administración Central de Laboratorio y Servicios Científicos de la Administración General de Aduanas. Servicio de Administración Tributaria, durante el tiempo comprendido de 1988 a 1998.

Debido a que, en el comercio exterior se manejan una gran diversidad de mercancías que van desde seres vivos hasta productos químicos de fórmulas complejas, cuyo análisis se debe realizar en forma precisa y especializada para identificar plenamente sus componentes, a fin de determinar la normatividad a la que se deben de sujetar, la Secretaría de Hacienda y Crédito Público se vió en la necesidad de poner en funcionamiento la Administración Central de Laboratorio y Servicios Científicos, cuyo objetivo principal es la prestación de servicios de asesoría técnica, muestreo, análisis químico e ingeniería especializada a las autoridades aduaneras, en relación con mercancías de comercio exterior sujetas a pago de contribuciones y las de régimen temporal que afectan a programas de fomento a la exportación.

En el Laboratorio se analizan mercancías de importación y exportación comprendidas en los capítulos 2 al 81 de la Nomenclatura del Sistema Armonizado de Designación y Codificación de Mercancías (base de las tarifas de impuestos al comercio exterior de numerosos países), que son de difícil identificación en la aduana.

También se realizan estudios de ingeniería sobre mercancías relacionadas con programas de fomento a la exportación, que permiten precisar los factores estadísticos de consumo, incorporación, mermas y desperdicios en los procesos de transformación de los materiales de importación en productos de exportación.

La Administración Central de Laboratorio y Servicios Científicos, es una pieza muy importante dentro del procedimiento de operación de las aduanas nacionales, ya que, mediante los dictámenes técnicos que emite se pueden obtener elementos de control para la aduana que precisen la descripción y uso de las mercancías que

se despachan, facilitando la correcta clasificación arancelaria, así como la determinación justa de las contribuciones. Permiten también la detección de mercancías sujetas a cuotas compensatorias y a regulaciones específicas, además de aquellas que son ilícitas como drogas o contrabando, participando de esta manera en el logro de estadísticas de comercio exterior confiables.

El Sistema Armonizado de Designación y Codificación de Mercancías es un sistema de nomenclatura adaptado por más del 80 % de los países del mundo en el seno de la organización mundial de aduanas con sede en Bruselas Bélgica, que comprende capítulos, partidas, subpartidas y de aplicación nacional fracciones, representadas por 8 códigos numéricos en el orden anterior, que describen y codifican todas las mercancías sujetas a comercio exterior. El sistema de clasificación arancelaria está regulado por las Reglas Generales de interpretación, las Notas Legales de Sección y de Capítulo y las Notas Explicativas que, en nuestro país poseen valor legal.

Organizacionalmente, la Administración Central de Laboratorio y Servicios Científicos se encuentra integrada por una oficina del Administrador Central del que derivan:

- La Administración de Apoyo Técnico: tiene como función principal proveer los recursos técnicos y administrativos necesarios para la operación.
- La Subadministración de Supervisión de Unidades Foráneas de Muestreo: controla, capacita y regula todas las actividades inherentes al muestreo de mercancías en 20 de las 48 aduanas del país. El objetivo es obtener una muestra representativa de la mercancía sujeta a reconocimiento aduanero y proporcionarla al área operativa para que se efectúen los análisis necesarios para su reconocimiento y clasificación arancelaria, y
- La Administración de Producción que se encuentra a su vez subdividida en 4 subadministraciones operativas:

1. La Subadministración de Ensaye: se encarga del análisis de muestras de mercancías de naturaleza inorgánica como minerales, productos químicos inorgánicos, productos metálicos, vidrio, productos cerámicos, etc.
2. La Subadministración de Estudios de Ingeniería: desarrolla la metodología estratégica que permite determinar la cantidad de mermas y desperdicios en operaciones de régimen temporal, lo cuál permite fiscalizar técnicamente estas operaciones como protección al interés fiscal del país.
3. La Subadministración de Desarrollo Analítico : tiene como principal responsabilidad el análisis de las muestras de mercancías de primera aparición en el Laboratorio, para las cuales no existe una estrategia analítica preestablecida, generar la infraestructura técnica necesaria que permita el reconocimiento sistemático en casos futuros y resolver la verdadera naturaleza de aquellas muestras que presenten irregularidades entre el resultado de análisis preliminar y la declaración arancelaria presentada por el contribuyente.
4. La Subadministración de Análisis Orgánico: desarrolla cerca del 80% (aproximadamente 32,000 muestras al año) de la demanda de servicios analíticos del Laboratorio, entre los que se incluyen aceites lubricantes, pinturas y barnices, materias textiles, papeles, polímeros, hules y productos farmacéuticos entre otros.

Dependiendo de ésta Subadministración, el Departamento de Cromatografía de Gases realiza los análisis cualitativos y cuantitativos utilizando columnas empacadas y capilares de muestras de mercancías de importación y exportación, tales como, aceites esenciales, mezclas de productos odoríferos y resinoides que se emplean en la industria cosmética para la elaboración de perfumes, y en la industria alimenticia para la elaboración de bebidas y saborizantes; estas mercancías están comprendidas en el Capítulo 33 de la Ley del Impuesto General de Importación y Exportación. También se practican análisis de disolventes grado analítico e industriales y alcoholes etílicos sin desnaturalizar y desnaturalizados, comprendidos en los Capítulos 29 y 22 respectivamente de la Ley anterior. Utilizando Cromatografía de Gases de Alta Temperatura, se analizan parafinas, ceras derivadas del petróleo y ceras de polietileno contemplados en los Capítulos

27 y 34 de la Ley. Otro grupo de muestras analizadas son ácidos grasos y alcoholes grasos industriales (Capítulo 38), así como aceites vegetales comestibles (Capítulo 15). Es en éste último capítulo en donde se desarrollará la presente Memoria de Desempeño Profesional. El estudio cromatográfico efectuado a grasas animales como manteca de cerdo, sebo de res y mezclas de ambas grasas, comprendidos en el Capítulo 15 de la Ley, han puesto en evidencia operaciones fraudulentas de evasión de restricciones no arancelarias y pago de aranceles.

Para la importación de manteca de cerdo, se requiere permiso previo por parte de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, así como, de un Certificado de Cupo de Importación expedido por la misma. En caso de no cumplir con estos requisitos, el arancel que se cobra, tanto para importaciones procedentes de Estados Unidos como de Canadá es de 225.6 %. Todos estos requisitos se han establecido con el objeto de evitar la importación desmedida de manteca de cerdo y proteger a los productores nacionales. La manteca de cerdo se clasifica en la fracción arancelaria 1501.00.01 de la Ley del Impuesto General de Importación. Algunos importadores, para evadir todos estos requisitos, declaran que la manteca de cerdo motivo de su importación es una mezcla de grasas comestibles a base de manteca de cerdo y sebo de res, clasificable en la fracción arancelaria 1517.90.01 que no requiere de tantos requisitos y que cuyo arancel tanto para importaciones procedentes de EUA como para Canadá es de 10.0%.

En el caso de importaciones de mantecas de cerdo o de mezclas de manteca de cerdo con sebo de res, la responsabilidad del Laboratorio de Aduanas es la de confirmar si el producto importado corresponde con la declaración arancelaria. Cuando las cantidades de sebo de res añadidas a una manteca de cerdo son inferiores al 3.0 % , ninguna metodología cualitativa o cuantitativa aporta información confiable que permitan evidenciar la adición.

Por ésta razón, se hizo necesario crear un método cromatográfico adecuado, utilizando columnas capilares que permita la separación y la cuantificación de los isómeros cis y trans de ácidos grasos insaturados, los cuáles constituyen la

evidencia inequívoca de la presencia de sebo de res en una muestra mezclada. Los resultados analíticos obtenidos con ésta técnica determinan las proporciones de ambas grasas y señalan los casos de contrabando de manteca de cerdo. Como consecuencia de este estudio el gobierno mexicano estableció un criterio de composición para éstas mezclas en una Nota Explicativa de aplicación nacional que limita a un 21.0 % como concentración mínima de sebo de res, mezclado con 79.0 % de manteca de cerdo para que el producto sea clasificable en la fracción 15.17.90.01 de la Ley.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL:

Identificar la naturaleza y la composición de muestras de mercancías de manteca de cerdo, sebo de res y mezclas de ambas grasas, utilizando la cromatografía de gases capilar, a fin de determinar sus proporciones y aplicar la normatividad establecida para el comercio exterior de éstas mercancías.

OBJETIVO PARTICULAR:

Determinar el contenido de ácido eláidico en muestras de manteca de cerdo, sebo de res, y mezclas de ambas grasas preparadas en el Laboratorio y analizar los resultados en busca de proporcionalidad entre el contenido de ácido eláidico y la cantidad de sebo añadido.

CAPÍTULO 1

PRINCIPIOS TEÓRICOS DE CROMATOGRAFÍA DE GASES E ISOMERÍA CIS Y TRANS

1.1 INTRODUCCIÓN:

La Cromatografía de Gases es una técnica de separación que ha revolucionado la química analítica. Fue iniciada por los científicos ingleses A.T. James y A.J.P. Martin en 1941. Comenzó a utilizarse en varios laboratorios a partir de 1950.

Esta técnica está basada en la distribución de los componentes de una muestra entre dos fases. Una de estas fases es un soporte estacionario de gran superficie de contacto llamada fase estacionaria y puede ser un sólido o una delgada película líquida que recubre al sólido. La otra fase llamada fase móvil está constituida por un gas portador o de acarreo, el cual es inerte y tiene la finalidad de transportar las moléculas de la muestra a través de la fase estacionaria. Si la fase estacionaria es una fase líquida que recubre a un sólido, estamos hablando de cromatografía gas-líquido (GLC), la cuál se utiliza más frecuentemente; pero si la fase estacionaria es un adsorbente sólido, hablaremos de cromatografía gas-sólido (GSC).

La Cromatografía de Gases es un técnica que debido a su versatilidad , sencillez y velocidad se ha convertido en una de las técnicas analíticas más útiles. Se emplea en el análisis de mezclas orgánicas complejas, como las que se encuentran comúnmente en derivados del petróleo, aceites esenciales, perfumes, sabores, sustancias de origen biológico, insecticidas y pesticidas, ácidos grasos, etc. Podemos decir, en general, que la cromatografía de gases se puede emplear para analizar mezclas de compuestos que vaporicen o se volatilicen a temperaturas hasta 400°C sin alterarse o descomponerse. Compuestos que no pueden ser analizados directamente por esta técnica, se pueden determinar formando derivados que posean las características de presión de vapor adecuada, como en el caso de los ácidos grasos se debe de formar el éster metílico.

1.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO CROMATOGRÁFICO.

El esquema básico de un Cromatógrafo de gases se muestra en la Fig. 1. Esta constituido principalmente por:

- 1.- Suministro de gas acarreador.
- 2.- Regulador de presión y válvula controladora de flujo.
- 3.- Inyector.
- 4.- Horno de la columna.
- 5.- Columna capilar.
- 6.- Detector.
- 7.- Estación de datos.

La finalidad del gas portador o de acarreo, es de transportar los componentes de la muestra a través del inyector, de la columna y del detector. Éste deberá ser inerte, no debe reaccionar ni con la muestra ni con la fase estacionaria y debe ser de alta pureza (por lo menos de 99.995%). Los gases de acarreo más comunes son nitrógeno, helio e hidrógeno. El flujo del gas portador se debe de controlar cuidadosamente mediante un manómetro de presión y válvula controladora de flujo, con el objeto de obtener tiempos de retención reproducibles y poder optimizar velocidades de análisis.

La muestra se inyecta (comúnmente con una jeringa graduada en microlitros) en la cámara de inyección, que debe tener una temperatura suficiente para vaporizar en forma homogénea los componentes de la muestra, los cuales son arrastrados por el gas de acarreo hacia la columna. La columna generalmente es un tubo largo de acero inoxidable o de vidrio relleno de partículas sólidas (soporte sólido). Sobre el soporte sólido se ha distribuído de modo uniforme una película delgada de un líquido (fase líquida o estacionaria), o una columna capilar.

En la columna se producirá la **partición** de las moléculas de la muestra entre dos fases: líquida (estacionaria) y vapor (móvil). Si suponemos que tenemos dos

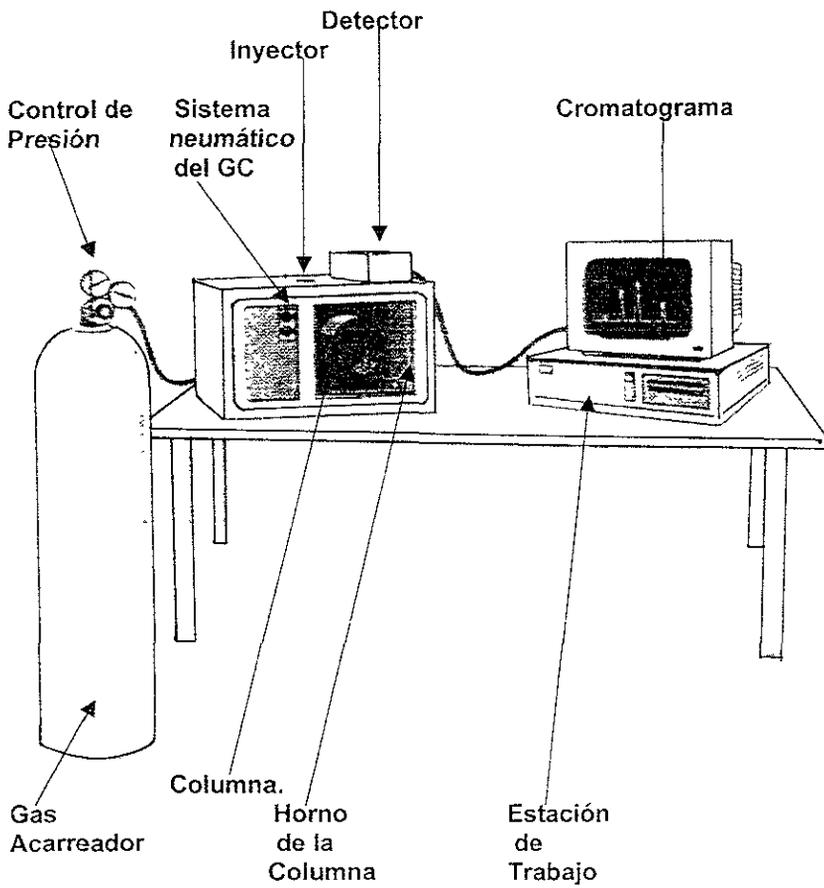


Fig. 1. Esquema de un Cromatógrafo de Gases

componentes A y B en la muestra, las moléculas se distribuyen o equilibran entre el gas portador y la fase líquida, las moléculas de A en fase vapor tendrán mayor tendencia que las moléculas de B a disolverse en la fase líquida de la columna. Por este efecto tendremos distintas velocidades de migración por la columna para el componente A y B. El componente con mayor tendencia a disolverse (A) será más retenido por la columna y se eluirá después del componente B.

La columna se encuentra dentro del horno que lleva un termostato para que la separación pueda efectuarse a una temperatura reproducible.

Después de la columna, el gas portador y la muestra pasan a través de un detector, el cuál genera una señal eléctrica. Esta señal pasa a un integrador gráfico, en donde se configura un cromatograma (registro gráfico del análisis) . Este procesador de datos integra automáticamente el área del pico e imprime resultados cuantitativos y tiempos de retención.

1.3 TEORÍA CROMATOGRÁFICA.

La Fig. 2 muestra un cromatograma típico, en el cuál, se pueden observar parámetros importantes de información:

- a) **Tiempo de retención (t_R):** es el tiempo transcurrido desde la inyección de la muestra hasta que se obtiene el punto máximo del pico. Este tiempo es característico del soluto, de la fase líquida y de la temperatura de la columna.
- b) **El área del pico:** (parte sombreada en la Fig. 2) permite determinar la concentración de cada componente separado en la columna.
- c) **El tiempo muerto (t_M o t_0):** es el tiempo de tránsito de un soluto no retenido en la fase estacionaria. Tiempo que cualquier soluto permanece en la fase móvil.
- d) **El tiempo de retención corregido (t'_R):** Mide el tiempo que el componente permanece en la fase estacionaria.

$$t'_R = t_R - t_0$$

- e) **Anchura de la base (W_A y W_B):** es la porción de la línea base interceptada por las tangentes trazadas hacia el pico. Es 4σ de un pico gaussiano.
- f) **Volumen de retención (V_R):** es el volumen de fase móvil necesario para transportar la banda de soluto desde el punto de inyección, a través de la columna, hasta el detector. Se puede obtener directamente del cromatograma multiplicando el tiempo de retención correspondiente, t_R , por el gasto o flujo volumétrico, F_C

$$V_R = t_R F_C$$

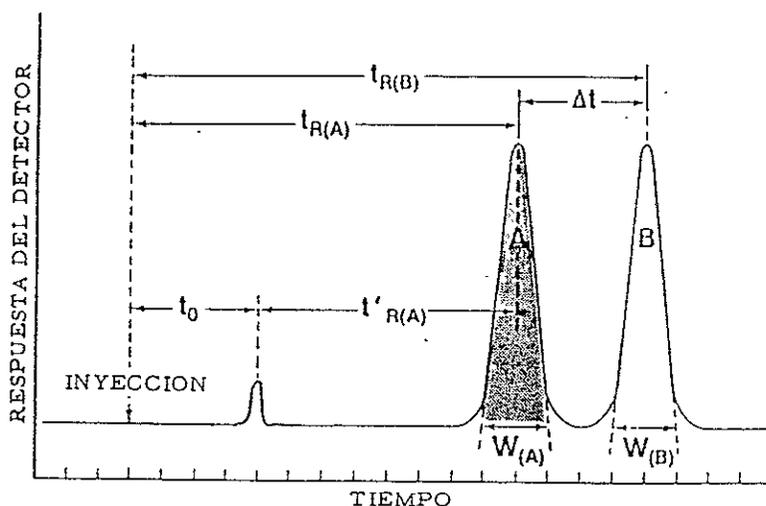


Fig. 2 Cromatograma.

1.3.1 Coeficiente de reparto (K).

Cuando un soluto entra al sistema cromatográfico inmediatamente se reparte o se distribuye entre la fase móvil y la estacionaria. Si la fase móvil se para en cualquier momento, el soluto establece un equilibrio de distribución entre las dos fases. La concentración en cada fase está dada por el **coeficiente termodinámico de reparto**:

$$K = \frac{C_S}{C_M}$$

Donde: C_S = concentración de soluto en la fase estacionaria.

C_M = concentración de soluto en la fase móvil.

Cuando $K = 1$, el soluto se encuentra igualmente distribuido entre las dos fases.

1.3.2 Factor de capacidad (k').

Es un parámetro importante que se utiliza para describir las velocidades de migración de los analitos en las columnas.

$$k' = \frac{t_R - t_M}{t_M} = \frac{t'_R}{t_M} = \frac{V'_R}{V_M}$$

Donde: t'_R = tiempo de retención corregido.

t_M = tiempo muerto.

V'_R = volumen de retención corregido.

V_M = volumen muerto.

Cuando el factor de capacidad es menor que 1, la elución de los componentes es tan rápida que es difícil determinar con exactitud los tiempos de retención. Cuando el factor de capacidad es del orden de 20 o 30, los tiempos de retención son demasiado largos. Idealmente, las separaciones se realizan en unas condiciones en las que los factores de capacidad para los componentes de una mezcla oscilan entre 1 y 5.

1.3.3 Retención relativa (selectividad α)

La retención relativa, α , de dos solutos, donde el soluto 1 eluye antes del soluto 2, es:

$$\alpha = \frac{k'_2}{k'_1} = \frac{K_2}{K_1} = \frac{t'_{R2}}{t'_{R1}} = \frac{V'_{R2}}{V'_{R1}}$$

Con esta definición α siempre es mayor que la unidad. La retención relativa depende de: 1) la naturaleza de la fase estacionaria y móvil, y 2) la temperatura de operación de la columna. Por lo tanto, mide la selectividad de la fase líquida.

1.3.4 Eficiencia de la columna.

De acuerdo con la definición de coeficiente de reparto (K), una substancia que entre en la columna junto con el gas de arrastre se disolverá en la fase líquida hasta que se establezca un equilibrio de acuerdo con los valores de la concentración en la fase estacionaria y en la fase móvil. Durante el paso de la substancia a lo largo de la columna, este equilibrio se rompe por efecto de transporte y debe restablecerse consecutivamente. Desde el punto de vista teórico es conveniente considerar este proceso en varios pasos discontinuos de equilibrio, es como si dividiéramos la columna en un número de secciones iguales entre sí; en cada una de estas secciones el equilibrio vapor líquido debe restablecerse. Se ha denominado a cada una de estas secciones: “**Platos Teóricos**”.

Después de 50 o más repartos entre las fases, el perfil resultante de la banda se aproxima muy de cerca al dado por una curva de distribución gaussiana (Ver Fig. 3). De todas maneras, conforme la banda de soluto pasa a través de la columna cromatográfica se ensancha y la concentración en el máximo del pico disminuye.

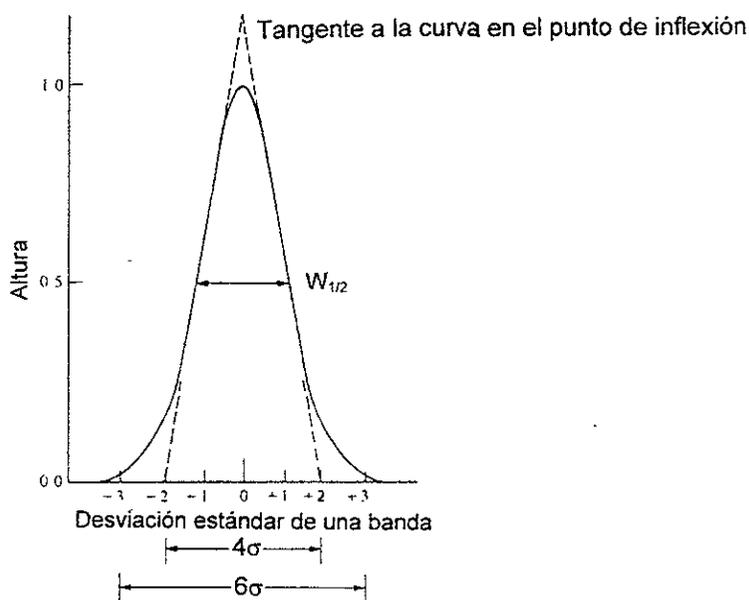


Fig. 3 Perfil de una banda de soluto

El poder de separación de una columna dependerá entre otros factores, del intercambio entre la muestra y la fase líquida; en otras palabras, mientras más etapas de equilibrio existan, mayor será la eficiencia de separación. Es decir, que una columna eficiente será aquella que posea un gran número de platos teóricos.

Altura del plato y número de platos.

Una característica importante de un sistema cromatográfico es su eficiencia, expresada como una cantidad adimensional y llamada **número efectivo de platos**, N_{ef} . Refleja el número de veces que el soluto se reparte entre las dos fases durante su paso a través de la columna. El número efectivo de platos se puede estimar a partir del cromatograma de una sola banda, como se muestra en la Fig. 4, con ayuda de las siguientes expresiones:

$$N_{ef} = 16 \left(\frac{t'_R}{W_b} \right)^2$$

ó

$$N_{ef} = 5.54 \left(\frac{t'_R}{W_{1/2h}} \right)^2$$

Donde: t'_R = tiempo de retención corregido.

W_b = ancho en la base del pico.

$W_{1/2h}$ = ancho a la mitad de la altura del pico.

Es más recomendable utilizar la fórmula que involucra el ancho a la altura media del pico, porque a esa altura el pico llega al triángulo más simétrico.

El número de platos es solamente una indicación de qué tan bien ha sido empacada una columna.

La altura equivalente de un plato teórico (A.E.P.T ó H), es la distancia que el soluto se mueve mientras se lleva a cabo un reparto:

$$H = \frac{L}{N_{ef}}$$

Donde: L = longitud de la columna.

N_{ef} = número efectivo de platos teóricos.

La altura del plato es una buena forma de expresar la eficiencia de la columna en unidades de longitud. Desde un punto de vista teórico, la altura del plato puede relacionarse directamente a las condiciones experimentales y a los parámetros de operación. Para una columna eficiente H es un número pequeño.

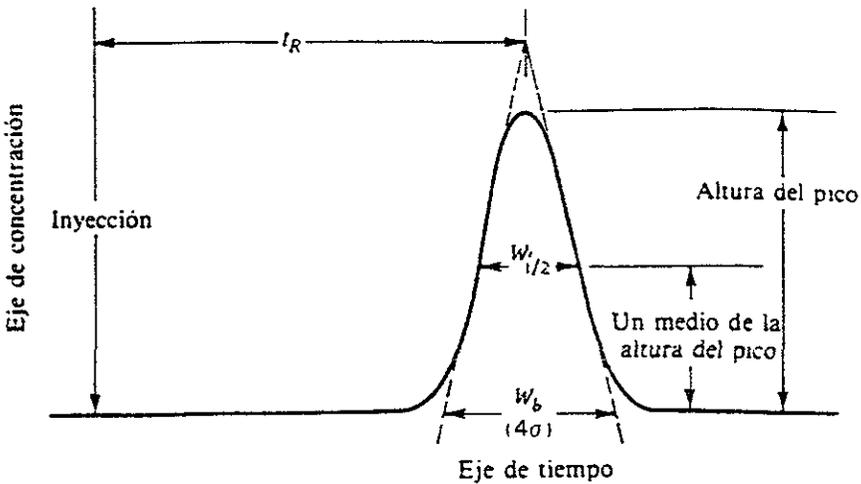


Fig. 4 Evaluación de una banda cromatográfica para la eficiencia de la columna.

1.3.5 Resolución.

El grado de separación o **resolución** de dos bandas adyacentes se define como la razón de distancia entre los picos de las bandas (o centros) dividida entre el ancho

promedio de las bandas. Si la retención y el ancho de la banda se miden en unidades de tiempo, como en la Fig. 5, la resolución está dada por:

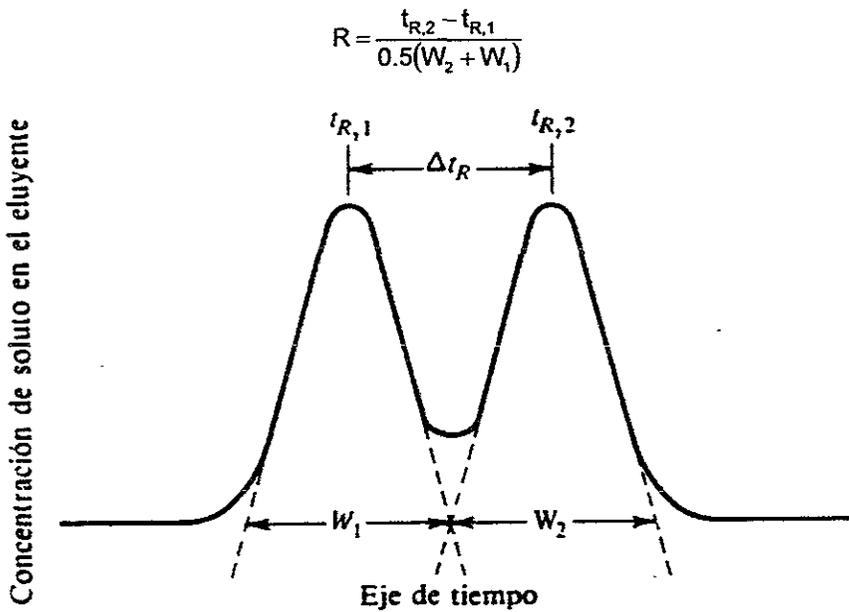


Fig. 5 Definición de la resolución.

La ecuación fundamental de la resolución es:

$$R = \frac{\sqrt{N_{ef}}}{4} \left(\frac{\alpha - 1}{\alpha} \right) \left(\frac{k'}{1 + k'} \right)$$

La resolución, como lo expresa la ecuación anterior, se ve que es una función de tres factores separados: 1) un factor de eficiencia que depende de N_{ef} (el número de platos teóricos, 2) un factor de la selectividad de la columna que varía con α , y 3) una velocidad de migración o factor de capacidad que varía con k' . El primer factor está principalmente asociado a los aspectos cinéticos de la cromatografía, mientras que los otros dos son por esencia termodinámicos.

1.3.6 Ecuación de van Deemter.

Van Deemter y Jones encontraron una ecuación que relaciona H (A.E.P.T) con los procesos termodinámicos y cinéticos que ocurren dentro de la columna y el flujo de gas de arrastre; ésta ecuación en forma abreviada corresponde a la siguiente expresión:

$$H = A + \frac{B}{\bar{v}} + C_{ESTAC} \bar{v} + C_{MOV} \bar{v}$$

Se utiliza la velocidad lineal promedio de la fase móvil, \bar{v} porque puede relacionarse directamente con la rapidez de análisis. En forma experimental la velocidad lineal promedio se determina fácilmente inyectando un soluto no retenido (metano, butano, etc.) y midiendo su tiempo de paso a través de la columna. Conocida la longitud de la columna, tenemos:

$$\bar{v} = \frac{L}{t_M}$$

El término A es el llamado "difusión por remolinos", o efecto de caminos múltiples. El término B es la "difusión transversal y longitudinal en la fase móvil" y el término C lo constituye la "resistencia a la transferencia de masa", que es una velocidad finita en el equilibrio del soluto entre las fases estacionaria y móvil.

En columnas capilares, el gas en su recorrido no tiene ningún efecto de caminos múltiples y, por consiguiente, el término A no es aplicable. Por lo tanto la ecuación de Golay para columnas capilares en su forma abreviada es la siguiente:

$$H = \frac{B}{\bar{v}} + C_{ESTAC} \bar{v} + C_{MOV} \bar{v}$$

La relación expresada por estas ecuaciones puede ser descrita gráficamente por una hipérbola, llamada generalmente curva de van Deemter (Fig. 6).

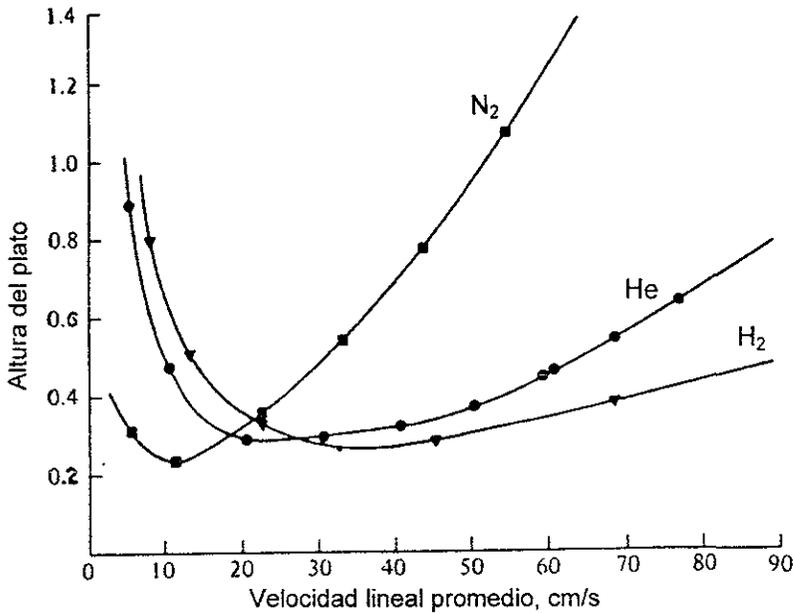


Fig. 6 Gráfica de van Deemter para los tres gases portadores más comunes. Columna WCOT de vidrio recubierto con OV- 101. T° col. = 175 °C.

Se puede escoger entre optimizar la eficiencia de la columna (número de platos teóricos) o el tiempo de análisis. En una determinada columna , un gas de peso molecular más elevado generará más platos teóricos (véase la Fig.6). El nitrógeno, que tiene mayor peso molecular, muestra un mínimo más bajo de A.E.P.T. Sin embargo, si se desea optimizar la velocidad del análisis, es mejor escoger un gas portador ligero, como el helio o el hidrógeno, cuya velocidad lineal media óptima (\hat{v} opt.) es mayor.

Analizando las pendientes de las curvas, vemos que el hidrógeno y helio, los gases más ligeros, tienen la pendiente menos pronunciada. Esto significa que se puede contrarrestar una pequeña pérdida de la eficiencia de la columna con una importante ganancia en la velocidad del análisis.

1.4 SISTEMA DE INYECCION DE MUESTRA .

El modo estándar, adecuado para aproximadamente 95 % de las aplicaciones de las columnas empacadas, es la inyección directa. La muestra es inyectada con una jeringa hipodérmica a través de un séptum de silicón, a un alineador de vidrio contenido en un bloque metálico, donde es vaporizada e introducida a la columna por la corriente del gas acarreador. El bloque se calienta a una temperatura que se fija en un valor suficientemente alto para convertir, prácticamente en forma instantánea, la muestra líquida en fase vapor.

Existe otro sistema de inyección que es el más popular cuando se emplean columnas capilares: **Inyector split o Sistema Divisor de flujo**. Este sistema de inyección se requiere porque las columnas capilares son de diámetros muy pequeños y, por lo tanto, su capacidad de muestra es muy pequeña también. Consiste en que sólo una pequeña fracción de muestra pasa a través de la columna y el resto mediante un divisor de flujo se venteará del sistema. Por ejemplo:

- Flujo a través de la columna: 0.73 ml/ min
- Flujo en el divisor (split): 60 ml /min.

Por lo tanto, la relación de split será 1: 82 , lo cuál significa que al inyectar 1 μ l de la muestra sólo 0.01 μ l entrarán en la columna, el resto se venteará.

1.5 COLUMNAS.

La columna es la parte más importante de un cromatógrafo de gases, ya que, en ella se realiza propiamente la separación.

Existen dos tipos de columnas básicas en uso general: las empacadas y las tubulares abiertas o capilares.

1.5.1 COLUMNAS EMPACADAS

MATERIAL	VIDRIO: para muestras biológicas inestables como esteroides y pesticidas. ACERO INOXIDABLE: En general.
DIÁMETRO	1/8" para aplicaciones generales. 1/4" análisis de trazas.
LONGITUD	Columnas analíticas comunes de 1 a 3 mts.
SOPORTE SÓLIDO	Tierra de diatomáceas. - Chromosorb G: para compuestos polares. - Chromosorb P: tiene mayor adsorción y se emplea para hidrocarburos. - Chromosorb W: es el mejor soporte sólido inerte disponible. Se emplea para análisis generales . Lavado con ácido y tratado con DMCS es ideal para muestras polares.
TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL SOPORTE	Columnas de 1/8": 100 –120 malla. Columnas de 1/4": 60 – 80 malla.
FASE ESTACIONARIA	Responsable directa del proceso de partición que se realiza en la columna. Regla para seleccionar la fase adecuada: "Lo semejante disuelve a lo semejante" Compuestos polares = fase polar. Compuestos no polares = fase no polar.

1.5.2 COLUMNAS CAPILARES

Las columnas capilares son de sílice fundida (un vidrio de muy alta pureza), que tienen un grado de entrecruzamiento en la matriz del silicón - oxígeno mucho mayor que el vidrio ordinario. La gran resistencia a la tensión del tubo de sílice permite la construcción de columnas de pared delgada flexibles. Tiene un recubrimiento de poliimida sobre la pared exterior que la protege de raspaduras y le da resistencia a la presión. Son de diámetros muy pequeños (0.100 – 0.75 mm) y de longitudes grandes (10 – 100 m). Con este tipo de columnas se obtiene alta resolución y análisis rápidos.

TIPOS DE COLUMNAS:

-POR EL TIPO DE FASE ESTACIONARIA:

. WCOT (WALL COATED OPEN TUBULAR).

Película delgada de fase líquida impregnada uniformemente en la pared interior del tubo. La de mayor aplicación.

. PLOT (POROUS LAYER OPEN TUBULAR).

Lecho uniforme de sólido adsorbente adherido en la pared interior del tubo. Para análisis de gases y compuestos de bajo PM.

. SCOT (SUPPORT COATED OPEN TUBULAR).

Lecho de un soporte impregnado de fase líquida adherido en la pared interior del tubo. Mayor capacidad, poco utilizado actualmente.

-POR EL DIÁMETRO:

. CALIBRE PEQUEÑO (CAPILAR)

Diámetro: 0.1 – 0.3 mm

Mayor resolución, menor capacidad de muestra.

. CALIBRE GRANDE (MEGABORO).

Diámetro 0.53, 0.75 mm

Menor resolución, mayor capacidad de muestra.

- POR EL ESPESOR DE LA FASE ESTACIONARIA:

. PELÍCULA DELGADA

$df < 1 \mu m$

Mayor resolución, menor capacidad de muestra, menor retención.

. PELÍCULA GRUESA

$df > 2 \mu m$

Menor resolución, mayor capacidad de muestra, mayor retención.

Donde df = espesor de la película de fase estacionaria.

TIPO DE FASE ESTACIONARIA

NOMBRE GENÉRICO	POLARIDAD	FASES SIMILARES
Poli(dimetilsiloxano)	No polar	OV-101, SE-30, DB-1,AT-1,SPB-1 o equivalente.
Poli(difenilmetilsiloxano)	No polar	SE-54, DB-5,AT-5, SPB-5 o equivalente.
Poli(difenildimetilsiloxano)	Intermedia	OV-17,SPB-17,DB 17 o equivalente.
Polietilenglicol	Polar	Carbowax 20M, DB-Wax, AT-Wax o equivalente.
Poli(biscianopropil-cianopropilfenilsiloxano)	Muy Polar	OV-275,SP-2330,SP-2380 separa isómeros geométricos cis / trans

1.6 DETECTORES.

El detector cromatográfico es un sensor que mide una propiedad física o química de los componentes de la muestra y da una respuesta proporcional a la concentración o a la masa del componente eluído.

Existen diferentes tipos de detectores universales y selectivos, sin embargo mencionaremos los más importantes:

1.6.1 DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (TCD).

El detector de conductividad térmica utiliza un filamento caliente colocado en el flujo del gas emergente. La cantidad de calor por conducción que pierde el filamento hacia las paredes del detector depende de la conductividad térmica de la fase gaseosa. Dicho filamento está construido con tungsteno (o wolfranio) metálico, una aleación de tungsteno recubierto con oro.

El detector estándar consiste en cuatro filamentos idénticos montados en un bloque de latón. Los filamentos conforman los brazos de un puente de Wheatstone. La variación de la resistencia del filamento debe medirse y convertirse a una señal eléctrica. Cuando los cuatro filamentos se encuentran a la misma temperatura, el puente está en equilibrio y no hay señal. Sin embargo, si la resistencia de los dos filamentos sumergidos en la corriente del gas portador varía, debido a un cambio en la composición del gas, hay desequilibrio y se genera una señal de salida.

Sensibilidad: 0.3 ng/ml (como butano)

Respuesta: Universal, todos los componentes, excepto el gas portador.

Linealidad: 10^4

Estabilidad:	Buena.
Gas Portador:	Helio o Hidrógeno.
Temperatura límite:	400 ° C.

Este es un detector no destructivo, moderadamente estable, sensibilidad moderada, barato, fácil de manejar. Requiere de buena temperatura y control de flujo. Usado frecuentemente en el análisis de gases permanentes.

1.6.2 DETECTOR DE IONIZACION DE FLAMA (FID).

En el detector de ionización de flama, se hace pasar el gas de arrastre que sale de la columna mezclado con hidrógeno por un quemador el cual tiene una pequeña flama alimentada por el hidrógeno y un suministro adicional de aire que generalmente atraviesa un disco de metal poroso situado en la base del quemador.

La flama sirve de electrodo existiendo un segundo electrodo por encima o al lado de la flama; se establece de esta manera una diferencia de potencial; cuando solo el gas de arrastre pasa por la flama existe una pequeña corriente entre los electrodos, pero al pasar las moléculas de la muestra sufren una ionización en la flama y aumenta notablemente la corriente que después de amplificada pasa al registrador .

El FID es sensible a todos los compuestos orgánicos, pero insensible a la humedad y los gases permanentes (CO , CO_2 , CS_2 , SO_2 , NH_3 , N_2O , NO , NO_2 , SiF_4 y SiCl_4) , por lo cual, es apropiado para el análisis de muestras orgánicas húmedas y en estudios de contaminación de aire. Debido a que es un detector que responde al número de átomos de carbono que entran a la flama por unidad de tiempo, es un detector sensible a la masa. No hay respuesta para los carbonos totalmente oxidados, tal como en los grupos carbonilo o carboxilo(y sus

tioanálogos) y grupos éter, es decir, originan en la flama pocos iones o prácticamente ninguno.

El comportamiento del FID depende de la selección apropiada de la velocidad del flujo gaseoso. Por regla general se usa una relación relativa de flujo de 1:1:10 de hidrógeno, gas portador y aire. Por ejemplo, un flujo de 30 ml / min necesitaría flujos de hidrógeno y de aire de 30 y 300 ml/min, respectivamente, para lograr el comportamiento óptimo del FID.

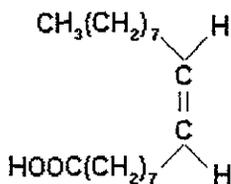
Sensibilidad:	4 pg / s
Respuesta:	Casi universal, sensible a compuestos orgánicos, insensible al agua y gases permanentes.
Linealidad:	10^7
Estabilidad:	Excelente
Gas Portador:	Helio o Nitrógeno
Temperatura límite:	400 ° C.

Es uno de los detectores más utilizados por su alta sensibilidad y gran confiabilidad, es 1000 veces más sensible que el TCD.

1.7 ISOMERÍA CIS Y TRANS.

Los compuestos diferentes que tienen la misma fórmula molecular se llaman **isómeros** (del griego : isos, igual; meros, parte).

Los grupos unidos por un doble enlace carbono-carbono tienen la propiedad de que no giran uno con respecto a otro a temperaturas cercanas o considerablemente superiores a la ambiente. La rotación restringida de estos grupos da lugar a un tipo de isómeros que tienen la misma fórmula molecular y el orden en que los átomos están unidos entre sí es el mismo en cada uno de ellos, pero difieren uno de otro sólo en el arreglo de sus átomos en el espacio. A este tipo de isómeros se les conoce como **estereoisómeros**. Sin embargo, no son imágenes especulares entre sí, por lo que no son enantiómeros. Los estereoisómeros que no son imágenes especulares entre sí se llaman **diasterómeros**. Este tipo específico de diasterómeros se conoce como **isómeros geométricos** que se diferencian por los prefijos **cis-** (latín: a este lado) y **trans-** (latín: al otro lado). Un ejemplo de este tipo de isómeros geométricos son los ácidos oleico y eláidico:



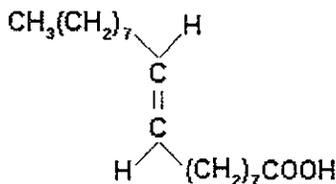
ÁCIDO OLEICO

ÁCIDO CIS-9-OCTADECENOICO

$\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$

PM = 282.45

Líquido incoloro.



ÁCIDO ELAIDICO

ÁCIDO TRANS-9-OCTADECENOICO

$\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$

PM = 282.45

Escamas blancas

Pf = 44 – 45 °C

CAPÍTULO 2

TECNOLOGÍA DE GRASAS Y MANTECAS

2.1 MANTECA DE CERDO.

En América del Norte la fabricación de manteca de cerdo tiene una gran importancia industrial.

La manteca de cerdo se define como la grasa obtenida por fusión del tejido adiposo del cerdo sacrificado en buen estado de salud.

Dentro del nombre genérico de manteca se pueden establecer varias categorías: la mejor manteca es la de **pella**, es decir la porción adiposa que recubre el riñón; sigue en categoría **la tela de la barriga**, esta corresponde al redaño, científicamente **el epiplón**; es un trozo peritoneal que forma un extenso pliegue adherido al estómago y a otras vísceras; esta manteca se recoje en el momento de abrir el vientre y por último **el entresijo**.

La manteca de cerdo industrialmente se obtiene mediante los siguientes procesos:

1. Manteca derretida en caldera abierta:

En la fabricación de este tipo de manteca se utilizan sólo trozos de pellas, riñonada, entresijos, etc. Por lo tanto, mediante este proceso se obtienen mantecas de calidad superior como:

- **Manteca Neutra (neutral lard)**: tiene un color blanco, carece de sabor, exenta de olor; muy neutra, con una acidez inferior a 0.35 % de ácido oleico; se funde a 39 ó 41°C. Es un producto caro que se emplea en la confitería y pastelería.

- **Manteca selecta (choice lard)**: sólo debe prepararse con la grasa de los riñones. Esta clase de manteca corresponde a la categoría general, producto

exento de ranciedad y de impurezas menos del 1%; es la manteca utilizada en la cocina.

2. Manteca al vapor (prime steam lard): Representa un producto de aprovechamiento en la industria chacinera; se prepara con los recortes de la carne de cerdo, con trozos de grasas recogidos en el despiece por aplicación directa del vapor.

Se comprende que esta manteca no tenga una composición constante; depende de las materias primas que entran en su fabricación que son todos los residuos del cerdo que pueden contener grasa. Esta manteca es la calidad más inferior, aunque tiene buena presentación porque esta convenientemente refinada. Es blanca, tiene olor y sabor especiales, de aspecto granuloso, acidez entre 0.4 y 1 %; funde entre 37 a 39 °C.

2.1.1. PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS.

PROPIEDADES		RANGO DE VALORES
Gravedad específica a 99°/15.5°C.		0.858 - 0.864
Índice de yodo		46 - 70
Índice de saponificación		195 - 202
Ácidos grasos libres		1% máximo
Punto de fusión °C		30 - 40
Prueba para pureza de triestearina:		
(1) Número de Boemer (éter)		No menos de 71
(2) AOCS (acetona)		No menos de 73
Composición de ácidos grasos (%en peso):		
C14:0	Mirístico	1 - 4
C16:0	Palmitico	20 -28
C16:1 cis	Palmitoleico	2 - 5
C17:0	Heptadecanoico	0.3 - 0.5
C18:0	Esteárico	5 - 14
C18:1 cis	Oleico	41 - 51
C18:2 cis	Linoleico	2 - 15
C18:3	Linolénico	tr - 1

La composición, características y consistencia de la manteca de cerdo varía ampliamente dependiendo de la alimentación de los puercos, así como, de la parte del cuerpo del animal de donde se obtuvo la manteca. Esta es la razón por la cuál la variación tanto en composición de ácidos grasos como en sus propiedades fisicoquímicas es muy amplia.

2.2 SEBO DE RES

El sebo de res es la grasa obtenida de los tejidos grasos de los bovinos.

La grasa que se encuentra en los tejidos adiposos de los riñones de los bovinos (sebo en rama) es de mejor calidad que la situada alrededor de los intestinos , menos apreciada aún es la existente sobre el estómago y debajo de la piel. Por fusión de los tejidos adiposos se obtienen varios tipos de sebo:

1. Sebo Comestible:

El tipo comestible corresponde al llamado **primer jugo**, que se obtiene por fusión a temperatura no superior a 55 °C de la grasa fresca de los riñones y que se usa como materia prima para la elaboración de margarina y shortening.

2. Sebo Industrial:

El sebo industrial es una grasa que se destina exclusivamente a productos industriales, jabonería principalmente.

En la preparación de este sebo se aprovechan todos los residuos grasos, todos los órganos que tengan tejido adiposo.

La extracción del sebo industrial se puede hacer mediante los siguientes métodos:

a) Mediante fusión:

- En presencia de calor.
- En presencia de ácido sulfúrico, llamado al ácido.
- En presencia de productos químicos, fusión a la sosa.

- En presencia de disolventes.

b) En seco:

- Por fuerza centrífuga.

2.2.1 PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS.

PROPIEDADES		RANGO DE VALORES
Gravedad específica a 99°/15.5°C.		0.860 - 0.870
Índice de yodo		35 - 48
Índice de saponificación		193 - 202
Titer °C		40 - 46
Composición de ácidos grasos (%en peso):		
C14:0	Mirístico	2 - 8
C14:1	Miristoleico	0.4 - 0.6
C15:0	Pentadecanoico	0.4 - 0.7
C16:0	Palmitico	20 - 37
C16:1 cis	Palmitoleico	2 - 4
C17:0	Heptadecanoico	1 - 2
C18:0	Estéarico	14 - 29
C18:1 cis	Oleico	32 - 50
C18:2 cis	Linoleico	1 - 5

Se ha encontrado que las grasas de animales rumiantes contienen en forma natural ácidos grasos trans insaturados, en el caso de 5 muestras analizadas de sebo de res se encontró que contenía 5.1 –5.7 % de ácido elaídico (3,13).

Al igual que la manteca de cerdo, los rangos de variación en la composición de ácidos grasos en el sebo de res, así como, en sus propiedades físicoquímicas, son muy amplios debido a que estos dependen de la alimentación del animal y la parte de donde fue extraído.

2.3 MEZCLAS DE GRASAS COMESTIBLES (SHORTENING).

De acuerdo a la Ley general de Salud, se entiende por grasas compuestas, el producto elaborado por mezcla de grasas o aceites vegetales comestibles con grasas animales o con sebos comestibles.

Estas grasas compuestas se pueden encontrar bajo las siguientes denominaciones:

1. **Grasas comestibles:** las grasas compuestas que contengan menos de 35% de sebo comestible.
2. **Grasas mixtas comestibles:** las que contengan una proporción mayor de sebo comestible, pero menos del 60%.

En Europa y Estados Unidos a las mezclas de grasas comestibles se les conoce con el nombre de **Shortening** y son muy empleados en la Industria Panificadora para la elaboración de pan y pasteles, en la Industria Galletera, de frituras y de confitería.

Existen diferentes tipos de shortenings, entre los más importantes tenemos:

1. Los que están constituidos por grasas animales como: a base de manteca de cerdo y sebo de res.
2. Los que están constituidos por grasas animales y aceites vegetales como. a base de sebo de res, sebo parcialmente hidrogenado y aceite de soya, o también, mezclas de aceites animales y vegetales parcialmente hidrogenados como el aceite de pescado con aceite de palma y soya.
3. Finalmente los que son completamente vegetales, a base de aceites vegetales parcialmente hidrogenados como aceite de palma con coco.

CAPÍTULO 3.

DESEMPEÑO PROFESIONAL

3.1 DESEMPEÑO PROFESIONAL.

Mi desempeño profesional lo he desarrollado desde 1988 a la fecha en el Departamento de Cromatografía de Gases de la Subadministración de Análisis de la Administración Central de Laboratorio y Servicios Científicos.

En el Departamento de Cromatografía de Gases se hace el análisis cualitativo y cuantitativo de diferentes tipos de muestras de mercancías de difícil identificación en la aduana descritas en la introducción de ésta memoria de desempeño profesional. Con respecto a grasas animales , se reciben en el Laboratorio muestras de manteca de cerdo y de sebo de res, así como mezclas de grasas comestibles de diferentes tipos como: las que están constituidas por manteca de cerdo y sebo de res, manteca de cerdo y aceite vegetal parcialmente hidrogenado, sebo de res y aceite vegetal, así como mantecas vegetales constituidas por aceites vegetales parcialmente hidrogenados. Sin embargo, como mencioné, algunos importadores tratan de evadir los requisitos necesarios para importar manteca de cerdo declarándola como mezcla de grasas comestibles, adicionándole una pequeña cantidad de sebo de res (2 – 3 %). En la práctica industrial, el objeto de adicionar ésta pequeña cantidad es para mejorar la consistencia de la manteca y facilitar su manejo en lugares de clima cálido, pero no modifica su naturaleza , porque no la saca de los rangos establecidos para una manteca de cerdo.

Por lo tanto, la presente memoria se basa en el análisis cromatográfico utilizando columnas capilares que permita la separación y cuantificación de los isómeros cis y trans de ácidos grasos insaturados en mantecas de cerdo, sebos de res, y mezclas de ambas grasas en diferentes proporciones.

Existen referencias bibliográficas que evidencian la presencia de isómeros trans de ácidos grasos insaturados (ácido elaídico) en forma natural en el sebo de res (3,13), pero sin embargo no se han establecido rangos de variación de isómeros trans en mantecas de cerdo y sebos de res, por lo tanto, se hizo una recopilación de los análisis de 180 mantecas de cerdo importadas en el período de 1994 a 1996 y 94 sebos de res analizados en el período de 1993 a 1996, con el objeto de establecer rangos de variación en la composición de ácidos grasos cis y trans y tener un punto de referencia experimental para el contenido de ácido elaídico. De la misma manera, se determinó la composición de ácidos grasos de manteca de cerdo nacional obtenida de diferentes partes del puerco, con el objeto de demostrar que el contenido de ácido elaídico en manteca de cerdo es muy pequeño y no excede del 0.5%.

Este tipo de mercancías generalmente se importan de los Estados Unidos de Norte América y entran por las aduanas del Norte, principalmente por las aduanas fronterizas de Cd. Juárez, Chih., Matamoros, Tamps., y Mexicali, B.C.

Cuando llegan las muestras al Laboratorio, éstas pasan primeramente al departamento de Recepción y Acondicionamiento de muestras en donde se les da un número de identificación que se conoce como L.C., las muestras son capturadas en el Banco de Información y posteriormente pasan al almacén general donde se distribuirán en los diferentes departamentos correspondientes para su análisis.

3.2 METODOLOGÍA .

Las grasas animales están constituidas por triglicéridos que son triésteres de la glicerina con ácidos grasos, estos son compuestos de alto peso molecular y como tales es difícil analizarlos en un cromatógrafo de gases convencional, para eso se requiere de un cromatógrafo de gases de alta temperatura con columnas capilares

recubiertas con aluminio o acero inoxidable. Por tal motivo, es necesario formar un derivado que es el éster metílico de los ácidos grasos, que son compuestos con puntos de ebullición más bajos y por lo tanto, se pueden analizar más fácilmente por ésta técnica.

3.2.1 PREPARACIÓN DE ÉSTERES METÍLICOS DE ÁCIDOS GRASOS EN ACEITES Y GRASAS. MÉTODO CON TRIFLUORURO DE BORO.

A. FUNDAMENTO Y CAMPO DE APLICACIÓN.

Los glicéridos y fosfolípidos se saponifican para liberar los ácidos grasos y esterificarlos en presencia de BF_3 para un posterior análisis por CG o IR.

Este método es aplicable a grasas y aceites vegetales y animales comunes y ácidos grasos. Los insaponificables no son removidos y si están presentes en grandes cantidades puede interferir en el subsecuente análisis.

Este método no es adecuado para preparar los ésteres metílicos de ácidos grasos que contengan grupos epoxi, hidroperoxi, aldehído, cetona, ciclopropil, ciclopropenil y compuestos poliinsaturados conjugados y acetilénicos porque se ocasiona la destrucción completa o parcial de estos grupos.

B. EQUIPO Y MATERIAL DE VIDRIO.

- a) Matraz de fondo redondo de 50 ml y 100 ml , de cuello corto, con unión esmerilada 19/22.
- b) Condensador para reflujo con uniones esmeriladas 19/22.
- c) Balanza Analítica. Fisher Scientific. A-250.

d) Aparato de extracción constituido por 6 parrillas con controladores independientes.

e) Perlas de ebullición.

C. REACTIVOS.

a) Reactivo de Trifluoruro de Boro en Metanol al 20%. Merck. No. Art. 801663.

b) Solución metanólica de hidróxido de sodio 0.5N. Disolver 2 g de NaOH en 100 ml de MeOH que contenga < 0.5 % de H₂O. Si se forma un precipitado blanco de Na₂CO₃ durante el almacenamiento del reactivo, puede ignorarse.

c) Heptano. Grado cromatográfico. Puede substituirse por hexano , si en la muestra no existen ácidos grasos mayores de 20 átomos de carbono.

d) Cloruro de sodio (NaCl) reactivo analítico. Solución saturada en agua.

e) Sulfato de sodio anhidro (Na₂SO₄). Reactivo analítico.

D. PROCEDIMIENTO.

No se requiere de pesadas precisas. El tamaño de muestra se debe conocer para determinar el tamaño del matraz y la cantidad de reactivos a usar, de acuerdo a la siguiente tabla:

MUESTRA (mg)	MATRAZ (ml)	0.5N NaOH (ml)	REACTIVO BF ₃ (ml)
100 – 250	50	4	5
250 – 500	50	6	7
500 – 750	100	8	9
750 – 1000	100	10	12

Para CG se recomienda una muestra de 350 mg.

a) Para grasas y aceites:

Pesar la muestra en el matraz y añadir la solución metanólica de NaOH de acuerdo a la tabla anterior y algunas perlas de ebullición. Montar el refrigerante y calentar bajo reflujo aproximadamente 15 min, hasta que los glóbulos desaparezcan. Añadir la solución metanólica de trifluoruro de boro por el extremo superior del refrigerante y continuar calentando a reflujo durante 2 min. Agregar 5 ml de heptano por el extremo superior del refrigerante y continuar calentando a reflujo 1 min. más. Enfriar y retirar el refrigerante, agregar solución saturada de NaCl, agitar suavemente y agregar más solución hasta que el heptano flote a la altura del cuello del matraz. Transferir 1 ml de la solución de heptano en un tubo de ensayo, añadir una pequeña cantidad de Na₂SO₄ anhidro para eliminar agua, agitar y la solución está lista para inyectarse directamente en un cromatógrafo de gases. Si es necesario, diluir la solución a concentraciones de 5 – 10% para CG.

b) Para ácidos grasos:

Pesar la muestra de ácidos grasos en el matraz, agregar la solución de trifluoruro de boro en metanol de acuerdo a la tabla anterior y continuar como en el inciso (a) desde (continuar calentando a reflujo durante 2 min).

E. RECOMENDACIONES.

Los ésteres metílicos deben ser analizados lo más pronto posible. Si es necesario, la solución de heptano se puede conservar bajo una atmósfera de nitrógeno en el refrigerador.

3.2.2 DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN DE ÁCIDOS GRASOS CIS - TRANS EN GRASAS ANIMALES Y MEZCLAS DE GRASAS COMESTIBLES POR CROMATOGRAFÍA DE GASES CAPILAR.

A. FUNDAMENTO Y CAMPOS DE APLICACIÓN.

Este método es para la determinación de ésteres metílicos de ácidos grasos incluyendo isómeros cis y trans por Cromatografía de Gases Capilar.

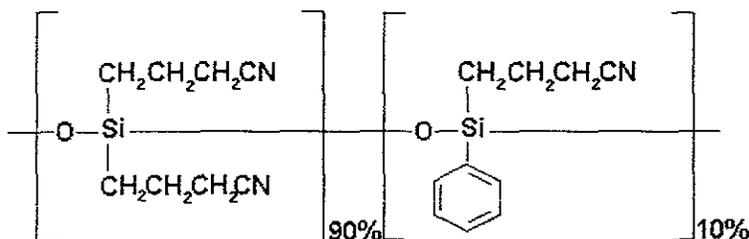
Este método es aplicable para la determinación de los ésteres metílicos de ácidos grasos cis y trans en mantecas de cerdo, sebos de res, mantecas vegetales y mezclas de grasas comestibles como manteca de cerdo con sebo y manteca de cerdo con aceite vegetal parcialmente hidrogenado, obtenidos por el método AOAC – IUPAC 969.33 descrito anteriormente.

B. APARATOS.

a) Cromatógrafo de Gases.

Cualquier Cromatógrafo de Gases capaz de alcanzar temperaturas hasta 350°C, con un inyector capilar (split /splitless) y detector de ionización de flama (FID).

- b) Columna Capilar SP™ - 2380 poli(90% biscianopropil - 10% cianopropilfenilsiloxano). Supelco. 60 m X 0.25 mm de d.i. ; 0.20 μm de grosor de película



- c) Jeringa de volumen máximo de 10 μl, graduada en 0.1 μl.

- d) Integrador.

Un integrador electrónico o una estación de datos con un software cromatográfico capaz de manejar información.

C. REACTIVOS.

- a) Gas de acarreo: Helio de alta pureza 99.995%.
- b) Otros gases: Hidrógeno de alta pureza 99.995% , aire libre de humedad e impurezas orgánicas.
- c) Estándares de referencia: mezcla de ésteres metílicos cis y trans de composición conocida , preferentemente similar al de la muestra por analizar . Por ejemplo mezcla grado cuantitativo No. K110 (# 19050, Alltech Associates, Inc., Deerfiel, IL, USA).

D. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA.

- a) Fundir la muestra problema, así como, sus materias primas: manteca de cerdo y sebo de res en baño maría y homogenizarlas perfectamente.
- b) Preparar mezclas de manteca de cerdo y sebo de res en las siguientes proporciones:

95 % MC y 5 % SR

90 % MC y 10 % SR

85 % MC y 15 % SR

80 % MC y 20 % SR

75 % MC y 25 % SR

en donde: MC: Manteca de cerdo

SR: Sebo de res

- c) Preparar una mezcla de acuerdo a las proporciones que manifiesta el importador en su información técnica, que en este caso es de 79 % MC y 21 % SR.
- d) Fundir y homogenizar las mezclas perfectamente.
- e) Pesar aproximadamente 500 mg, tanto de la muestra problema, así como, de las materias primas y de cada una de las mezclas por duplicado y se preparan los ésteres metílicos de ácidos grasos de acuerdo al método con trifluoruro de boro descrito anteriormente.

E. PROCEDIMIENTO.

- a) Instalar la columna en el cromatógrafo de gases y acondicionarla de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

b) Efectuar la " Prueba de Metano" para verificar si la columna fue instalada adecuadamente y poder calcular la velocidad lineal promedio, flujo a través de la columna y relación de split, de la siguiente manera:

Con una presión de P = 30 psig de gas de acarreo, poner el detector e inyector a la temperatura normal de operación, que en este caso es de 25°C y la temperatura del horno a 50°C isotérmica. Inyectar aproximadamente de 1 a 5 μ l de metano, en caso de no tenerlo, se puede substituir por gas butano de un encendedor, hacer la inyección por triplicado. Si se obtiene un pico simétrico, sin coleo, es indicativo de que la columna está instalada adecuadamente. El tiempo de retención obtenido es el t_M o t_0 y procedemos a calcular la velocidad lineal promedio, el flujo a través de la columna y la relación de split con las siguientes fórmulas:

$$\bar{v} = \frac{L}{t_M}$$

Donde:

\bar{v} = velocidad lineal promedio

L = longitud de la columna (cm)

t_M = tiempo de un soluto no retenido (butano) en seg.

$$f = \frac{\pi r^2 L}{t_M}$$

Donde:

f = flujo a través de la columna

L = longitud de la columna (cm).

t_M = tiempo de un soluto no retenido (min).

$$\text{Relación de split} = \frac{\text{Flujo en el divisor (split)}}{\text{flujo a través de la columna}}$$

- c) Establecer las condiciones cromatográficas descritas en la Tabla 1. (Pág. 48)
- d) Analizar una mezcla de estándares de referencia de composición conocida bajo las condiciones de operación descritas en la tabla 1, de la siguiente manera:
- Diluir una ampollita de 50 mg de una mezcla de estándares grado cuantitativo No. K110 (# 19050, Alltech Associates, Inc, Deerfield, IL, USA) en 2 ml de heptano, e inyectar al cromatógrafo 0.6 μ l por duplicado.
 - Para identificar cada componente y determinar su orden de elución, inyectar cada uno de los estándares que constituyen la mezcla por separado y comparar tiempos de retención.
 - Calcular factores de respuesta, tomando en cuenta que la concentración de cada estándar en la mezcla es de 12.5% .
- e) Se toma 1 ml de los ésteres metílicos de la muestra formados, se diluyen con 2 ml de heptano y se inyectan 0.6 μ l al cromatógrafo. Se identifican los componentes de la muestra comparando los tiempos de retención con los de los componentes de la mezcla de referencia.

F. CÁLCULOS.

Se utiliza el método de normalización el cuál, asume que todos los componentes de la muestra están representados en el cromatograma, de tal forma, que la suma de las áreas de los picos, representa el 100 % de los constituyentes (elución total), con factores de respuesta unitarios para cada componente.

Si no existen cantidades significativas de ácidos grasos cuyas longitudes sean menor a 12 átomos de carbono, calcular el % en peso de cada componente, expresado como ésteres metílicos con la siguiente fórmula:

$$C_i = \frac{G_i}{\sum G_i} \times 100$$

Donde:

G_i = área del pico correspondiente al componente i .

$\sum G_i$ = suma de áreas de todos los picos

TABLA 1

CONDICIONES CROMATOGRÁFICAS

Estas condiciones se establecieron en un Cromatógrafo de Gases Varian Mod. 3400, con una Estación de Datos Varian Star software Ver. 4.0

Tipo	Detector Detector de ionización de flama (FID). Hidrógeno 30 ml/min Aire 300 ml/min
Rango	1×10^{-11}
Temperatura (°C)	250
Modo de inyección:	Inyector Split
Temperatura (°C)	250
Fase estacionaria	Columna SP™- 2380 Supelco Poli(90% biscianopropil – 10% cianopropilfenilsiloxano)
Longitud (m)	60
Diámetro interno (mm)	0.25
Grosor de película (μm)	0.20
Temp. Inicial (°C)	Programa de temperatura 150
Tiempo inicial (min)	1
Rango (°C/min)	6
Temp. Final (°C)	250
Tiempo final (min)	2
Tiempo total de corrida (min)	19.66
Tipo	Gas de acarreo Helio
Presión	30 psig; $t_0 = 4.013$ min.
Flujo en el divisor (split)	60 ml/min
Velocidad lineal	24.92 cm/seg
Flujo	0.73 ml/min
Relación de split	1 : 82

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 ANÁLISIS CUALITATIVO.

Como puede observarse en los cromatogramas Nos. 1 y 2 el orden de elución de los ésteres metílicos de ácidos grasos es consecutivo de menor a mayor dependiendo, de la longitud de la cadena. Los isómeros trans de los ácidos grasos insaturados se resuleven antes que el isómero cis.

En los cromatogramas Nos. 3 y 4, la manteca de cerdo como el sebo de res presentan perfiles cromatográficos diferentes que permite identificarlos uno de otro. La diferencia más importante es la presencia de isómeros trans, como ácido elaidico y palmitoelaidico en forma natural en el sebo de res, a diferencia de la manteca de cerdo, que en forma natural contiene una cantidad muy pequeña de ácido elaidico.

4.2 ANÁLISIS CUANTITATIVO.

Como puede observarse en la tabla 1, los factores de respuesta obtenidos del análisis de una mezcla de estándares de isómeros cis-trans de ésteres metílicos de ácidos grasos de composición conocida, son muy parecidos y muy cercanos a la unidad. Con esto comprobamos que compuestos de series homólogas, en este caso, ésteres metílicos de ácidos grasos cuyas longitudes sean mayor a 10 átomos de carbono van a tener el mismo factor de respuesta para el detector FID. Por esa razón, para el análisis cuantitativo se utiliza el método de normalización de áreas el cual asume que todos los componentes de la muestra están representados en el cromatograma, de tal forma, que la suma de las áreas de los picos, representa el 100% de los constituyentes (elución total).

En la Tabla 2 y gráfica 1 se presentan los rangos de variación experimentales de ácidos grasos en 180 mantecas de cerdo analizadas en el período de 1994 a 1996. Como puede observarse la variación en algunos ácidos es amplia como en el caso del oleico, palmítico y linoleico, pero, sin embargo la variación en el rango de ácido elaidico es muy pequeño (0.3 – 0.5%) en comparación con la del sebo de res, en donde la variación para el ácido elaidico es mucho más amplia (4.1–9.1 %) Ver tabla 3 y gráfica 2. En este también se identifica otro isómero trans como el ácido palmitoelaidico que no se presenta en la manteca de cerdo, así como la presencia de ácidos miristoleico y pentadecanoico. El contenido de ácido linoleico en el sebo de res generalmente es mucho más bajo (1.7- 5.5 %) que en una manteca de cerdo (9.0 - 13.7 %).

En la tabla 4, están reportados la composición de ácidos grasos de mantecas obtenidas de diferentes partes del puerco, como puede observarse el contenido de ácido elaidico es muy pequeño y nunca excede de 0.5%.

En la tabla 5, están reportados la composición de ácidos grasos de las materias primas proporcionadas por el importador, con las que se elaboró la muestra problema y las mezclas con diferentes proporciones de sebo.

Analizando los resultados obtenidos de las mezclas preparadas de manteca de cerdo y sebo de res en diferentes proporciones (Ver tablas 6 y 7 y gráficas 3 y 4), se puede observar la tendencia de algunos ácidos a aumentar, conforme se aumenta la cantidad de sebo añadido. Sin embargo, lo más relevante es que el contenido de ácido elaidico aumenta proporcionalmente con el contenido de sebo en la mezcla guardando una relación lineal altamente significativa ($R^2= 0.999747$) como se demuestra en la gráfica 5. (Pág. 64)

Los ácidos miristoleico y pentadecanoico también aumentan conforme aumenta el contenido de sebo en la mezcla y por el contrario, el ácido linoleico (gráfica 4) presenta la tendencia de disminuir, ya que, como mencionamos se encuentra en una proporción baja en el sebo de res con respecto a la manteca de cerdo.

En la Tabla 8 están reportados la composición de ácidos grasos de la muestra problema y de una mezcla que se preparó en el Laboratorio de acuerdo a la información proporcionada por el importador.

Los resultados obtenidos del contenido de sebo en la muestra problema, tanto por interpolación en la gráfica 5 como el obtenido sustituyendo los valores en la ecuación (1) son muy próximos y satisfactorios con respecto a lo que se esperaba.(Ver págs. 65 y 66).

T A B L A 1.

**ESTÁNDARES DE REFERENCIA
MEZCLA GRADO CUANTITATIVO No. K110 (#19050, ALLTECH
ASSOCIATES, INC, DEERFIELD, IL, USA**

	ÉSTERES METÍLICOS DE ÁCIDOS GRASOS	CONCENTRACIÓN (%)	FACTORES DE RESPUESTA
C16:0	PALMITATO DE METILO	12.5	1.000
C16:1 TRANS	PALMITOELAIDATO DE METILO	12.5	1.000
C16:1 CIS	PALMITOLEATO DE METILO	12.5	0.988
C18:0	ESTEARATO DE METILO	12.5	0.991
C18:1 TRANS	ELAIDATO DE METILO	12.5	1.011
C18:1 CIS	OLEATO DE METILO	12.5	1.002
C18:2 9,12TRANS	LINOLEAIDATO DE METILO	12.5	0.989
C18:2 9,12 CIS	LINOLEATO DE METILO	12.5	1.000

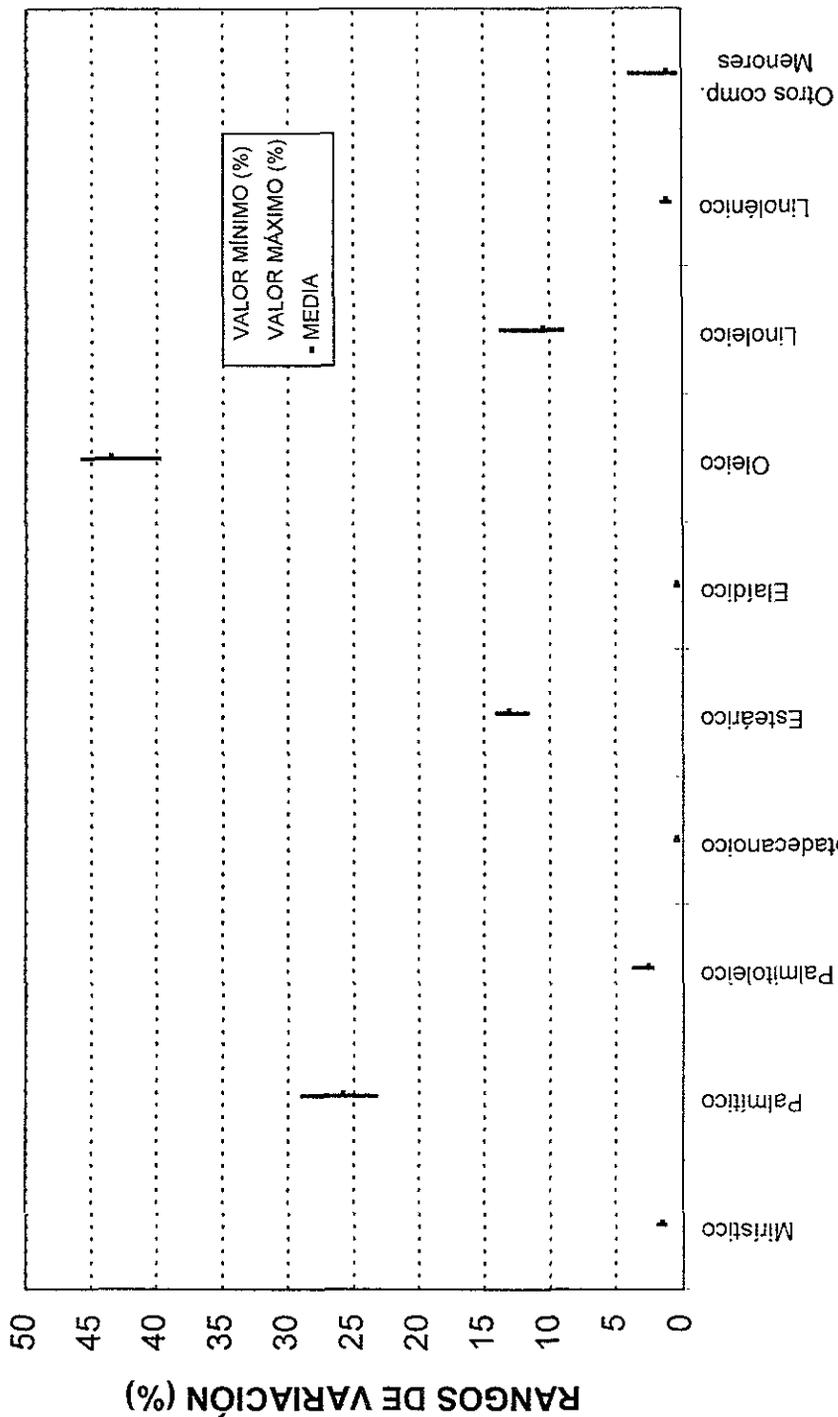
T A B L A 2.

**RANGOS DE VARIACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS EN 180 MANTECAS DE CERDO IMPORTADAS EN EL PERIODO DE 1994 A 1996
COMPOSICIÓN RELATIVA DE ACIDOS GRASOS (%)**

ÁCIDOS GRASOS	MEDIA	DESVIACIÓN ESTANDAR	RANGOS DE VARIACIÓN
MIRÍSTICO	1.46	0.10	1.3 - 1.8
PALMITICO	25.79	0.73	23.3 - 28.9
PALMITOLEICO	2.48	0.16	2.2 - 3.6
HEPTADECANOICO	0.38	0.04	0.3 - 0.5
ESTEÁRICO	13.14	0.44	11.7 - 14
ELAÍDICO	0.39	0.07	0.3 - 0.5
OLEICO	43.46	0.92	39.8 - 45.7
LINOLEICO	10.46	0.68	9.0 - 13.7
LINOLÉNICO	1.10	0.11	0.8 - 1.4
OTROS COMP. MENORES	1.10	0.40	0.4 - 3.9

GRAFICA 1

RANGOS DE VARIACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS EN 180 MANTECAS DE CERDO IMPORTADAS EN EL PERÍODO DE 1994 A 1996



ÁCIDOS GRASOS

TABLA 3.

**RANGOS DE VARIACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS EN 94 SEBOS DE RES
IMPORTADOS EN EL PERIODO DE 1993 A 1996
COMPOSICIÓN RELATIVA DE ÁCIDOS GRASOS (%)**

ÁCIDOS GRASOS	MEDIA	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	RANGOS DE VARIACIÓN
MIRÍSTICO	3.53	0.36	2.6 - 4.9
MIRISTOLEICO	0.59	0.11	0.3 - 0.8
PENTADECANOICO	0.54	0.07	0.4 - 0.7
PALMÍTICO	25.08	1.06	22.7 - 29.4
PALMITOLEAÍDICO	0.34	0.06	0.2 - 0.4
PALMITOLEICO	3.09	0.33	2.3 - 4.1
HEPTADECANOICO	1.49	0.17	1.0 - 1.9
ESTEARÍCO	17.54	1.55	13.6 - 21.0
ELAÍDICO	6.86	1.28	4.1 - 9.1
OLEICO	35.49	2.01	30.6 - 40.0
LINOLEICO	2.38	0.85	1.7 - 5.5
OTROS COMP. MENORES	3.07	0.84	1.4 - 5.3

**RANGOS DE VARIACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS EN 94 SEBOS DE RES
IMPORTADOS EN EL PERÍODO DE 1994 A 1996**

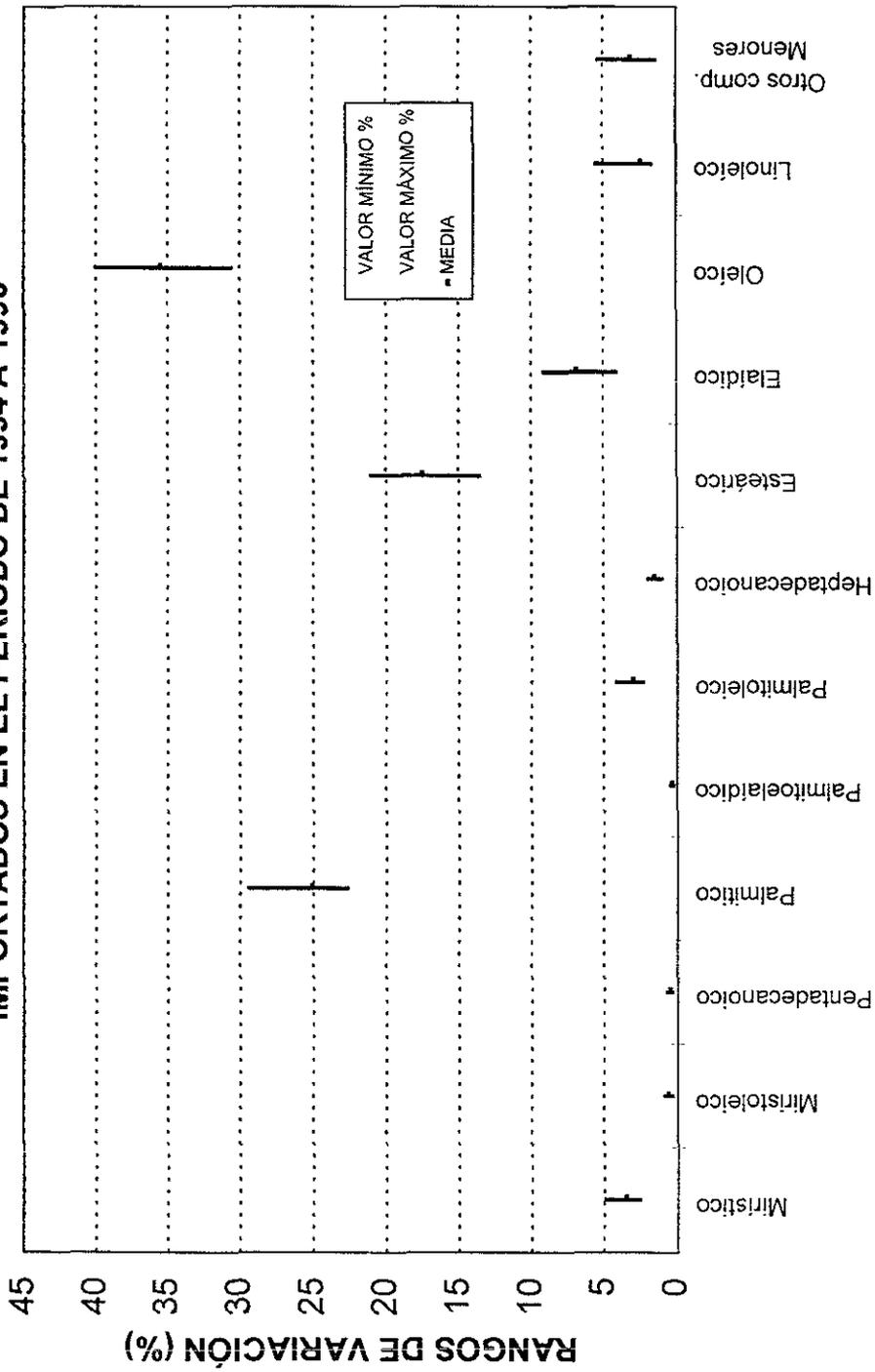


TABLA 4.

**MANTECA DE CERDO OBTENIDA DE DIFERENTES
PARTES DEL PUERCO
COMPOSICIÓN RELATIVA DE ÁCIDOS GRASOS (%)**

	ÁCIDOS GRASOS	LARDO DE CERDO	UNTO DE CERDO	RECORTE DE PANCETA	PAPADA
C14:0	MIRÍSTICO	1.52	1.49	1.47	1.48
C16:0	PALMÍTICO	24.75	28.34	25.95	23.07
C16:1 TRANS	PALMITOELAÍDICO				
C16:1 CIS	PALMITOLEICO	2.84	1.42	2.41	3.58
C17:0	HEPTADECANOICO	0.37	0.31	0.43	0.36
C18:0	ESTERÁRICO	9.67	21.05	13.89	8.94
C18:1 TRANS	ELAÍDICO	0.34	0.24	0.34	0.12
C18:1 CIS	OLEICO	44.22	36.86	42.84	45.67
C18:2 9,12 CIS	LINOLEICO	12.28	7.92	9.48	12.73
C18:3	LINOLÉNICO	0.98	0.50	0.71	1.03
	OTROS COMP. MENORES	2.71	1.65	2.23	2.68

TABLA 5.

MATERIAS PRIMAS

COMPOSICIÓN RELATIVA DE ÁCIDOS GRASOS (%)

	ÁCIDOS GRASOS	MANTECA DE CERDO	MANTECA DE CERDO DUPLICADO	SEBO DE RES	SEBO DE RES DUPLICADO
C14:0	MIRÍSTICO	1.43	1.40	3.00	3.19
C14:1	MIRISTOLEICO	-----	-----	0.51	0.54
C15:0	PENTADECANOICO	-----	-----	0.58	0.61
C16:0	PALMÍTICO	24.31	24.35	22.67	23.29
C16:1 TRANS	PALMITOLEAÍDICO	-----	-----	0.42	0.46
C16:1 CIS	PALMITOLEICO	2.46	2.45	2.89	2.97
C17:0	HEPTADECANOICO	0.41	0.41	1.79	1.80
C18:0	ESTEARÍCO	12.85	12.85	17.92	17.61
C18:1 TRANS	ELAÍDICO	0.42	0.42	7.40	7.30
C18:1 CIS	OLEICO	44.25	44.23	36.36	35.89
C18:2 9,12 TRANS	LINOLEAÍDICO	-----	-----	0.15	0.15
C18:2 9 12 CIS	LINOLEICO	10.60	10.61	1.78	1.75
C18:3	LINOLÉNICO	0.46	0.46	0.20	0.21
	OTROS COMP. MENORES	2.81	2.82	4.33	4.23

TABLA 6.

**MEZCLAS DE MANTECAS DE CERDO Y SEBO DE RES
COMPOSICIÓN RELATIVA DE ÁCIDOS GRASOS (%)**

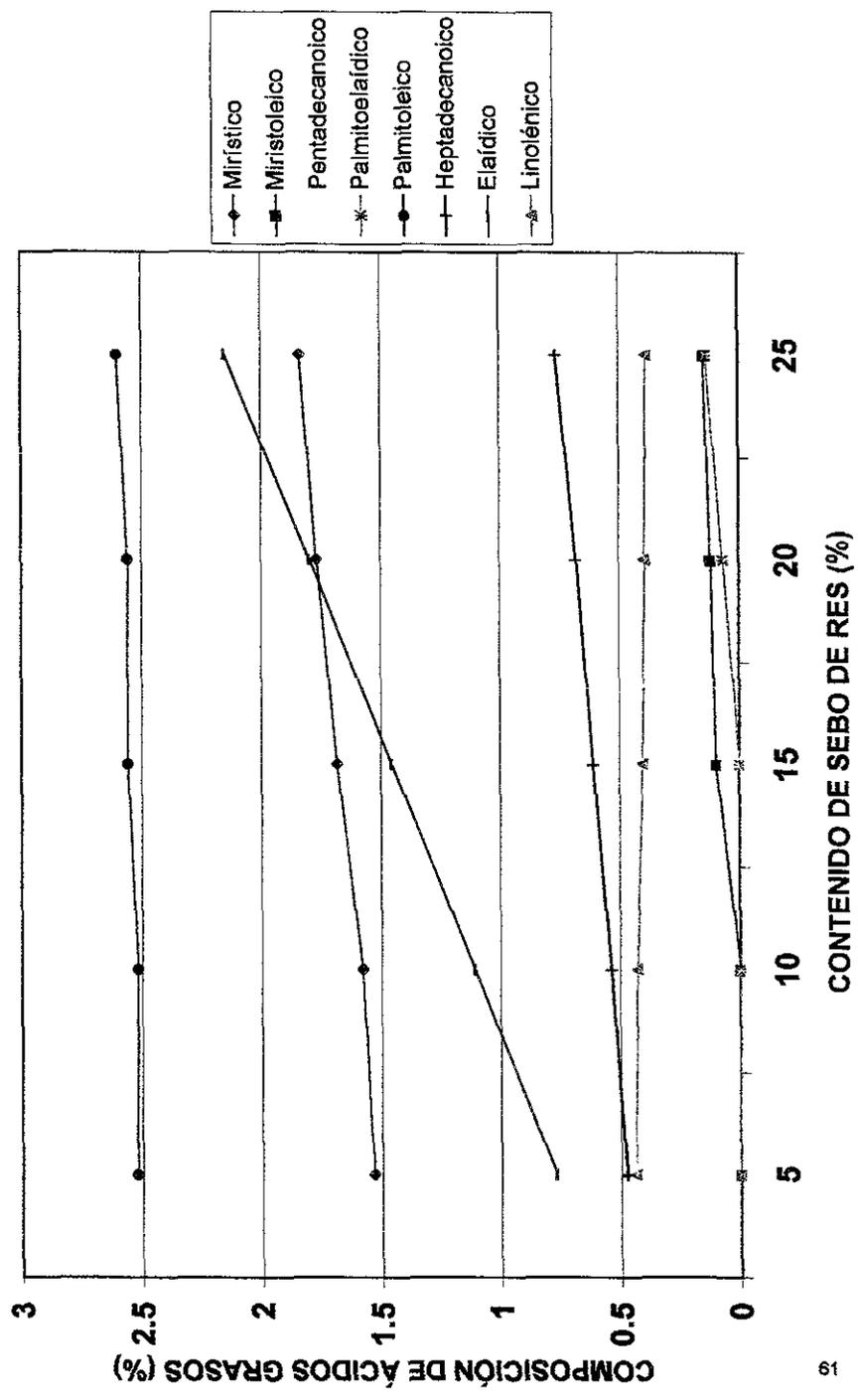
	ÁCIDOS GRASOS	95 % MC 5 % SR	90 % MC 10 % SR	85 % MC 15 % SR	80 % MC 20 % SR	75 % MC 25 % SR
C14:0	MIRÍSTICO	1.54	1.52	1.65	1.77	1.82
C14:1	MIRISTOLEICO			0.10	0.12	0.15
C15:0	PENTADECANOICO	0.08	0.12	0.14	0.17	0.20
C16:0	PALMÍTICO	24.75	24.06	24.38	24.39	24.14
C16:1 TRANS	PALMITOELAÍDICO				0.07	0.14
C16:1 CIS	PALMITOLEICO	2.53	2.47	2.55	2.57	2.59
C17:0	HEPTADECANOICO	0.47	0.54	0.61	0.68	0.76
C18:0	ESTEARICO	12.94	13.50	13.56	13.80	14.09
C18:1 TRANS	ELAÍDICO	0.77	1.11	1.44	1.80	2.15
C18:1 CIS	OLEICO	43.54	43.79	43.00	42.59	42.23
C18:2 9,12 CIS	LINOLEICO	10.14	9.78	9.26	8.83	8.40
C18:3	LINOLÉNICO	0.45	0.43	0.41	0.40	0.39
	OTROS COMP. MENORES	2.79	2.65	2.85	2.79	2.94

TABLA 7.

**MEZCLAS DE MANTECAS DE CERDO Y SEBO DE RES
(DUPLICADOS)
COMPOSICIÓN RELATIVA DE ÁCIDOS GRASOS (%)**

	ÁCIDOS GRASOS	95 % MC 5 % SR	90 % MC 10 % SR	85 % MC 15 % SR	80 % MC 20 % SR	75 % MC 25 % SR
C14:0	MIRÍSTICO	1.53	1.58	1.72	1.77	1.86
C14:1	MIRISTOLEICO	-----	-----	0.10	0.12	0.15
C15:0	PENTADECANOICO	0.08	0.11	0.15	0.17	0.19
C16:0	PALMÍTICO	24.71	24.41	24.56	24.09	24.13
C16:1 TRANS	PALMITOELAÍDICO	-----	-----	-----	0.07	0.14
C16:1 CIS	PALMITOLEICO	2.52	2.52	2.57	2.55	2.62
C17:0	HEPTADECANOICO	0.48	0.54	0.61	0.68	0.77
C18:0	ESTEARICO	13.00	13.34	13.52	13.90	14.14
C18:1 TRANS	ELAÍDICO	0.77	1.11	1.47	1.80	2.16
C18:1 CIS	OLEICO	43.57	43.47	42.90	42.75	42.31
C18:2,9,12 CIS	LINOLEICO	10.09	9.73	9.20	8.84	8.37
C18:3	LINOLÉNICO	0.43	0.43	0.40	0.39	0.39
	OTROS COMP. MENORES	2.80	2.74	2.77	2.86	2.78

GRÁFICA 3
EFFECTO DEL AUMENTO DEL CONTENIDO DE SEBO DE RES EN MANTECA
DE CERDO SOBRE LA COMPOSICIÓN DE ÁCIDOS GRASOS



GRÁFICA 4
EFFECTO DEL AUMENTO DEL CONTENIDO DE SEBO DE RES EN
MANTECA DE CERDO SOBRE LA COMPOSICIÓN DE ÁCIDOS GRASOS

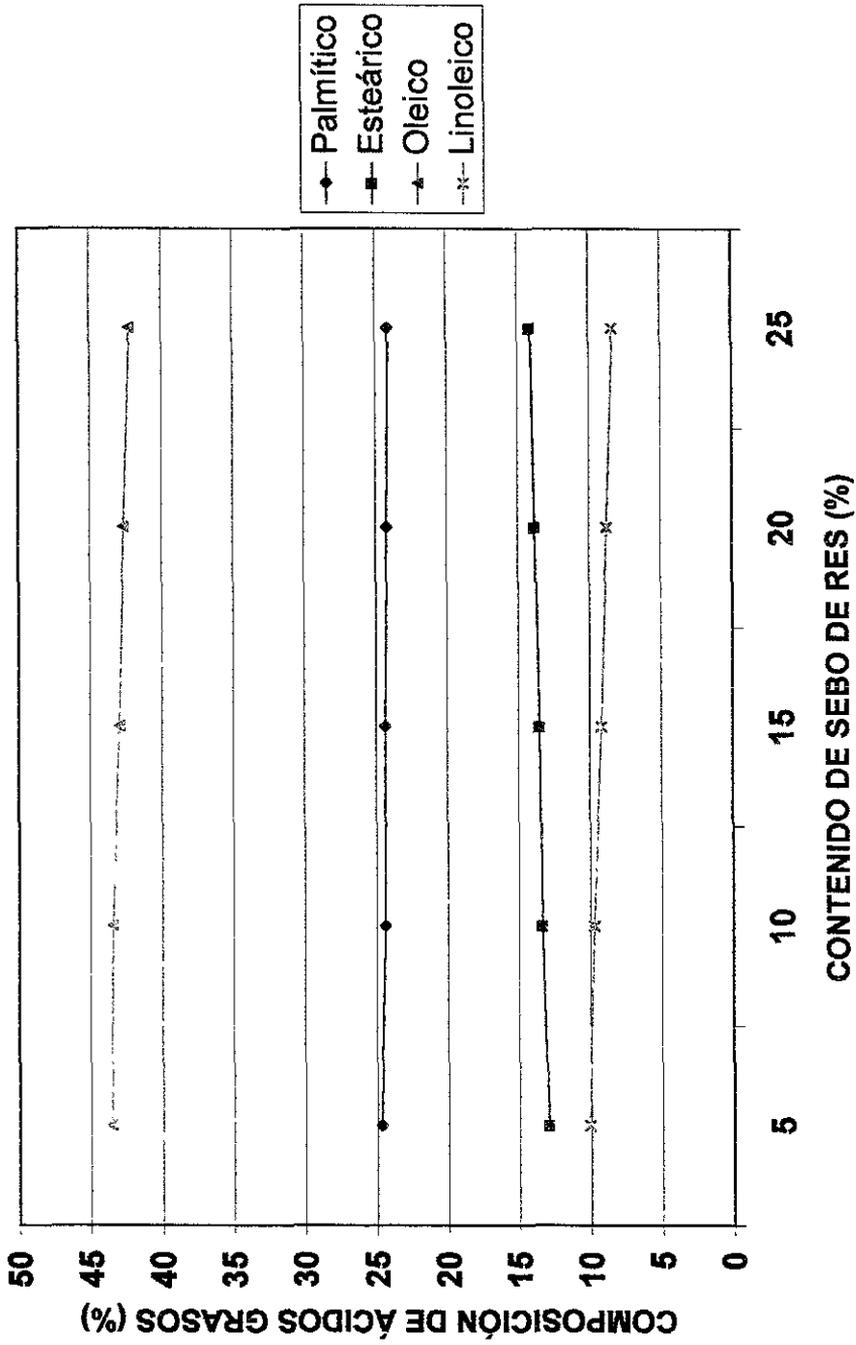


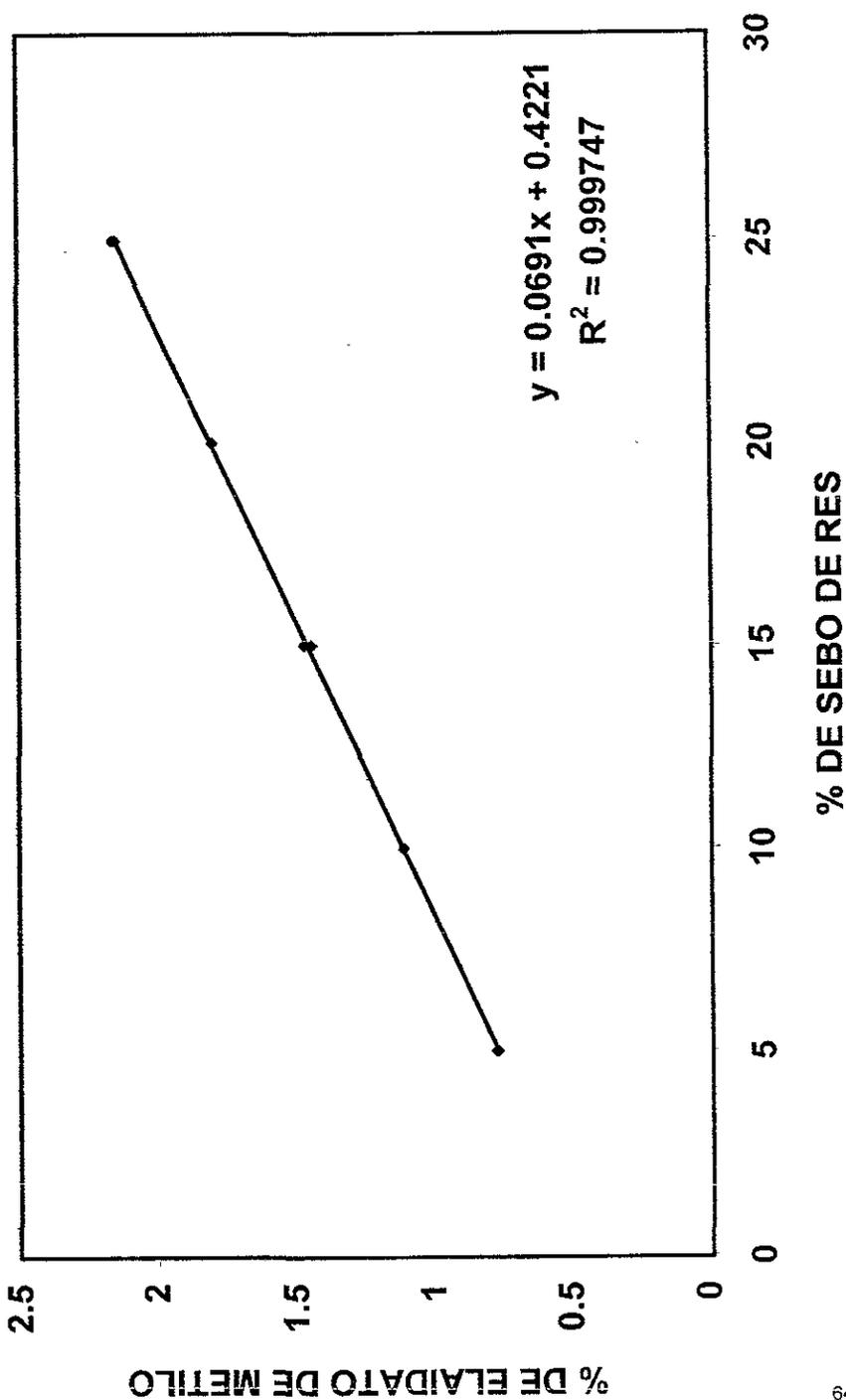
TABLA 8.

RESULTADOS MUESTRA PROBLEMA

COMPOSICIÓN RELATIVA DE ÁCIDOS GRASOS (%)

97 FEB 2313 NOMBRE DEL PRODUCTO: GRASAS ALIMENTICIA PREPARADAS A BASE DE MANTECA DE CERDO IMPORTADOR: JAIME OMAR PINEDA GONZÁLES ADUANA: MATAMOROS, TAMPS.						
	ÁCIDOS GRASOS	97 FEB 2313	97 FEB 2313 DUPLICADO	79 % MC 21 % SR	79 % MC 21 % SR DUPLICADO	
C14:0	MIRÍSTICO	1.81	1.79	1.77	1.77	1.77
C14:1	MIRISTOLEICO	0.14	0.14	0.13	0.13	0.13
C15:0	PENTADECANOICO	0.19	0.18	0.17	0.18	0.18
C16:0	PALMÍTICO	24.52	24.43	24.29	23.99	23.99
C16:1 TRANS	PALMITOELAIDICO	0.07	0.08	0.12	0.08	0.08
C16:1 CIS	PALMITOLEICO	2.60	2.58	2.59	2.53	2.53
C17:0	HEPTADECANOICO	0.70	0.72	0.71	0.69	0.69
C18:0	ESTEÁRICO	13.82	13.88	13.84	14.00	14.00
C18:1 TRANS	ELAÍDICO	1.92	1.95	1.87	1.86	1.86
C18:1 CIS	OLEICO	42.33	42.42	42.44	42.71	42.71
C18:2 9,12 CIS	LINOLEICO	8.66	8.67	8.74	8.81	8.81
C18:3	LINOLÉNICO	0.38	0.39	0.40	0.39	0.39
	OTROS COMP. MENORES	2.86	2.77	2.93	2.86	2.86

GRÁFICA 5
MEZCLAS DE MANTECA DE CERDO Y SEBO DE RES.



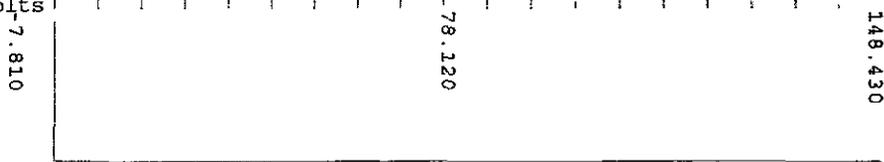
Title : ESTERES METLICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\ESTD016.RUN
 Method File : C:\STAR\ESTANDAR.MTH
 Sample ID : ESTANDARES

Injection Date: 29-MAY-97 5:07 PM Calculation Date: 29-MAY-97 5:39 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS_6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANGO 11 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 64 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00
 millivolts



TR	NOMBRE	
10.064	PALMITATO DE METILO	(C16:0)
10.519	PALMITOLEATO DE METILO	(C16:1 TRANS)
10.738	PALMITOLEATO DE METILO	(C16:1 CIS)
11.967	ESTEARATO DE METILO	(C18:0)
12.399	ELAIDATO DE METILO	(C18:1 TRANS)
12.598	OLEATO DE METILO	(C18:1 CIS)
13.076	LINOLELAIDTO DE METILO	(C18: 2,9,12 TRANS)
13.512	LINOLEATO DE METILO	(C18:2, 9,12 CIS)

C16:0	10.064
C16:1trans*	10.519 10.738
C18:0	11.967
C18:1trans*	12.399 12.598
C18:2trans	13.076
C18:2cis	13.512

CROMATOGRAMA No 1. ESTÁNDARES DE REFERENCIA K110

Title : ESTERES METLICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\ESTD016.RUN
 Method File : C:\STAR\ESTANDAR.MTH
 Sample ID : ESTANDARES

Injection Date: 29-MAY-97 5:07 PM Calculation Date: 29-MAY-97 5:39 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS_6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANGO 11 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Run Mode : Analysis
 Peak Measurement: Peak Area
 Calculation Type: Normalized %

Peak No.	Peak Name	Result % EN PESO	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes
1	C16:0	12.4924	10.064	0.000	30452	BB	2.5	
2	C16:1trans	12.4855	10.519	0.000	30443	BB	2.4	
3	C16:1cis	12.4815	10.738	0.001	30072	BB	2.3	
4	C18:0	12.4940	11.967	0.000	30186	BB	3.2	
5	C18:1trans	12.5069	12.399	0.000	30837	BV	3.1	
6	C18:1cis	12.5081	12.598	0.000	30565	VB	2.7	
7	C18:2trans	12.5137	13.076	0.000	30180	BB	2.7	
8	C18:2cis	12.5179	13.512	0.000	30532	BB	2.6	
Totals:		100.0000		0.001	243267			

Total Unidentified Counts : 0 counts

Detected Peaks: 13 Rejected Peaks: 5 Identified Peaks: 8

Amount Standard: 1.000000 Multiplier: 1.000000 Divisor: 1.000000

Baseline Offset: -1 microVolts

Noise (used): 40 microVolts - monitored before this run

Manual injection

Original Notes:

MEZCLA DE ESTANDARES DE CALIBRACION K110.

Appended Notes:

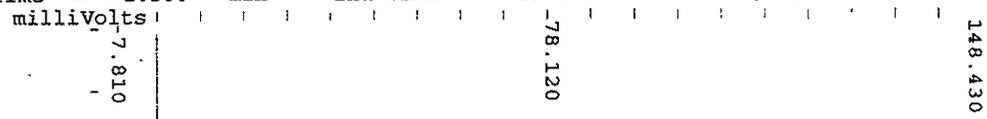
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\ESTD2003.RUN
 Method File : C:\STAR\ESTD2.MTH
 Sample ID : ESTANDARES 2

Injection Date: 30-MAY-97 12:09 PM Calculation Date: 30-MAY-97 12:52 PM

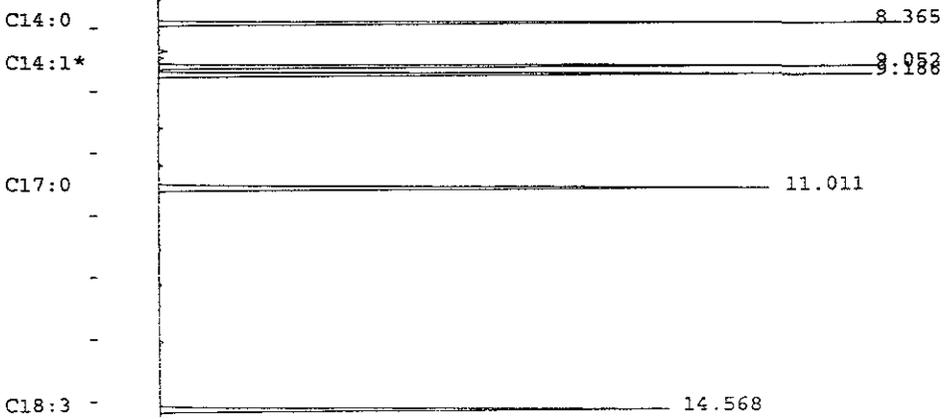
Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS 6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANGO 11 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Start Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 64 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00



TR	NOMBRE	
8.365	MIRISTATO DE METILO	(C14:0)
9.052	MIRISTOLEATO DE METILO	(C14:1)
9.186	PENTADECANOATO DE METILO	(C15:0)
11.011	HEPTADECANOATO DE METILO	(C17:0)
14.568	LINOLENOATO DE METILO	(C18:3)



CROMATOGRAMA No 2. ESTÁNDARES DE REFERENCIA.

Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\ESTD2003.RUN
 Method File : C:\STAR\ESTD2.MTH
 Sample ID : ESTANDARES 2

Injection Date: 30-MAY-97 12:09 PM Calculation Date: 30-MAY-97 12:52 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS_6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANGO 11 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Run Mode : Analysis
 Peak Measurement: Peak Area
 Calculation Type: Normalized %

Peak No.	Peak Name	Result % EN PESO	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes
1	C14:0	19.1237	8.365	0.001	27733	BB	2.0	
2	C14:1	19.0767	9.052	0.000	27809	BV	2.0	
3	C15:0	20.2105	9.186	0.000	29486	VB	2.2	
4	C17:0	22.0738	11.011	0.001	31859	BB	2.8	
5	C18:3	19.5153	14.568	0.000	23064	BB	2.4	
Totals:		100.0000		0.002	139951			

Total Unidentified Counts : 0 counts

Detected Peaks: 15 Rejected Peaks: 10 Identified Peaks: 5

Amount Standard: 19.400000 Multiplier: 1.000000 Divisor: 1.000000

Baseline Offset: -4 microVolts

Noise (used): 50 microVolts - monitored before this run

Manual injection

Original Notes:

MEZCLA DE ESTANDARES DE CALIBRACION 2.

Appended Notes:

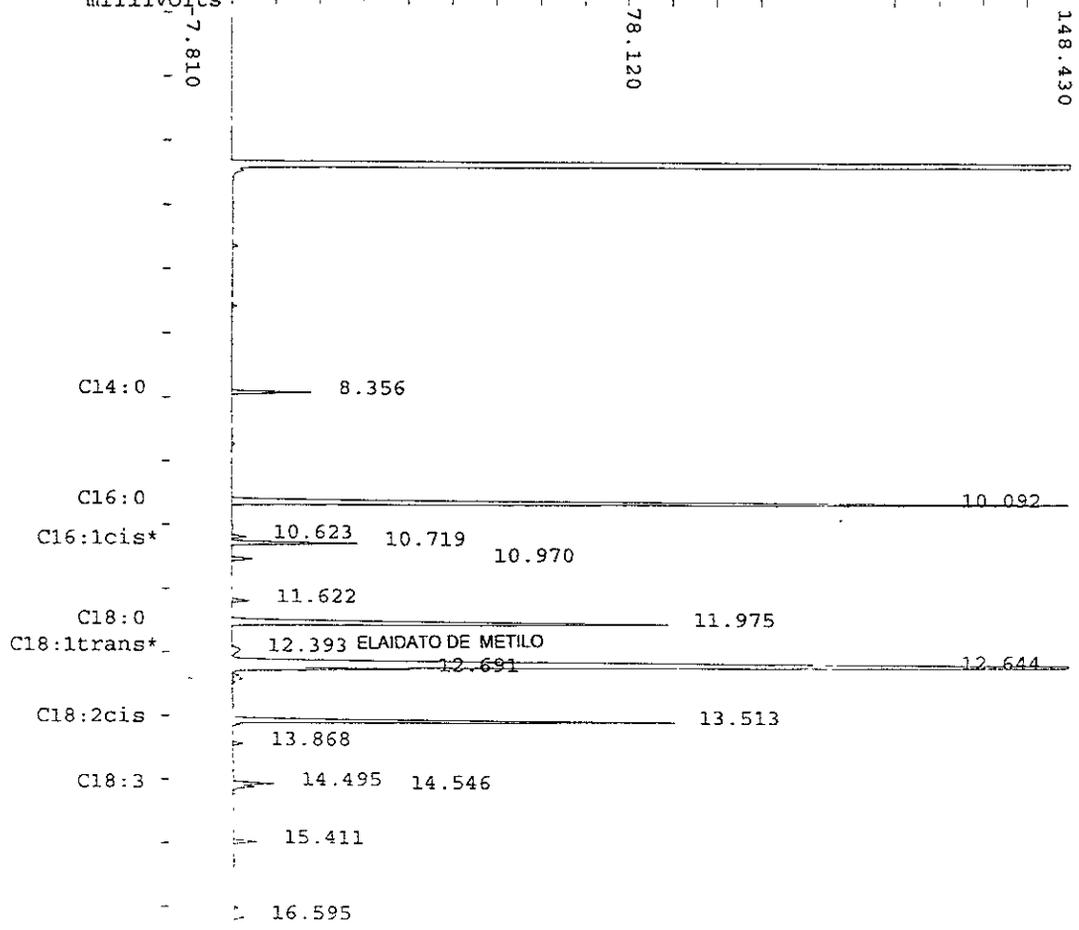
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\GRASA814.RUN
 Method File : C:\STAR\GRASAS.MTH
 Sample ID : MANTECA CERDO

Injection Date: 30-MAY-97 12:59 PM Calculation Date: 24-NOV-98 7:14 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS_6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANG011 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 64 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00
 millivolts



CROMATOGRAMA No. 3 MANTECA DE CERDO (MATERIA PRIMA).

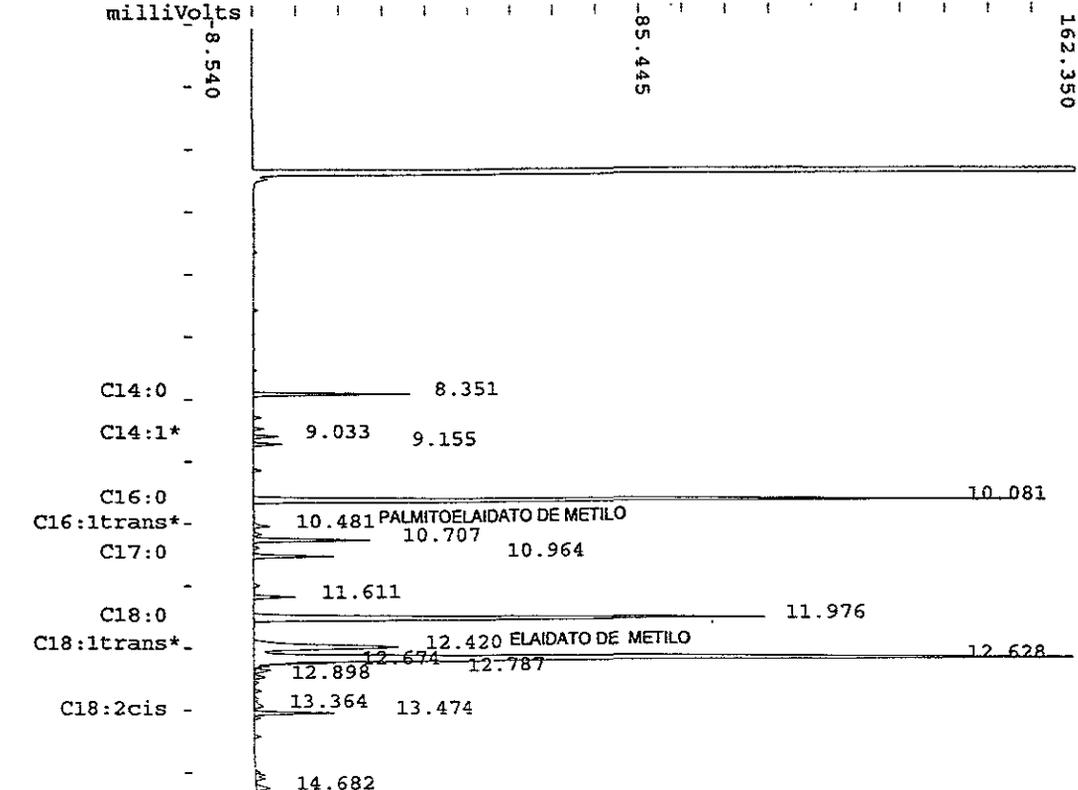
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\GRASAS18.RUN
 Method File : C:\STAR\GRASAS.MTH
 Sample ID : SEBO DE RES

Injection Date: 30-MAY-97 5:58 PM Calculation Date: 24-NOV-98 6:20 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS 6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel ; A = FID A RANG011 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 70 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00



CROMATOGRAMA No 4. SEBO DE RES (MATERIA PRIMA).

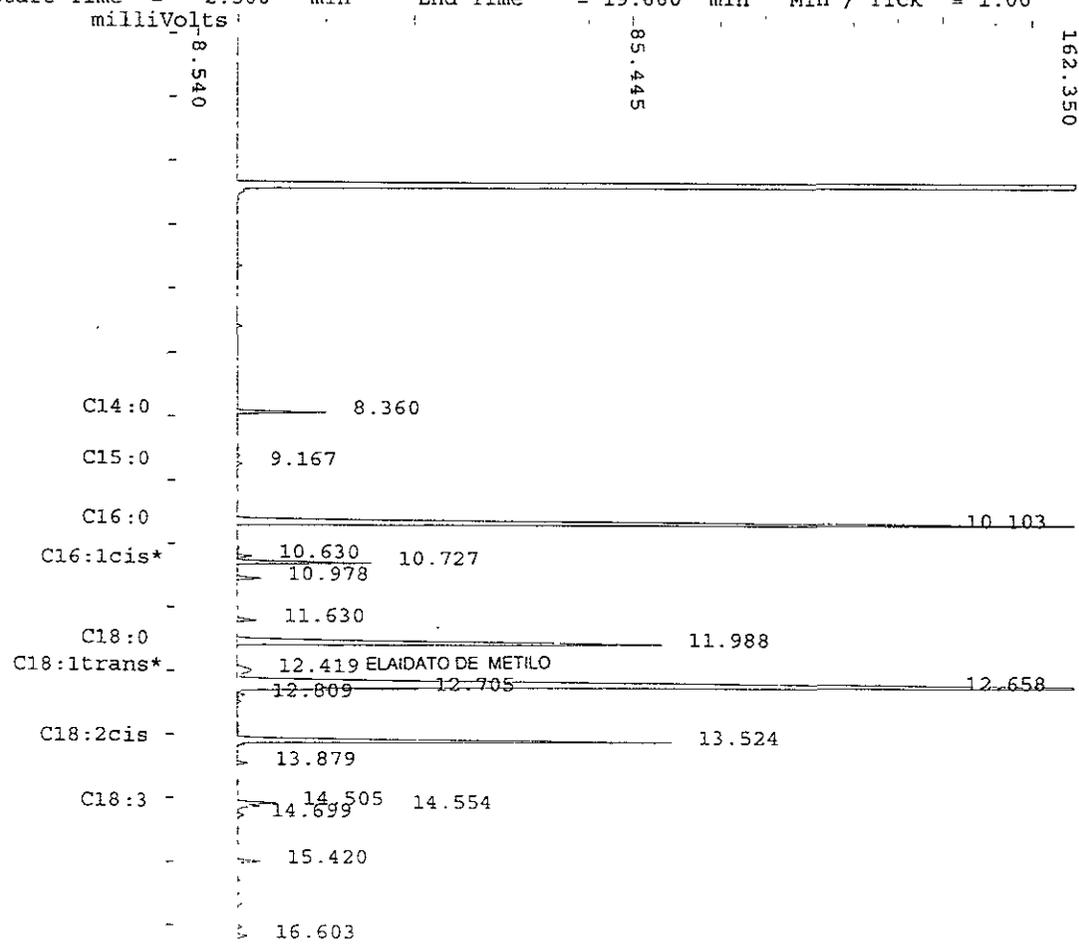
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
Run File : C:\STAR\MODULE18\GRASA829.RUN
Method File : C:\STAR\GRASAS.MTH
Sample ID : MEZCLA 1

Injection Date: 31-MAY-97 2:25 PM Calculation Date: 24-NOV-98 6:15 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
Workstation: MS-DOS 6 Bus Address : 18
Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
Channel : A = FID A RANG011 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 70 Zero Offset = 5%
Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00
millivolts



CROMATOGRAMA No 5 MEZCLA DE 95% MANTECA DE CERDO Y 5% SEBO DE RES

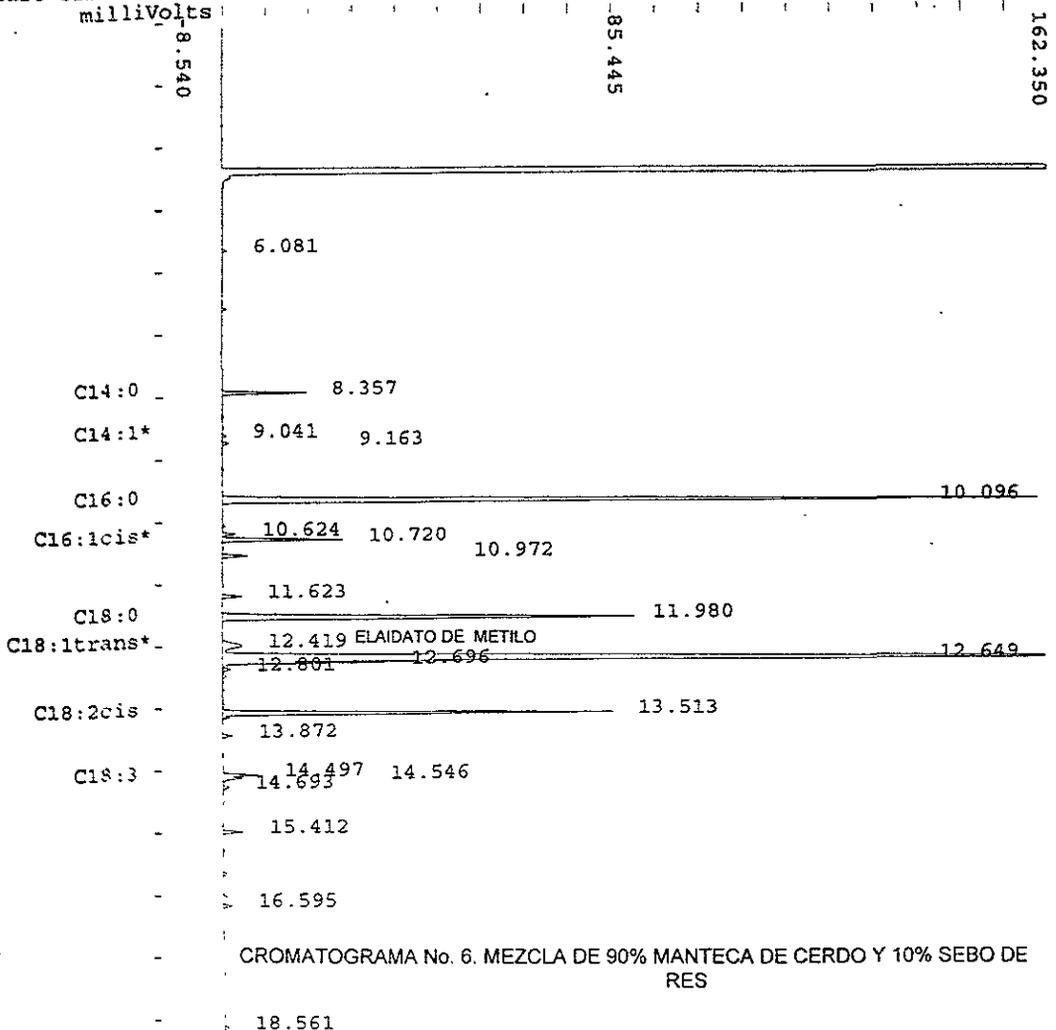
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\GRASA832.RUN
 Method File : C:\STAR\GRASAS.MTH
 Sample ID : MEZCLA 2 DUP.

Injection Date: 31-MAY-97 3:41 PM Calculation Date: 31-MAY-97 4:01 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS_6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANGO11 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 70 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00



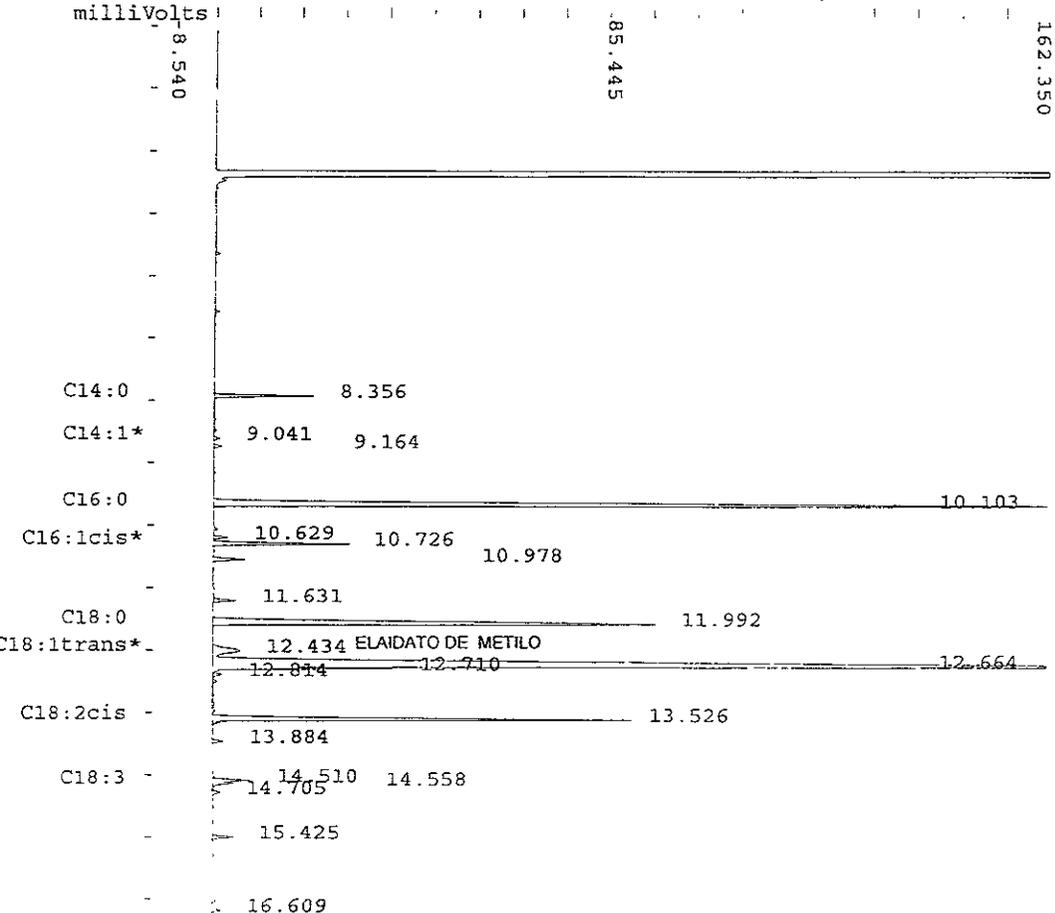
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\GRASA834.RUN
 Method File : C:\STAR\GRASAS.MTH
 Sample ID : MEZCLA 3

Injection Date: 31-MAY-97 4:31 PM Calculation Date: 24-NOV-98 6:30 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS_6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANG011 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Start Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 70 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00



CROMATOGRAMA No. 7. MEZCLA DE 85% MANTECA DE CERDO Y 15 % SEBO DE RES

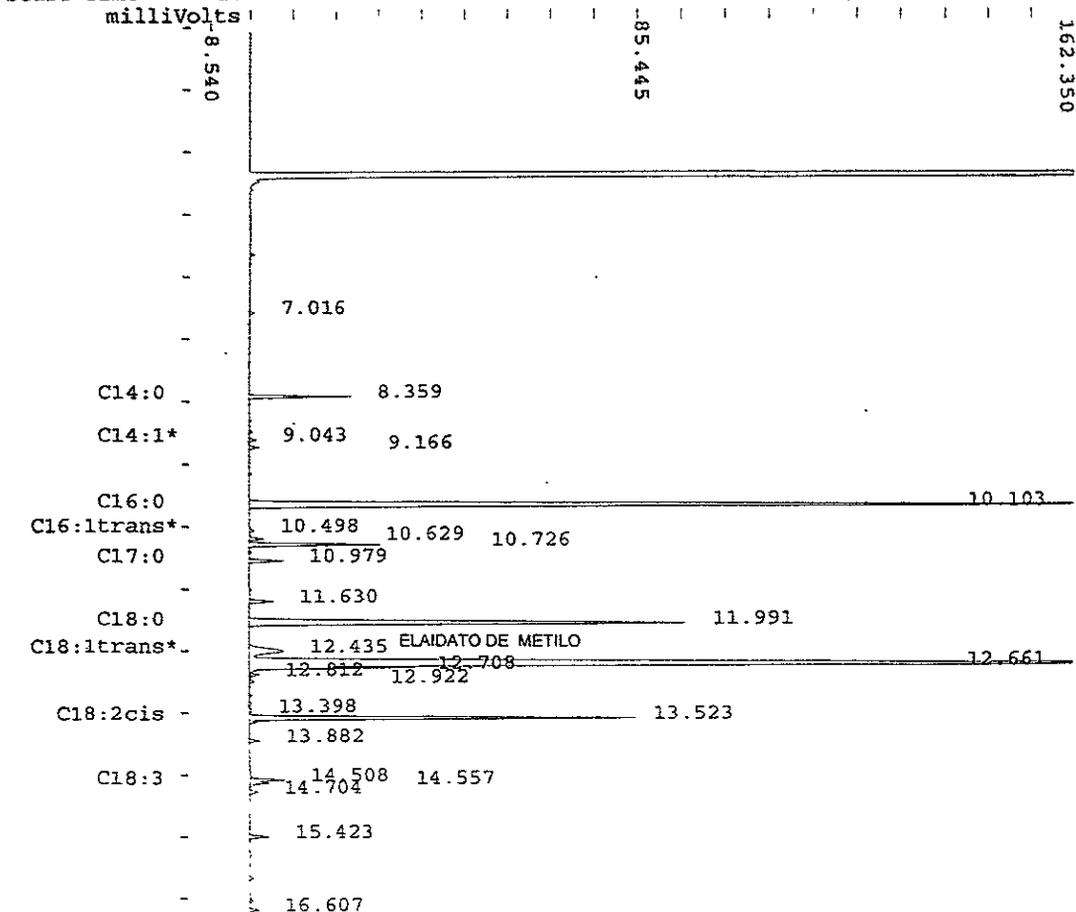
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\GRASAS36.RUN
 Method File : C:\STAR\GRASAS.MTH
 Sample ID : MEZCLA 4

Injection Date: 31-MAY-97 5:22 PM Calculation Date: 24-NOV-98 6:49 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS_6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANG011 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 70 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00



CROMATOGRAMA No. 8 MEZCLA DE 80% MANTECA DE CERDO Y 20% SEBO DE RES

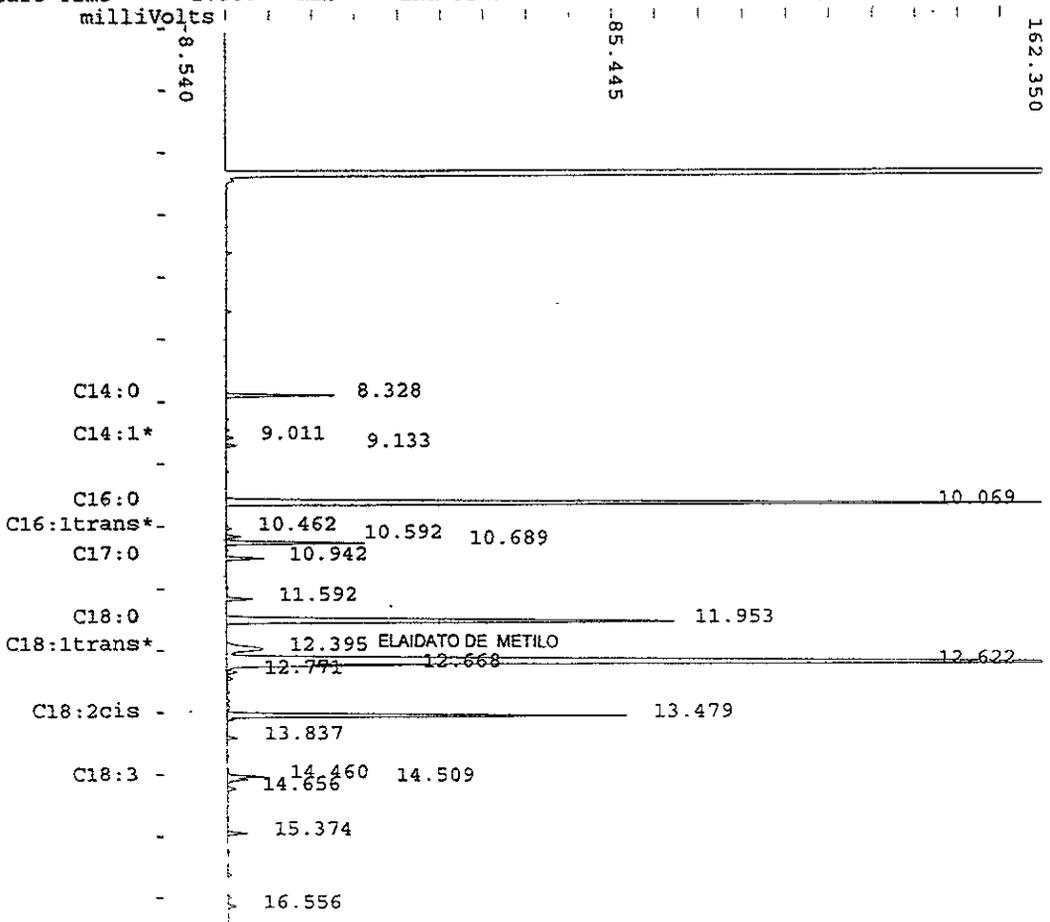
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\GRASA841.RUN
 Method File : C:\STAR\GRASAS.MTH
 Sample ID : MEZCLA 5

Injection Date: 2-JUN-97 11:45 AM Calculation Date: 24-NOV-98 6:57 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS 6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANGO11 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 70 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00



CROMATOGRAMA No 9. MEZCLA DE 79% MANTECA DE CERDO Y 21% SEBO DE RES

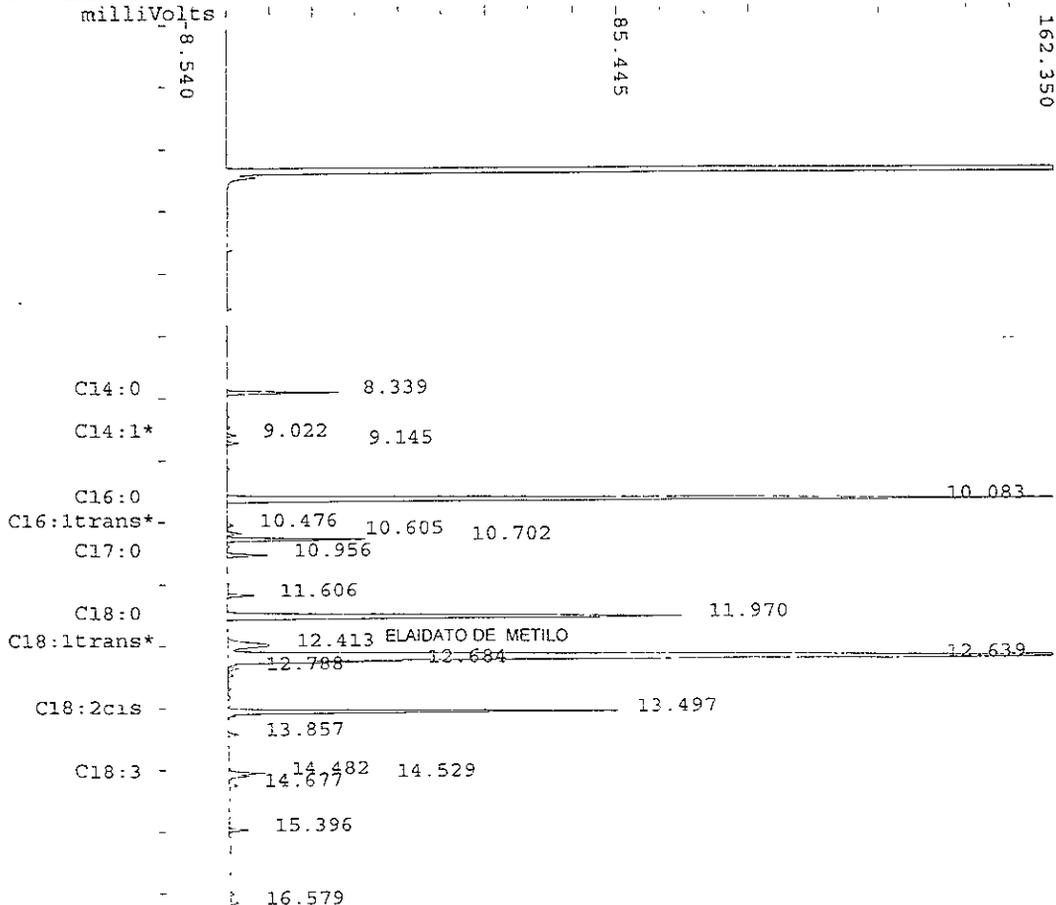
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\GRASA856.RUN
 Method File : C:\STAR\GRASAS.MTH
 Sample ID : MEZCLA 6

Injection Date: 3-JUN-97 12:30 PM Calculation Date: 24-NOV-98 7:04 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS 6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANG011 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 70 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00



CROMATOGRAMA No 10 MEZCLA DE 75% MANTECA DE CERDO Y 25% SEBO DE RES

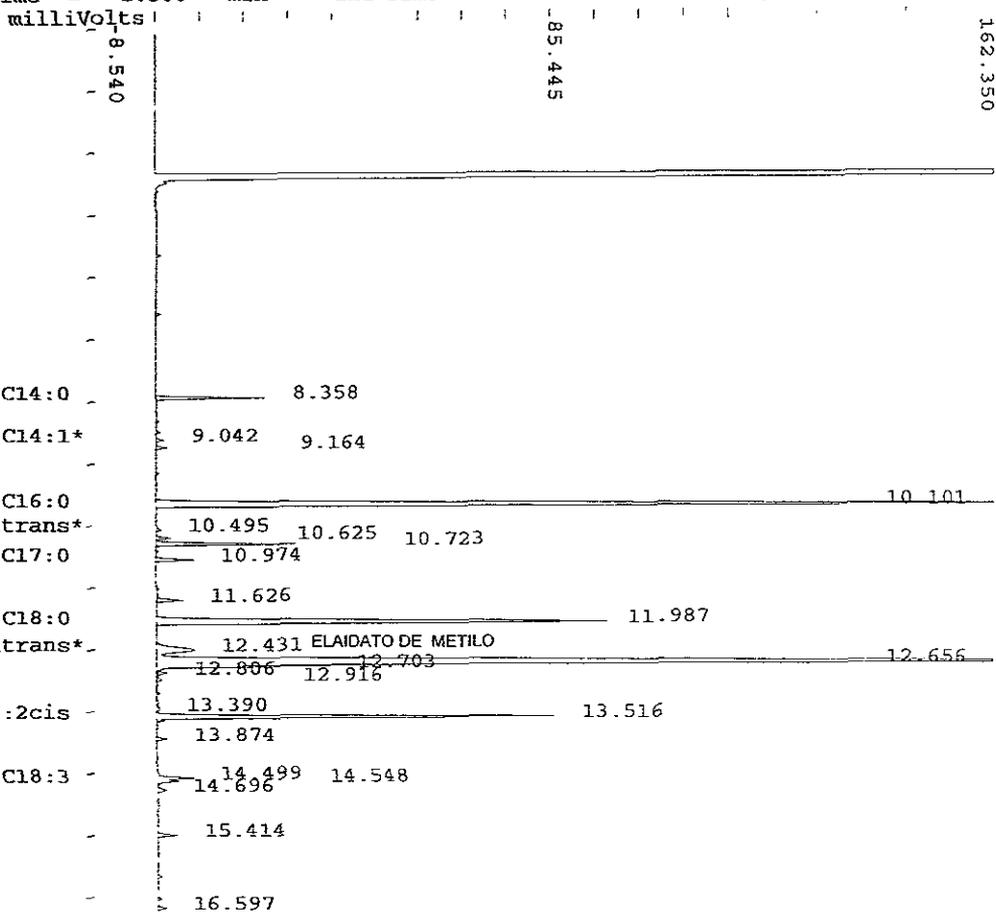
Title : ESTERES METILICOS DE ACIDOS GRASOS
 Run File : C:\STAR\MODULE18\GRASA828.RUN
 Method File : C:\STAR\GRASAS.MTH
 Sample ID : 97 FEB 2313

Injection Date: 31-MAY-97 1:59 PM Calculation Date: 24-NOV-98 7:10 PM

Operator : PATTY ZAMORANO Detector Type: ADCB (10 Volts)
 Workstation: MS-DOS 6 Bus Address : 18
 Instrument : VARIAN 3400 Sample Rate : 10.00 Hz
 Channel : A = FID A RANG011 Run Time : 19.660 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.15 cm/min Attenuation = 70 Zero Offset = 5%
 Start Time = 2.500 min End Time = 19.660 min Min / Tick = 1.00



CROMATOGRAMA No. 11. MUESTRA PROBLEMA (97 FEB 2313). GRASAS ALIMENTICIAS PREPARADAS A BASE DE MANTECA DE CERDO

MUESTRA PROBLEMA.

97 FEB 2313

NOMBRE DEL PRODUCTO: Grasas alimenticias preparadas a base de Manteca de Cerdo. Shortening (blended lard).

IMPORTADOR: Jaime Omar Pineda Gonzalez.

PROVEEDOR: Bailey Sales and Services Inc.

Información proporcionada por el importador:

Manteca de Cerdo: 79.0 %

Sebo de res : 21.0 %

Interpolando en la gráfica 5 (Pág. 64) el contenido de ácido elaídico en la muestra problema y en la mezcla preparada en el Laboratorio de acuerdo a la información proporcionada por el importador se obtuvieron los siguientes resultados:

	97 FEB 2313	MEZCLA PREPARADA 79 % MC ,21 % SR
SEBO DE RES (%)	21.92	20.89
MANTECA DE CERDO(%)	78.08	79.11

Otra forma de calcular el contenido de sebo de res en la muestra es asumiendo que:

$$E_T = E_{MC} (x) + E_{SR} (y) \dots\dots\dots(1)$$

Donde:

E_T = Contenido de ác. elaídico total (%).

E_{MC} = Contenido de ác. elaídico en la manteca de cerdo (%).

E_{SR} = Contenido de ác. elaídico en el sebo de res (%).

Considerando que $x + y = 1$, por lo tanto, $x = 1 - y$, sustituyendo valores en la ecuación anterior, tenemos:

$$1.9365 = 0.419x + 7.353y$$

$$1.9365 = 0.419 (1-y) + 7.353y$$

$$1.9365 = 0.419 - 0.419y + 7.353y$$

$$1.9365 = 0.4190 + 6.934y$$

$$y = \frac{1.9365 - 0.4190}{6.934}$$

$y = 21.88 \%$ de sebo de res

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

1. Se desarrolló un método cromatográfico, utilizando columnas capilares que permite separar ácido eláidico en muestras de manteca de cerdo, sebo de res y mezclas de ambas grasas,
2. La concentración de ácido eláidico expresada porcentualmente contra la composición total de ácidos, presenta una relación lineal ($R^2 = 0.999747$) altamente significativa con la cantidad de sebo adicionada.
3. La aplicación del método presentado en éste informe de desarrollo profesional permite determinar composiciones de grasas mixtas que contengan hasta un 5 % de sebo de res.
4. Para evitar que las variaciones naturales del contenido de ácido eláidico en los diferentes sebos afecten los resultados cuantitativos del método, es necesario contar con la materia prima con la que se elaboró la mezcla, por lo tanto, como consecuencia de éste estudio, la Administración General de Aduanas emitió una Normatividad para la importación de mezclas de grasas comestibles en la cuál se explica como debe llevarse a cabo la toma de muestra para que sea representativa de la mercancía y se les informa a los importadores que es requisito presentar muestras de cada una de las materias primas que se utilizaron para la elaboración de la mezcla, así como los porcentajes en que se encuentran.
5. Como consecuencia del estudio presentado en este informe de desarrollo profesional y de las múltiples reuniones con los diferentes sectores comerciales del país y de las autoridades de Comercio Exterior, la SECOFI publicó en el Diario Oficial de la Federación del 20 de Diciembre de 1996 una Nota Explicativa de Aplicación Nacional , en donde se establecen los siguientes rangos de clasificación arancelaria de mezclas de grasas comestibles:

“a) En la partida 15.01 cuando contengan 80% en peso, o más, de manteca de cerdo fundida y”

“b) En la partida 15.17 cuando contengan menos del 80% en peso, de manteca de cerdo, incluso previamente hidrogenada, emulsionada, malaxada o tratada por texturado.”

El objetivo de esta Nota Explicativa, es precisamente tratar de evitar que se introduzca al país, la manteca de cerdo adicionada de una pequeña cantidad de sebo de res (2 – 3 %) como una mezcla de grasas comestibles.

6. Para el caso de la muestra problema que se presenta en la página 65 de este documento, se puede afirmar que la muestra analizada es una mezcla de grasas comestibles constituida por 78.1 % de manteca de cerdo y 21.9 % de sebo de res, clasificable en la partida 15.17 de la Ley del Impuesto General de Importación.
7. Finalmente, considero que la formación académica que recibe un Q.F.B. egresado de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán es muy importante, dado que los campos de aplicación en que puede desarrollarse profesionalmente son muy diversos.

BIBLIOGRAFÍA

1. **Brandly, Paul J.** Higiene de la Carne. Ed. C.E.C.S.A. México , (1977), p. 535 – 541.
2. **Erickson, David R.** Edible Fats and Oils Processing. American Oil Chem. Soc. (1989), p. 207 – 209.
3. **Imamura, M.; Niiya, I; Takagi, K. ; Matsumoto, T.** Discrimination of foreign fats in lard by trans-acids. Journal of the Japanese Oil Chemists Society. (1969) 18(2) 72-76.
4. **Jennings, Walter.** Analytical Gas Chromatography. Academic Press, Inc. U.S.A. (1987), p. 7 –24; 189,190.
5. **Kirschenbauer, H.G.** Grasas y Aceites. Química y Tecnología. Cía. Editorial Continental, S.A.. México (1964), p. 44-45.
6. **Leyes y Códigos de México.** Ley General de Salud. Ed. Porrúa. 6ª edición. México (1990), p. 274-276
7. **Markides, K.; Blomberg,L.; Hoffman, S.; Buijten,J., and Wannman T.** Cyanosilicones as Stationary Phases in Gas Chromatography. Journal of Chromatography, 302 (1984), p. 319.
8. **McNair, Harold M.** Cromatografía de Gases. O.E.A. Washington, D.C. – (1981), p. 3-8 ; 21-24.
9. **Método AOAC – IUPAC 969.33.** Official Methods of Analysis. U.S.A. (1990). 15ª edición. Vol. II, p. 963 – 964.

ESTA TESIS
NO DEBE
SALIR DE LA
BIBLIOTECA

10. **Morrison Robert T; Boyd Robert N.** Química Orgánica. Fondo Educativo Interamericano, S.A. E.U.A. (1976), p. 39,152-154.
11. **Sanz Egaña, Cesáreo.** Enciclopedia de la Carne. Ed. Esparsa – Calpe, S.A. Madrid, España (1967). 2ª edición, p. 712 – 718; 719 – 733.
12. **Skoog A. Douglas.** Análisis Instrumental. Ed. McGraw – Hill. México (1994). 4ª edición, p. 679 – 689; 710 – 712; 721 – 723.
13. **Solomons, T.W.G.** Química Orgánica. Ed. Limusa. (1979), p. 23, 49,50.
14. **Swern, D.; Knight, H.B.; and Eddy, C.R.** Trans- Octadecenoic Acid Content of Beef Fat. Isolation of Elaidic Acid From Oleo Oil. J. Am. Oil Chemists Soc. , 29, 44 – 46 (1952).
15. **Swern, Daniel.** Bailey's Industrial Oil and Products. Ed. John Wiley & Sons. U.S.A. (1979). 4ª edición Vol. 1, p. 332 – 340; 342 – 352.
16. **Willard, Hobart H.** Métodos Instrumentales de Análisis. Grupo Editorial Iberoamérica. México (1988), p. 506 – 520; 531,537,538,543-546,549.