

# ANALISIS DE GRASA Y ACEITES

Prof. Ing. Alex López Córdoba

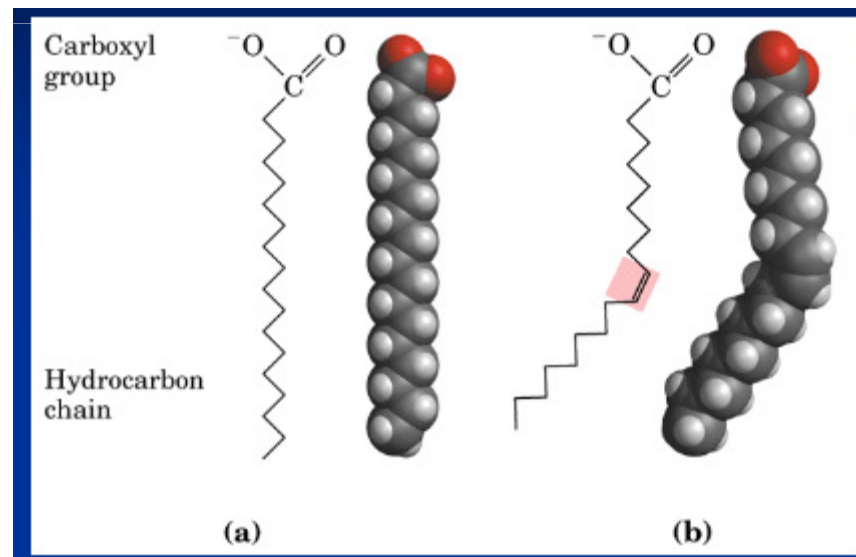
Análisis Instrumental II

Escuela MEH

# LIPIDOS

Compuestos orgánicos presentes en los organismos vivos, insolubles en agua, solubles en solventes orgánicos que contienen grupos hidrocarbonados como parte principal de la molécula.

Están formados básicamente por carbono, hidrógeno y oxígeno. Además pueden contener fósforo, nitrógeno y azufre



# ANALISIS EN ACEITES Y GRASAS

Las grasas están formadas principalmente por acilglicéridos que se diferencian entre si por su composición en ácidos grasos . Pueden contener fosfolípidos, ácidos grasos libres y algunos lípidos insaponificables . Los aceites son líquidos a temperatura ambiente y las grasas sólidos.

## ANALISIS EN ACEITES Y GRASAS

Los principales análisis de aceites y grasas se resumen en varias determinaciones:

- a) Identificación del tipo de grasa
- b) Determinación de mezclas de grasas o aceites
- c) Determinación de componentes extraños (disolventes, metales, pesticidas, ect)
- d) Determinación de aditivos
- e) Grado de refinado
- f) Grado de lipólisis
- g) Identificación de grasas endurecidas o interesterificadas

## Clasificación

Lípidos saponificables

Simple

Acilglicéridos

Céridos

Complejos

Fosfolípidos

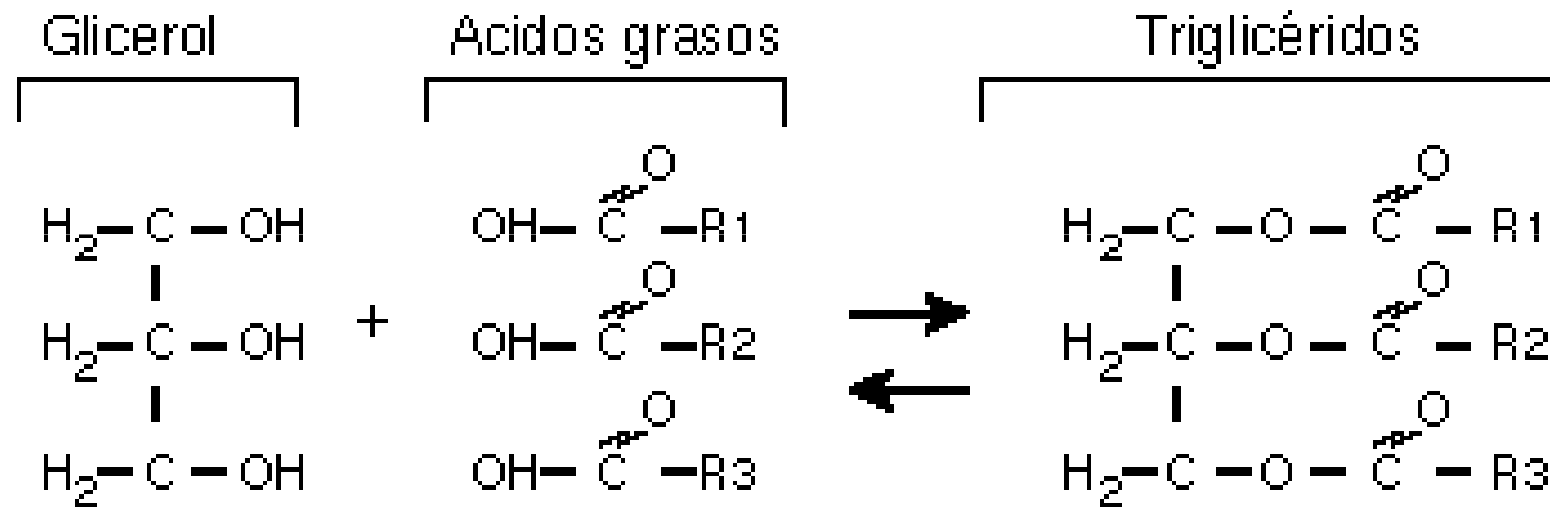
Glucolípidos

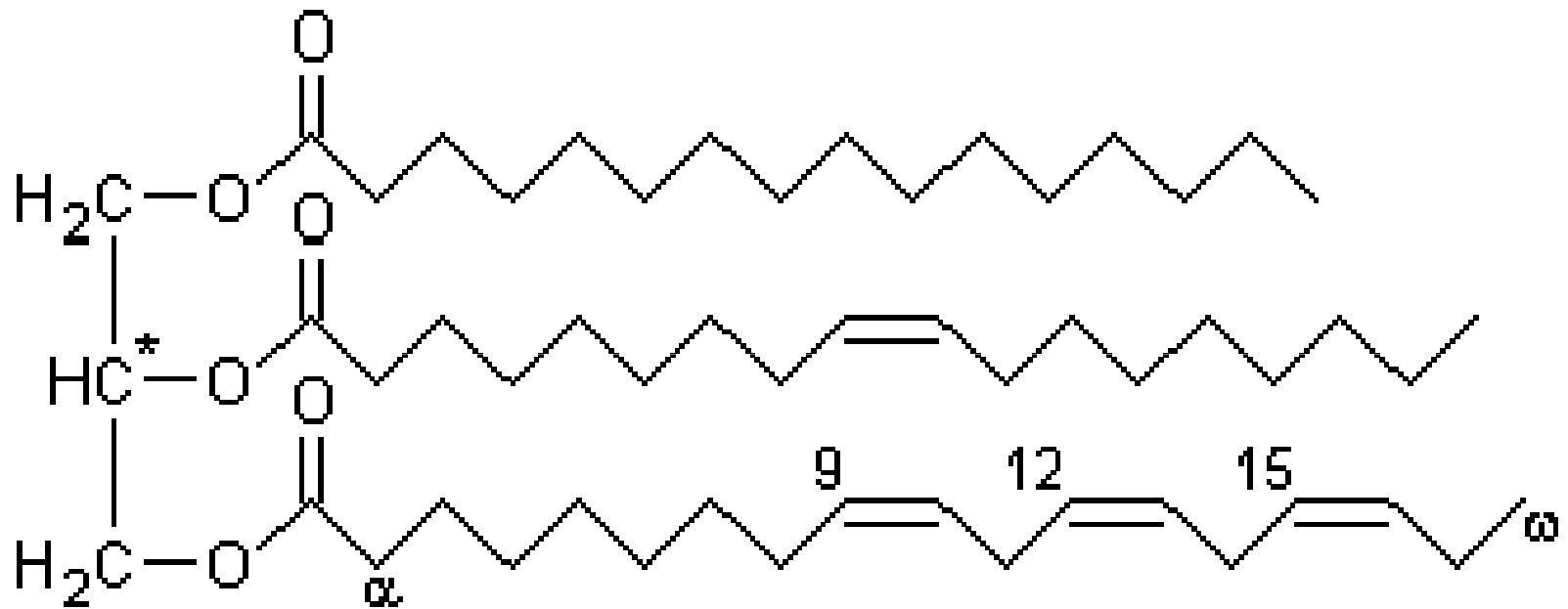
Lípidos insaponificables

Terpenos

Esteroides

Prostaglandinas





. Parte izquierda: [glicerol](#), parte derecha de arriba a abajo: [ácido palmítico](#), [ácido oleico](#), [ácido linolénico](#).

Ácidos	Nombre Común	Estructura	Abreviación	Punto de Fusión (deg.C)
Saturados	Mirístico	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{12}\text{-COOH}$	(C14:0)	54
	Palmitico	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{14}\text{-COOH}$	(C16:0)	63
	Estearico	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{16}\text{-COOH}$	(C18:0)	70
No Saturados	Palmitoleico	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_5\text{-CH=CH-(CH}_2\text{)}_7\text{-COOH}$	(C16:1)	61
	Oleico	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-CH=CH-(CH}_2\text{)}_7\text{-COOH}$	(C18:1)	13
	Linoleico	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_4\text{-CH=CH-CH}_2\text{-CH=CH-(CH}_2\text{)}_7\text{-COOH}$	(C18:2)	- 5
	Linolenico	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH=CH-CH}_2\text{-CH=CH-CH}_2\text{-CH=CH-(CH}_2\text{)}_7\text{-COOH}$	(C18:3)	-11

# SOLUBILIDAD DE LOS LÍPIDOS

- GLUCOLÍPIDOS.- SOLUBLES EN ALCOHOLES Y TIENEN BAJA SOLUBILIDAD EN HEXANO.
- TRIACILGLICEROLES.- SOLUBLES EN HEXANO Y ÉTER DE PETRÓLEO (SOLVENTES NO POLARES).
- COMPLEJOS DE LIPOPROTEÍNAS Y LIPOSACÁRIDOS.- DEBEN ROMPERSE SUS ENLACES ENTRE LÍPIDOS Y PROTEÍNAS O CARBOHIDRATOS PARA SER SOLUBLES EN SOLVENTES ORGÁNICOS.

# CONTENIDO DE LÍPIDOS EN LOS ALIMENTOS

- MANTECA, ACEITES: CERCA DE 100%
- MANTEQUILLA Y MARGARINA: 80%
- ADEREZOS DE ENSALADA: 40 - 70%
- ALMENDRAS: 54%
- NUECES: 64%
- LECHE: 3.5 - 4.3%
- HUEVOS: 12%



# CONTENIDO DE LÍPIDOS EN LOS ALIMENTOS

- COCO: 35%
- FRUTAS Y VEGETALES:
  - MANZANAS 0.4%
  - NARANJAS 0.2%
  - ZARZAMORAS 1.0%
  - AGUACATES 26.4%
  - ESPÁRRAGOS 0.2%
  - MAÍZ DULCE 1.2%

# CONTENIDO DE LÍPIDOS EN LOS ALIMENTOS

- PRODUCTOS MARÍTIMOS:

BACALAO:	0.4%
CAVIAR:	15.5%
SARDINA:	13.9%

- CARNES CRUDAS:

RES:	11 - 28%
TOCINO:	25 - 33%
PUERCO:	12%
PAVO:	15%

# CONTENIDO DE LÍPIDOS EN LOS ALIMENTOS

- CEREALES:

GRANOS 3 – 5%

PAN 3 – 6%

HARINA DE TRIGO 2.1%

PASTAS DE HUEVO 2.8%

GALLETAS DE MANTEQUILLA 11%

# DETERMINACIÓN DE GRASAS EN LOS ALIMENTOS

- MÉTODOS DE EXTRACCIÓN CON SOLVENTES
- EXTRACCIÓN HÚMEDA SIN SOLVENTES
- MÉTODOS INSTRUMENTALES

# MÉTODOS DE EXTRACCIÓN CON SOLVENTES

- PREPARACIÓN DE LA MUESTRA  
DEPENDE DEL TIPO DE ALIMENTO Y EL TIPO Y NATURALEZA DE LOS LÍPIDOS QUE CONTIENE.
- PARA OBTENER MEJORES RESULTADOS LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA SE DEBE REALIZAR BAJO UNA ATMÓSFERA INERTE, DE NITRÓGENO A BAJA TEMPERATURA PARA MINIMIZAR LAS REACCIONES QUÍMICAS COMO LA OXIDACIÓN DE LOS LÍPIDOS.

# PRESECADO DE LA MUESTRA

- LOS LÍPIDOS NO PUEDEN SER EXTRAÍDOS CON EFECTIVIDAD DE LOS ALIMENTOS HÚMEDOS CON ETIL-ÉTER, YA QUE EL SOLVENTE NO PUEDE PENETRAR FÁCILMENTE A LOS TEJIDOS HÚMEDOS DEL ALIMENTO.
- EL ÉTER ES HIGROSCÓPICO Y SE SATURA CON EL AGUA Y, POR TANTO, SE VUELVE INEFICIENTE PARA LA EXTRACCIÓN DE LAS GRASAS.

# HIDRÓLISIS ÁCIDA

- LOS ALIMENTOS COMO: LÁCTEOS, PAN, HARINA Y PRODUCTOS ANIMALES PRESENTAN DIFICULTADES PARA SU EXTRACCIÓN CON SOLVENTES NO POLARES DEBIDO A QUE UNA PORCIÓN IMPORTANTE DE LOS LÍPIDOS ESTÁ LIGADA A PROTEÍNAS Y CARBOHIDRATOS.

# HIDRÓLISIS ÁCIDA

## SOLUCIÓN AL PROBLEMA:

- LAS MUESTRAS DEBEN SER PREPARADAS PARA LA EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS MEDIANTE LA HIDRÓLISIS ÁCIDA, LA CUAL PUEDE ROMPER LOS ENLACES DE LOS LÍPIDOS TANTO COVALENTES COMO IÓNICOS PARA TORNARLOS EN LÍPIDOS DE FÁCIL EXTRACCIÓN



# PREPARACIÓN DE LA MUESTRA POR HIDRÓLISIS ÁCIDA

- SE DIGIERE LA MUESTRA POR REFLUJO DURANTE 1 HORA CON ÁCIDO CLORHÍDRICO 3N.
- SE AÑADEN ETANOL Y HEXAMETAFOSFATO SÓLIDO PARA FACILITAR LA SEPARACIÓN DE LOS LÍPIDOS DE OTROS COMPONENTES ANTES DE QUE LOS LÍPIDOS SEAN EXTRAÍDOS CON SOLVENTES.

# CRITERIOS PARA LA SELECCIÓN DE SOLVENTES

- LOS IDEALES DEBEN TENER ALTO PODER DISOLVENTE PARA LÍPIDOS PERO NO PARA PROTEÍNAS, AMINOÁCIDOS NI CARBOHIDRATOS.
- DEBEN EVAPORARSE RÁPIDO Y NO DEJAR RESIDUO.
- DEBEN TENER UN BAJO PUNTO DE EBULLICIÓN.

# CRITERIOS PARA LA SELECCIÓN DE SOLVENTES

- NO DEBEN SER INFLAMABLES
- NO DEBEN SER TÓXICOS EN ESTADOS LÍQUIDO Y DE VAPOR.
- DEBEN PENETRAR A LAS PARTÍCULAS DE LA MUESTRA INMEDIATAMENTE.
- DEBEN EVITAR EL FRACCIONAMIENTO
- DEBEN SER BARATOS Y NO HIGROSCÓPICOS.

# SOLVENTES UTILIZADOS PARA LA EXTRACCIÓN DE GRASAS

- ETIL ÉTER
- CON UN PUNTO DE EBULLICIÓN DE 34.6°C. MEJOR DISOLVENTE DE GRASAS QUE EL ÉTER DE PETRÓLEO.
- ES CARO
- ES MUY EXPLOSIVO
- ES HIGROSCÓPICO
- FORMA PERÓXIDOS

# SOLVENTES UTILIZADOS PARA LA EXTRACCIÓN DE GRASAS

- ÉTER DE PETRÓLEO
- LA FRACCIÓN DE PUNTO DE EBULLICIÓN BAJO (35-38°C) DEL PETRÓLEO.
- COMPUESTO PRINCIPALMENTE DE PENTANO Y HEXANO.
- MÁS HIDROFÓBICO QUE EL ETIL ÉTER.

# VENTAJAS DEL USO DEL ÉTER DE PETRÓLEO EN LA EXTRACCIÓN DE GRASAS

- ES SELECTIVO PARA MÁS LÍPIDOS HIDROFÓBICOS.
- ES MÁS BARATO.
- MÁS NO HIGROSCÓPICO.
- MENOS INFLAMABLE QUE EL ETIL ÉTER

# MÉTODOS DE EXTRACCIÓN CONTINUA DE GRASA

- PROPORCIONAN UNA EXTRACCIÓN EFICIENTE Y RÁPIDA.
- PUEDEN OCASIONAR CANALIZACIONES EN LA MUESTRA Y, POR TANTO UNA EXTRACCIÓN INCOMPLETA.
- LA MUESTRA SE COLOCA EN UN DEDAL DE EXTRACCIÓN HECHO DE CERÁMICA. SE AÑADE EL SOLVENTE AL FRASCO DE EBULLICIÓN.

# MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE GRASAS POR SOLVENTES SEMICONTINUOS

- PROPORCIONAN UN EFECTO DE EMPAPADO A LA MUESTRA Y NO CAUSA CANALIZACIONES.
- SIN EMBARGO, REQUIERE DE MAYOR TIEMPO DE EXTRACCIÓN QUE EL MÉTODO CONTINUO.



# MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE GRASAS POR SOLVENTES SEMICONTINUA

- EL NIVEL DEL SOLVENTE SUBE EN LA CÁMARA DE EXTRACCIÓN Y RODEA COMPLETAMENTE A LA MUESTRA.
- LUEGO REGRESA A MANERA DE SIFÓN AL MATRÁZ DE EBULLICIÓN

# MÉTODO DE SOXHLET

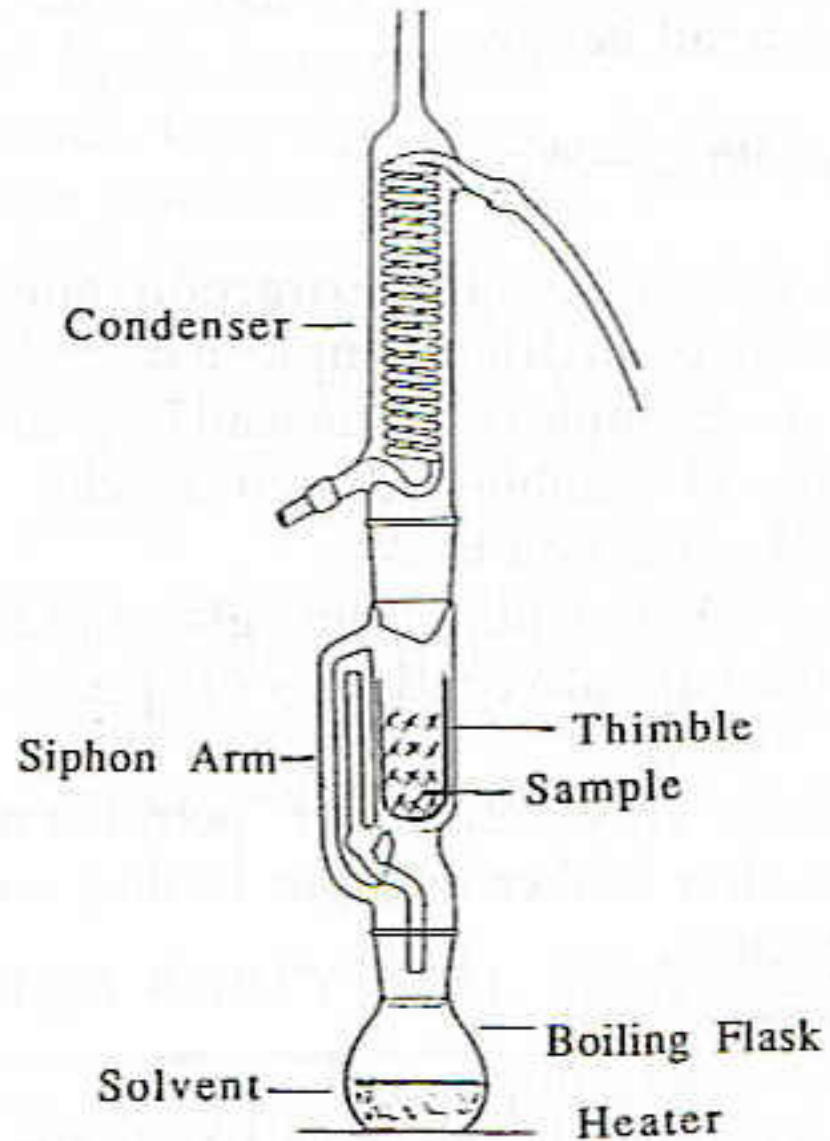
## PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

- SI LA MUESTRA CONTIENE MÁS DE 10% DE AGUA SE SECA HASTA PESO CONSTANTE A 95-100°C BAJO PRESIÓN  $\leq 100\text{mm Hg}$  DURANTE APROXIMADAMENTE 5-6 HORAS

# MÉTODO DE SOXHLET

## PROCEDIMIENTO

1. SE PESA TAN PRECISO COMO SEA POSIBLE (HASTA mg) 2 G DE MUESTRA PRESECADA EN UN DEDAL DE EXTRACCIÓN PRESECADO A PESO CONSTANTE, CON POROSIDAD QUE PERMITA UN FLUJO RÁPIDO DEL ÉTER DE PETRÓLEO.



**FIGURE 12-1.**  
Soxhlet extraction apparatus.

# MÉTODO DE SOXHLET

## PROCEDIMIENTO

2. SE PESA EL MATRÁZ DE EBULLICIÓN PRESECADO.
3. SE COLOCA EL ÉTER DE PETRÓLEO EN EL MATRÁZ DE EBULLICIÓN.
4. SE ENSAMBLA EL MATRÁZ DE EBULLICIÓN, EL MATRÁZ DEL SOXHLET Y EL CONDENSADOR

# MÉTODO DE SOXHLET

## PROCEDIMIENTO

5. SE EXTRAER LA GRASA DE LA MUESTRA EN UN EXTRACTOR DE SOXHLET A UNA VELOCIDAD DE CONDENSACIÓN DE 5 Ó 6 GOTAS POR SEGUNDO CALENTANDO EL SOLVENTE EN EL MATRÁZ DE EBULLICIÓN.

# MÉTODO DE SOXHLET

## PROCEDIMIENTO

6. SE SECA EL MATRÁZ DE EBULLICIÓN CON LA GRASA EXTRAÍDA EN UN HORNO DE SECADO POR AIRE A 100°C POR 30 MINUTOS.
7. SE ENFRÍA EL MATRÁZ DE EBULLICIÓN EN UN DESECADOR.
8. SE PESA EL MATRÁZ DE EBULLICIÓN CON EL RESTO DE LA MUESTRA.

# MÉTODO DE SOXHLET CÁLCULOS

$$\%GRASA = \frac{\text{gr. GRASA EN LA MUESTRA}}{\text{gr. EN LA MUESTRA SECA}} \times 100$$



# MÉTODOS DISCONTINUOS DE EXTRACCIÓN DE GRASAS CON SOLVENTES

- ESTOS MÉTODOS NO REQUIEREN DE UNA EXTRACCIÓN PREVIA DE AGUA DE LA MUESTRA.
- EJEMPLO EL MÉTODO MOJONNIER

# MÉTODO DE EXTRACCIÓN DE GRASAS MOJONNIER PARA LECHE

- FUNDAMENTO:

SE EXTRAE LA GRASA CON UNA MEZCLA DE ÉTER ETÍLICO Y ÉTER DE PETRÓLEO PRINCIPALMENTE PERO TAMBIÉN PARTICIPAN EL HIDRÓXIDO DE AMONIO, ETANOL.

SE LLEVAN A CABO 3 PERÍODOS DE EXTRACCIÓN.

LA GRASA EXTRAÍDA ES SECADA Y LLEVADA A PESO CONSTANTE Y EL RESULTADO SE EXPRESA EN % DE GRASA POR PESO.

# MÉTODOS DE EXTRACCIÓN HÚMEDA DE GRASAS SIN SOLVENTES

## MÉTODO DE BABCOCK PARA LECHE

### FUNDAMENTO:

- SE AÑADE  $H_2SO_4$  A UNA CANTIDAD CONOCIDA DE LECHE EN EL FRASCO BABCOCK.
- EL  $H_2SO_4$  DIGIERE A LAS PROTEÍNAS, GENERA CALOR, LIBERA LA GRASA.

# MÉTODO DE BABCOCK

## FUDAMENTO

- LA CENTRIFUGACIÓN Y LA ADICIÓN DE AGUA CALIENTE AÍSLAN LA GRASA PARA SU CUANTIFICACIÓN EN LA PORCIÓN GRADUADA DE LA BOTELLA DE ENSAYO.
- LA GRASA ES MEDIDA VOLUMÉTRICAMENTE PERO EL RESULTADO ES EXPRESADO EN PORCIENTO DE GRASA POR PESO.

# MÉTODO DEL DETERGENTE PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASAS

## FUNDAMENTO

LOS DETERGENTES REACCIONAN CON LAS PROTEÍNAS PARA FORMAR UN COMPLEJO PROTEÍNA-DETERGENTE QUE ROMPE EMULSIONES Y LIBERA LA GRASA.

# MÉTODO DEL DETERGENTE PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASAS

- DETERGENTES UTILIZADOS

DIOCTIL FOSFATO DE SODIO.- DISPERSA LA CAPA PROTÉICA, LA CUAL ESTABILIZA A LA GRASA PARA SER LIBERADA.

SE AÑADE DESPUÉS UN DETERGENTE FUERTE HIDROFÍLICO, NO IÓNICO: POLIOXIETILENO, MONOLAURATO SORBITANO, PARA SEPARAR LA GRASA DE OTROS COMPONENTES DEL ALIMENTO.

# MÉTODO DEL DETERGENTE PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASAS

- CÁLCULOS:

SE MIDE EL PORCIENTO DE GRASA VOLUMÉTRICAMENTE Y LOS RESULTADOS SE EXPRESAN COMO PORCIENTO DE GRASA.

# ANALISIS DE ACEITES Y GRASAS

## METODOS DE ANÁLISIS DE ACEITES Y GRASAS

**INDICE DE COLOR**

**DENSIDAD**

**PRUEBA DEL FRIO**

**PUNTO DE FUSIÓN**

**HUMEDAD(METODO DEL XILENO)**

**HUMEDAD Y MATERIAS VOLATILES**

**ACIDEZ. INDICE DE ACIDEZ**

**INDICE DE SAPONIFICACIÓN**

**INDICE DE HIDROXILO**

**IND. DE ÁC. VOLATILES SOLUBLES**

**IND. DE ÁC. VOLATILES INSOLUBLES**

**INDICE DE YODO (WIJS Y HANUS)**

**INDICE DE PEROXIDOS**

**IMPUREZAS**

**ACIDOS GRASOS POR C. G.**

**INDICE BELLIER**

**INDICE DE DIENOS**

**RECONOCIMIENTO DE AZUFRE**

**ACIDOS OXIDADOS**

**INDICE DE TIOCIANOGENO**

**INDICE DE POLIBROMUROS**

**COMPUESTOS CLORADOS**

**INDICE DE BELLIER-MARCILLE**

**JABON EN ACEITE DE OLIVA**

**JABON EN ACEITE REFINADO**

**PRUEBA DE VIZERN**

**TETRABROMUROS(VIZERN-GUILLOT)**

**IDENTIF. DE ACEITE DE ALGODÓN**

**PRUEBA DE HAUCHECORNE**

**AC. GRASOS DE CADENA CORTA**

**TEMPERATURA DE INFLAMACION**

**ANILINA POR C.G.**

**ANLINA POR HPLC**

**ANILIDAS GRASAS POR C.G**

**RECONOC. DE ANTIOXIDANTES**

**CERAS EN ACEITE DE GIRASOL**

**TOCOFEROLES**

**COLORANTES ARTIFICIALES**



# ANALISIS DE ACEITES Y GRASAS

## Identificación de grasas

Para caracterizar la composición química y el estado de las grasas se establecen una serie de índices mediante los cuales se pueden determinar ciertos grupos funcionales o componentes de las mismas

**Índice de acidez:** peso en mg de KOH necesario para neutralizar 1 g de materia grasa (se valoran los ácidos grasos libres)

**Índice de saponificación :** peso en mg de KOH necesario para saponificar 1 g de grasa (valoración con HCl del exceso medido de KOH)

**Índice de hidroxilo :** peso en mg de KOH necesario para neutralizar el ácido acético que se combina por acetilación con 1 g de grasa (se determinan los ácidos hidroxigrasos, alcoholes grasos , mono y acilgliceroles y la glicerina libre). Se emplea como reactivo anhídrido acético.

**Índice de Yodo :** Cantidad de  $I_2$  fijado por 100 g de grasa. Indica el contenido de la grasa en ácidos insaturados, para ácido oleico 89,9, para linoleico 181 y para linolénico 273

**Índice de tiocianogeno:** Similar al anterior, y se determina por la fijación de tiocianogeno  $((SCN)_2)$  a los dobles enlaces de los ácidos insaturados. Se expresa como peso de  $I_2$  equivalente al  $(SCN)_2$  absorbido por 100 partes de peso de la grasa

*Ácidos grasos libres* (acidez libre): Al ser mucho más volátiles que los triglicéridos disminuyen el punto de humo de un aceite durante el tratamiento térmico de un aceite (por ejemplo durante la fritura). Los ácidos grasos se oxidan con mayor facilidad que los triglicéridos, por lo que también reducen la estabilidad oxidativa del aceite.

*Hidroperóxidos* (índice de peróxido): disminuyen la estabilidad oxidativa del aceite y sus productos volátiles de descomposición contribuyen al off-flavor (aromas no deseados, *rancidez*) y al rechazo del producto por parte del consumidor. Como se verá más adelante, son los productos volátiles de descomposición, no los hidroperóxidos, los responsables de la rancidez.

*Metales*: son catalizadores del proceso de oxidación lipídica, especialmente los metales de transición, como el Fe y el Cu. Disminuyen la estabilidad oxidativa del aceite y la vida útil del aceite durante el almacenamiento.

*Jabones*: Al ser sales de ácidos grasos, disminuyen la estabilidad oxidativa del aceite e interaccionan negativamente con los catalizadores metálicos utilizados en el proceso de hidrogenación.

*Sustancias insolubles en éter etílico*: son sustancias de naturaleza no proteica que son eliminadas durante el proceso de refinación y en caso de estar presentes en una cantidad importante le dan turbidez al aceite.

# ANALISIS DE ACEITES Y GRASAS

## Determinación de la calidad de las grasas

La calidad de las grasas se ve influida por los procedimientos de obtención, elaboración y almacenamiento. Para analizar las posibles modificaciones que pueden sufrir las grasas existen métodos analíticos encaminados a detectar procesos de lipólisis de autooxidación, y su estabilidad térmica

**Lipólisis** : Viene determinada por el contenido de ácidos grasos libres

**Índice de acidez**: Se determina por valoración con NaOH

**Autooxidación**: Las grasas se alteran por autooxidación de los restos acilos insaturados , en el proceso llamado peroxidación lipídica, transformándose en hidroperóxidos. El contenido se determina mediante el índice de peróxidos:

**Índice de peróxidos**: meq de oxígeno activo contenidos en 1 Kg de materia grasa, calculados a partir del  $I_2$  liberado con KI.

## Determinaciones cromatográficas

Las técnicas cromatográficas (generalmente la cromatografía de gases) permiten separar y determinar los ácidos grasos (libres o formando parte de los triglicéridos) como ésteres metílicos.

La identificación y determinación de los ácidos grasos permite detectar adulteraciones de aceites.

También se determinan anilinas, anilidas grasas, colorantes no autorizados, ect.