

**ELABORACIÓN DE MARGARINA BAJA EN CALORÍAS  
A PARTIR  
DE PRODUCTOS FRACCIONADOS DE PALMA**

**UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA**  
Facultad de Ciencias y Humanidades

**ELABORACIÓN DE MARGARINA BAJA EN CALORÍAS  
A PARTIR  
DE PRODUCTOS FRACCIONADOS DE PALMA**

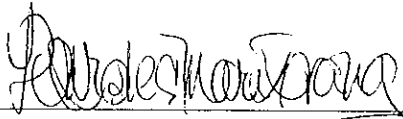
**JORGE ANDRÉ HERRERA CARDOZA**

**Trabajo de graduación presentado para optar al grado académico de  
Ingeniero en Ciencia y Tecnología de Alimentos**

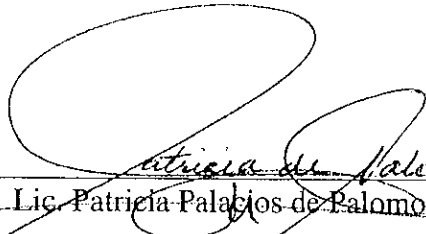
**Guatemala 2004**

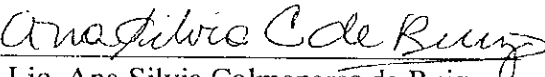
**BIBLIOTECA  
DE L  
UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA**

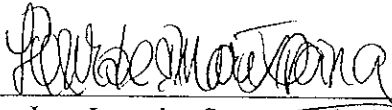
Vo. Bo.:

(f)   
Ing. Lourdes Samayoá de Arana  
Asesor

Tribunal:

(f)   
Lic. Patricia Palacios de Palomo

(f)   
Lic. Ana Silvia Colmenares de Ruiz

(f)   
Ing. Lourdes Samayoá de Arana

21 de Septiembre de 2004  
Fecha de aprobación

## CONTENIDO

	Página
LISTA DE CUADROS .....	vi
LISTA DE GRÁFICOS .....	vii
RESUMEN .....	viii
I. INTRODUCCIÓN .....	1
II. ANTECEDENTES .....	2
III. JUSTIFICACIÓN .....	13
IV. OBJETIVOS .....	14
V. HIPÓTESIS .....	15
VI. MATERIALES Y MÉTODOS .....	16
VII. METODOLOGÍA .....	47
VIII. RESULTADOS .....	53
IX. DISCUSIÓN .....	58
X. CONCLUSIONES .....	71
XI. RECOMENDACIONES .....	72
XII. BIBLIOGRAFÍA .....	73
XIII. ANEXOS .....	75

## LISTA DE TABLAS

TABLA	Página
1. Formulaciones de minarinas a desarrollar .....	48
2. Caracterización fisicoquímica de minarina referencia .....	53
3. Caracterización fisicoquímica de minarinas formuladas .....	54
4. Cuadro comparativo de análisis proximal .....	55
5. Tabla nutricional de la minarina desarrollada .....	56
6. Cuadro comparativo microbiológico .....	57

## LISTA DE GRÁFICAS

GRÁFICA	Página
1. Esquema de procesamiento industrial del aceite de palma .....	4
2. Esquema de elaboración de margarina .....	47
3. Puntos de fusión .....	59
4. Evaluación de textura por penetrometría .....	61
5. Contenido de grasa sólida .....	63
6. Análisis proximal .....	67

## RESUMEN

Presento los resultados del trabajo de investigación del aceite de palma y sus derivados fraccionados utilizados en la formulación de una margarina baja en calorías o minarina, en referencia a una elaborada con aceite de soya hidrogenado, importada hacia el mercado local, llamada Country Cock.

Se realizaron y desarrollaron cinco formulaciones de margarinas bajas en calorías, con un contenido neto de 40% de fase oleosa, semejando el porcentaje determinado en la minarina referencia. Los demás ingredientes son agua, sal, emulsificante monoglicéridos, lecitina de soya, ácido cítrico (regulador de acidez), colorante annato, sorbato de potasio (preservante), almidón modificado de dos tipos (el primero mas receptor de agua que el segundo) y saborizante artificial de mantequilla.

De las cinco formulaciones desarrolladas la que mejor cumplió con los objetivos del trabajo resultó ser la fórmula No. 4.

Por tal razón fue la que se seleccionó como producto final desarrollado. A ésta y a la minarina de referencia se le realizaron análisis proximales para determinar sus contenidos calóricos por porción, dando como resultado un aumento de 0.4% mas de calorías en el producto final desarrollado. Esto debido al aporte de 0.1 gramo de carbohidrato, proveniente del almidón usado como agente estabilizante y espesante.

Aunque la minarina desarrollada posee mas calorías que la referencia, se puede declarar que es una margarina baja en calorías ya que posee menos de la mitad de calorías que una margarina regular.

Los objetivos se cumplieron y se acepta la hipótesis al lograr la elaboración de una margarina baja en calorías o minarina.

## I. INTRODUCCIÓN

El aceite de palma reúne varias características importantes que determinan una gran versatilidad para ser utilizado en la alimentación y en la industria. Por un lado, tiene un alto contenido en glicéridos sólidos, lo que le confiere una gran consistencia sin necesidad de hidrogenación. Es muy resistente a los procesos oxidativos, lo que le confiere una vida útil muy larga, con la consiguiente posibilidad de ser almacenado durante mucho tiempo.

El fraccionamiento del aceite de palma permite obtener, por un lado la oleína de palma, que es líquida a temperatura ambiente y, por el otro, la estearina de palma de alto punto de fusión y que a la misma temperatura permanece sólida. Por estas razones permite su inclusión en la formulación de productos con un rango plástico muy alto, ideal para climas muy cálidos y para diversas aplicaciones industriales.

Este trabajo de graduación ofrecerá el desarrollo de una formulación para la elaboración de una margarina baja en calorías a partir de derivados fraccionados del aceite de palma, logrando así características generales similares de productos realizados a partir de aceites hidrogenados.

## II. ANTECEDENTES

### A. La palma africana

La palma africana es originaria del Golfo de Guinea (África occidental) y se extiende hasta 15° de latitud norte y sur. Es un cultivo que tarda entre 2 y 3 años para empezar a producir frutos y puede hacerlo durante más de 25 años. Dentro de los cultivos de semillas oleaginosas es el que produce mayor cantidad de aceite por hectárea. Con un contenido del 50% en el fruto, puede rendir de 3.000 a 5.000 Kg de aceite de pulpa por hectárea, mas 600 a 1.000 Kg de aceite de palmiste <sup>(15)</sup>.

La producción mundial de aceite de palma se calcula en más de 3.000 millones de toneladas métricas. Los principales países productores son: Malasia, Nigeria, Indonesia, Zaire, Costa de Marfil, y otros países africanos y sudamericanos <sup>(15)</sup>.

El cultivo de palma africana se inició en Guatemala en 1987, y a la fecha los bosques existentes suman 15 mil hectáreas equivalentes a 300 caballerías. Las plantaciones se localizan en Tiquisate, la Gomera, Nueva Concepción y Tecún Umán <sup>(2)</sup>.

El rendimiento del cultivo en Guatemala es alto, produce 8 toneladas por hectárea, un rendimiento mayor al del segundo mayor productor de aceite de palma en el mundo, Malasia, quien tiene un rendimiento de 3.68 toneladas por hectárea <sup>(2)</sup>.

### B. Aceite de palma africana

El aceite crudo presenta un color rojo anaranjado muy fuerte, debido al alto contenido en carotenoides, que alcanza niveles de 500-700 mg por litro. En consecuencia, el aceite sin refinar representa la fuente alimentaria más rica en compuestos carotenoides y algunos pueblos lo utilizan en forma natural, pero el caroteno se destruye en el

proceso de refinación, mediante el cual se produce el aceite de color claro que prefiere la mayoría de los consumidores (15).

El aceite de palma refinado, que es semisólido a temperatura ambiente (20°-22°), se utiliza como aceite para ensaladas y en formulaciones para margarinas, mantecas y grasas para panaderías. También es bueno para freír, por su baja cantidad de ácidos grasos poliinsaturados. La presencia de antioxidantes naturales y la ausencia del ácido linolénico confieren una excelente estabilidad al aceite y a la oleína de palma, que producen alimentos fritos con buen sabor y vida útil prolongada (15).

Las características del ácido palmítico (compuesto del aceite de palma) reducen el colesterol total y las lipoproteínas de baja densidad. En ratas de laboratorio se comprobó que disminuyeron la incidencia de tumores cancerígenos (13).

El aceite de palma contiene una relación 1:1 entre ácidos grasos saturados e insaturados, además contiene antioxidantes naturales como los tocoferoles. Se han realizado múltiples estudios sobre los efectos del consumo de aceite de palma en la salud humana, principalmente relacionados con el perfil lipídico, la trombosis arterial y el cáncer (13).

Otros derivados del aceite palma y sus aplicaciones son:

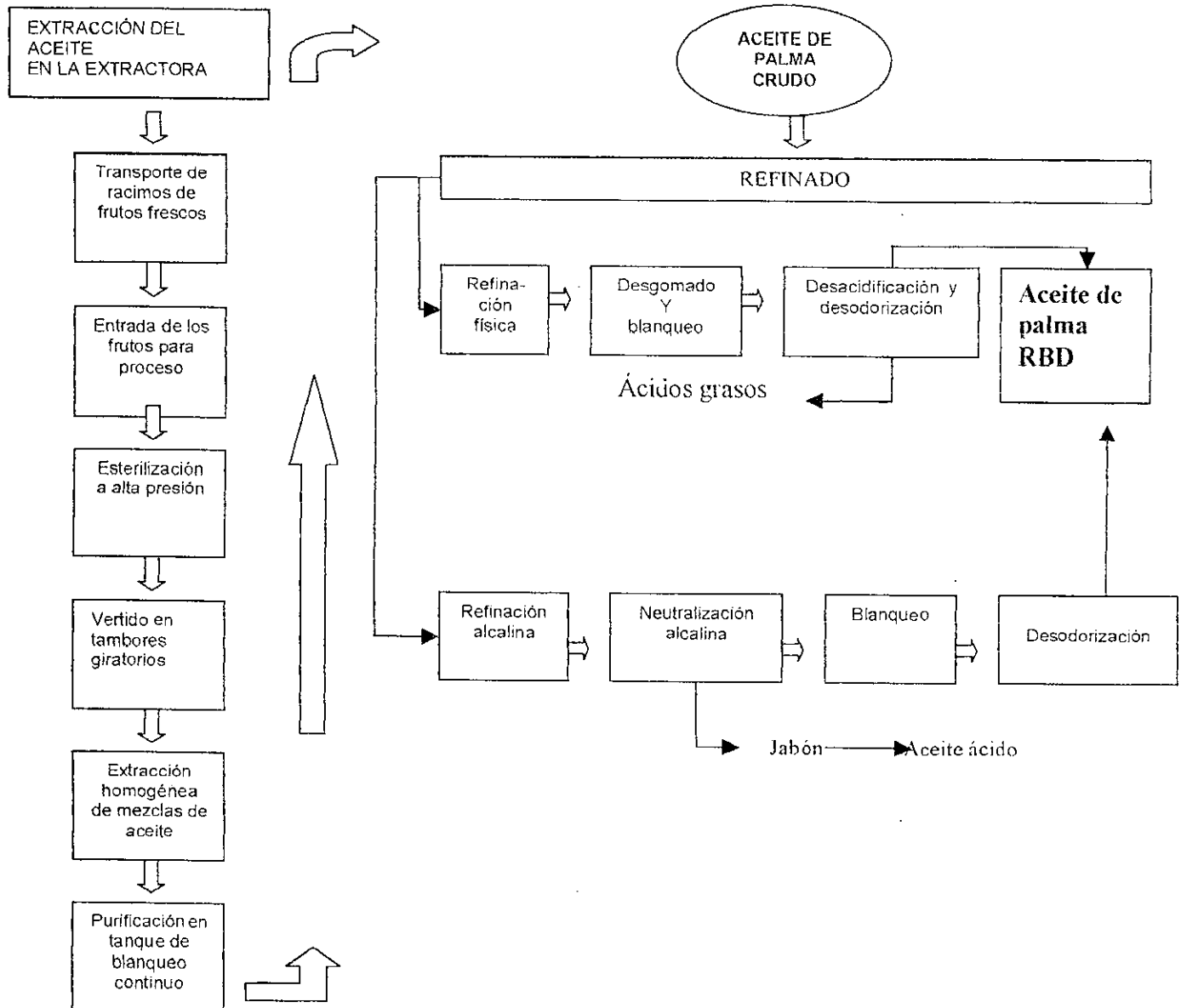
- Los ácidos grasos pueden ser utilizados para la realización de jabones o agentes surfactantes.
- Los ácidos grasos hidrogenados utilizados en productos para remoción de corrosión.
- El ácido oleico es usado en agentes surfactantes en la industria textil.

- Los ácidos ésteres grasos derivados del metil, butil u octil alcohol pueden ser usados en procesos de plásticos.
- La glicerina es usada en cosmetología y farmacia.

(5)

### C. Procesamiento industrial del aceite de palma

Diagrama 1: descripción del proceso industrial



Se debe refinar el aceite crudo de palma mediante los estándares aceptados internacionalmente para aceites comestibles (codees Alimentarius), antes de su utilización como alimento. El refinado remueve los ácidos grasos libres, color y compuestos con mal olor que estén presentes en el aceite crudo <sup>(3)</sup>.

La refinación física (o a vapor) es la técnica más utilizada. La refinación física consiste en el pretratamiento del aceite crudo con ácido fosfórico alimenticio para eliminar las impurezas, siguiéndose entonces el proceso de blanqueo y de filtración al vacío. Después de pretratado, el aceite es destilado al vacío en un desodorizador para la eliminación de los ácidos grasos libres y compuestos odoríferos <sup>(3)</sup>.

El aceite de palma refinado blanqueado y desodorizado (RBD) es de color amarillo dorado <sup>(3)</sup>.

#### D. Fraccionamiento del aceite de palma

El fraccionamiento en seco consiste en formar dentro del aceite madre cristales de sus componentes más duros y luego de crecerlos completamente, proceder a su separación eficiente del aceite madre. La primera etapa se conoce como cristalización y la etapa de separación generalmente se hace por filtración <sup>(16)</sup>.

La cristalización de aceites y grasas es una operación delicada. La razón principal es que el material es complejo: además de los triglicéridos de los cuales está principalmente constituida, la grasa más simple puede contener más de cien tipos de moléculas. Estas incluyen no sólo ácidos grasos libres, mono y diglicéridos de todos los tipos sino también un sinnúmero de componentes presentes en cantidades muy bajas (trazas) tales como: fofátidos, polisacáridos, pigmentos, elementos responsables del sabor o del olor. Estos pueden afectar la viscosidad del aceite, actuar como un inhibidor o

promotor de cristalización y tener un efecto benéfico o negativo sobre el crecimiento de los cristales. Por lo tanto, es esencial conocer la composición de la grasa (16).

Dependiendo de esta composición, los triglicéridos pueden cristalizar dentro del aceite madre de acuerdo con diferentes estructuras, densas o libres, como agujas o como grupos. Los cristales demasiado blandos o pequeños pueden de hecho causar una separación ineficiente (16).

Aún más, se pueden combinar diferentes componentes formando cristales mezclados en los cuales pueden quedar atrapados triglicéridos en una estructura cristalina sólida que por su naturaleza, son líquidos. Esto se denomina Intersolubilidad (16).

Comparado con otros procesos de la industria del aceite comestible el fraccionamiento es no solamente uno de los más nuevos sino también uno de los más delicados, y su éxito depende, en gran parte, de la calidad y composición de la alimentación (16).

En química, la cristalización siempre es delicada y la química de aceites y grasas comestibles no es particularmente la más sencilla. La abundancia de componentes menores involucrados es típica de productos naturales y su interacción con el proceso es a menudo muy difícil de predecir (16).

El principio de un proceso de fraccionamiento en seco, sin embargo, parece más bien sencillo: cuando la materia prima se ha cristalizado y filtrado da un cierto porcentaje de un nuevo producto que es más duro que la materia prima, la estearina, y el resto es un producto más blando, la oleína, con la misma materia prima, bajo las mismas condiciones de proceso, esto es bien reproducible (16).

## E. Hidrogenación

La hidrogenación de grasas y aceites logra en general modificar las características físicas de un aceite para lograr la sustitución por otros (7).

En el tiempo cuando la demanda de grasa para la preparación de margarina excedía su producción, Wilhelm Norman patenta en Alemania (1902) la primera práctica que combinaba hidrógeno con aceites, grasas, o ácidos grasos en estado líquido, con la presencia de un apropiado metal (hierro, cobalto y níquel) que actúa como un catalizador, para la obtención de una grasa con un punto de fusión deseable (7).

## F. Margarinas y minarinas

1. Margarina. La margarina es una emulsión de agua en grasa, empleada como sustituto de la mantequilla según la idea de su inventor, un farmacéutico francés llamado Mège - Mouriés en 1870, como respuesta a un encargo de Napoleón III para encontrar un sustituto económico e igualmente nutritivo de la mantequilla (4).

En un principio la margarina se preparó a partir de sebo de buey o carnero que al fundir y mezclar con agua daba la *oleo - margarina*. A partir de 1930, fecha en que aparecieron industrialmente los aceites hidrogenados, empezaron a utilizarse estos aceites vegetales endurecidos por hidrogenación. Hoy día se utilizan aceites vegetales endurecidos por el proceso llamado hidrogenación (4).

2. Margarina bajas en calorías o minarinas. Las necesidades del consumidor, hacen que la industria fabrique nuevos productos. Las minarinas son productos semejantes a las margarinas, pero con un contenido en grasa alrededor del 50%. Es una

emulsión lipídica a la que se le han añadido espesantes. Su valor calórico es menor que las margarinas <sup>(4)</sup>.

Son también llamadas “spreads” en cuya etiqueta se declara margarina de dietas, y usualmente poseen una fuerte emulsión de agua en aceite y bajos puntos de fusión, además de sabores menos realzados en comparación con una margarina común <sup>(4)</sup>.

Los primeros productos de este tipo salieron al mercado a principios de los ochentas estabilizándolas con un alto nivel de proteína de leche, los cuales no poseían una estabilidad microbiológica adecuada. Hoy en día los “spreads” contienen proteína de leche y varios agentes estabilizantes <sup>(4)</sup>.

Todos los productos de este tipo que contienen menos del 50% de grasa no se usan para horneado ni para frituras por la inestabilidad de la emulsión y alto contenido de agua <sup>(4)</sup>.

El proceso para la elaboración de las margarinas bajas en calorías es similar la de una margarina, exceptuando el bajo nivel de aceite y la delicadeza de inestabilidad en la emulsión <sup>(4)</sup>.

Para lograr una emulsión adecuada la fase acuosa y la fase oleosa se deben combinar a la misma temperatura y lentamente. Además debe poseer una fuerte agitación para lograr una homogenización mayor para lograr la emulsión de la fase interna <sup>(4)</sup>.

### 3. Aditivos

- *Emulsionante*: por ser una emulsión necesitamos una sustancia que favorezca la unión de los dos componentes impidiendo su separación, se utiliza la "lecitina" obtenida de la soja <sup>(4)</sup>.

- *Espesante*: es preciso añadir sustancias de este tipo, para que la emulsión no se rompa sobre todo en épocas calurosas (4).
- *Conservador*: para impedir el crecimiento de microorganismos (4).
- *Colorantes*: pueden ser naturales o artificiales (carotenos y xantofilas) (4).
- *Aromas*: normalmente se añaden sustancias del tipo de Diacetilo para imitar el sabor de la mantequilla (4).

4. Aceites usados en margarinas y minarinas. Los aceites más usados en la industria de la margarina son los de soya, maíz, girasol y mezclas con aceite de canola. Las margarinas bajas en grasa se realizan a base de aceite de soya y maíz (4).

Estos aceites son total o parcialmente hidrogenados los cuales son afirmados como productos GRAS (generalmente reconocidos como seguros) (4).

5. Cristalización de la grasa. La consistencia y la estabilidad de la emulsión de estos productos depende de la cristalización de la grasa (4).

Dos factores importantes determinan la textura y la apariencia final del producto terminado: la cantidad de sólidos de grasa presentes y las condiciones bajo la cual los productos son procesados (4).

Polimorfismo: se refiere a la estabilidad de los productos grasos desde el punto de vista estructural, la cual es influenciada por las propiedades entre los cristales y la cantidad de sólidos de grasa presentes (4).

Los primeros cristales formados de triglicéridos se designan  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\beta'$ , quienes corresponden a los tres principales secciones de arreglos de las cadenas de ácidos grasos

Estos se diferencian uno del otro por sus características de difracción y transición de calor observada por estudios de calorimetría (4).

La forma  $\alpha$  es la menos estable mientras que la  $\beta'$  es la que posee las mejores características. La forma  $\alpha$  inicia durante el congelamiento rápido usado en la manufactura de las margarinas, luego rápidamente pasa a un estado  $\beta'$  que posee una gran área superficial, la cual es capaz de inmovilizar una gran cantidad de aceite líquido y fase acuosa en gotitas. A pesar de que se produzcan las  $\beta'$  formas, si el aceite de la margarina tiene tendencias a la forma  $\beta$ , se puede dar el caso, bajo ciertas condiciones de almacenamiento, que se transformen a esta forma  $\beta$  que poseen un punto de fusión elevado y es el estado cristalino más estable (4).

Los aceites se pueden clasificar según los cristales hacia los que tienen tendencia a formar:

Forma  $\beta$ : soya, girasol, maíz, canola, oliva, coco, palmiste (4).

Forma  $\beta'$ : palma, algodón (4).

G. Resonancia Magnética Nuclear. Existen dos métodos que se usan para la medición de la cantidad de sólidos de grasa en un aceite, grasa o mezclas. El SFI es un método empírico basado en las variaciones de densidad entre el la grasa sólida y líquida. Y el NMR que proporciona un porcentaje absoluto de sólidos y depende de las diferencias del medio magnético de protones en la fase líquida y sólida (4).

Los resultados determinados por NMR se refiere al contenido de sólidos de grasa (SFC), y similarmente, pero no directamente comparable con el SFI; sin embargo los dos métodos pueden ser correlacionados (4).

H. Cromatografía gaseosa. La cromatografía gaseosa incluye aquellas técnicas en las que la fase móvil es un gas en movimiento (6).

En general, el procedimiento de cromatografía gaseosa implica el paso de la mezcla de muestra a analizar, a través de una columna calentada, mediante un gas portador inerte tal como helio o nitrógeno. En la columna está la fase estacionaria distribuida sobre una sustancia inactiva, tal como tierra de infusorios. Los componentes de la mezcla se eluyen con el gas y se resuelven en la columna. Cuando dichos componentes individuales alcanzan el extremo de salida de la columna, se detectan y se miden por algún procedimiento adecuado (6).

La longitud de las columnas varía de unos centímetros a varios metros y desde unos pocos milímetros a varios centímetros de diámetro. Tanto la columna como su contenido, se calientan a temperatura uniforme durante el período de análisis, cuya exacta regulación es fundamental. Por uno de los extremos de la columna se introduce la muestra que, por lo general, es del orden de una fracción de centímetro cúbico (6).

En alguno de los primitivos análisis cromatográficos gaseosos de ácidos grasos, se determinaron volumétricamente los ésteres individuales después de la separación. Esta técnica era muy engorrosa y hoy día ha sido reemplazada por aparatos registrados y detectores automáticos, tales como células de conductividad térmica, medidores de densidad de gases y, más recientemente de tipo radiactivo. La célula se conecta a un registrador, de forma que se obtiene un gráfico en el transcurso del análisis, formado por una serie de picos. La identificación de cada componente va asociada al tiempo de retención de la columna, de modo que se determina una distinción cualitativa entre los distintos ésteres a lo largo del eje de abscisas del gráfico. Las alturas de los picos o las

áreas definidas por los mismos, proporcionan una determinación cuantitativa de los componentes aislados (6).

El tiempo de retención es el tiempo requerido para que un componente dado atraviese la columna, y puede expresarse como  $R_f = \text{movimiento del punto de máxima concentración del gas de un componente determinado} / \text{movimiento de la fase móvil}$ . Dicho tiempo de retención está relacionado con el compuesto y con la fase estacionaria, pero depende también de otros factores, tales como el diseño de la columna la forma de trabajar de la misma. Para que el tiempo sea mínimo, debe determinarse el tiempo de posición conocida, siguiendo un procedimiento determinado para la manipulación de la columna (6).

La separación cromatográfica de los ésteres metílicos, se han empleado diversos componentes como fase estacionaria. En los trabajos primitivos, así como en algunas de las más recientes investigaciones, se ha empleado silicona y grasa de silicona. Otros compuestos que también se han empleado son: el ftalato de dioctilo, extracto de aceite lubricante, apiezon (M), Reoplex plásificado y, más recientemente, un poliéster adipato del dietilen-glicol (6).

#### I. Especificaciones de aceite de palma y su derivados fraccionados

Tipo de Fase	Oleica	Estearina	Estearina refraccionada	Aceite palma RBD
Punto de fusión	11.0-13.0	48.6-50.6	54.0-55.0	40.0-41.0
Índice de Yodo	60.0-62.0	40.0-43.0	35.0-36.0	50.0-55.0
Acidez	0.05 máx	0.05 máx	0.05 máx	0.05 máx
% Humedad	< 1.0	< 1.0	< 1.0	< 1.0
Contenido de grasa sólida (%)				
Sólidos a 10.0 °C	18.0-24.0	75.0-78.0	80.0-83.0	52.0-53.0
Sólidos a 21.0 °C	---	53.0-56.0	65.0-68.0	17.0-20.0
Sólidos a 26.7 °C	---	36.0-39.0	51.0-54.0	12.0-16.0
Sólidos a 33.3 °C	---	22.0-25.0	37.0-40.0	7.0-10.0
Sólidos a 40.6 °C	---	10.0-13.0	24.0-27.0	1.0-3.0

### III. JUSTIFICACIÓN

Guatemala como muchos otros países americanos son propicios para la producción de aceite de palma africana, tanto por su clima cálido como por su suelo. Los estudios indican que la mayoría de margarinas bajas en calorías son realizadas a base de aceite de soya hidrogenada, el cual no es producido en nuestro país.

La importancia de este estudio es lograr productos funcionales con características similares a los producidos con soya hidrogenada, realizados a base de aceite de palma y sus derivados fraccionados.

Reemplazar el aceite de soya por el aceite de palma como base en las formulaciones de los productos mencionados trae consigo ventajas económicas muy importantes, no tan sólo por consumir lo que el país produce sino ser competitivos en mercados o nichos de mercados en el cual se mueven estos productos.

## **IV. OBJETIVOS**

### **A. OBJETIVOS GENERALES**

1. Caracterización fisicoquímica de una margarina baja en grasa o margarina elaborada a partir de productos fraccionados de palma.

### **B. OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

1. Realizar una margarina con derivados fraccionados de aceite de palma africana, en productos grasos como lo son las margarinas bajas en calorías.
2. Obtención de productos antes mencionados con características generales similares a los realizados a base de aceite de soya hidrogenado.

## **V. HIPÓTESIS**

Se podrá dar la elaboración de una margarina baja en grasa o minarina a partir de productos fraccionados de palma.

## VI. MATERIALES Y MÉTODOS

### A. Punto de fusión

#### 1. GENERALIDADES

- Definición: El Punto de Fusión Wiley es la temperatura, bajo las condiciones de esta prueba, en la que la muestra de disco asume una forma esférica y ésta, nos da un índice de la temperatura a la que se funde la muestra <sup>(9)</sup>.

#### 2. MATERIALES Y EQUIPO

##### a. Cristalería

- Tubos de la prueba: Exacta longitud de aproximadamente 300 mm, i.e. 35-38 mm

- Beaker de vidrio: Altura aproximadamente 200 mm, diámetro aproximadamente 85 mm <sup>(9)</sup>.

##### b. Equipo

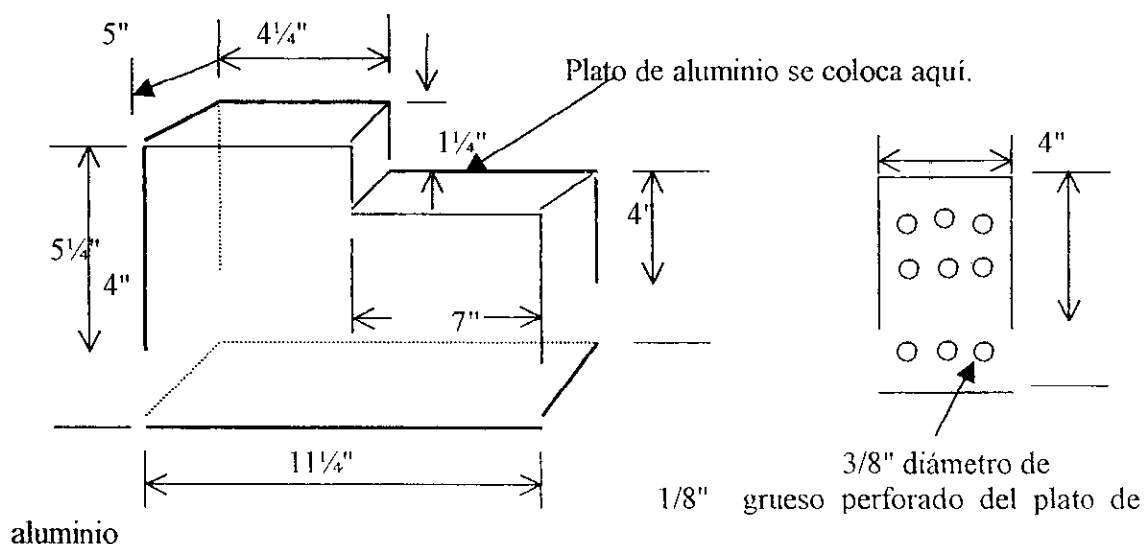
- Aparato enfriador : Si está a la disposición un refrigerador de 8-10 C, Si un refrigerador no está disponible, usar un baño enfriador y construirlo de acuerdo con las especificaciones mostradas en la figura 1. Refrigeradora marca Atlas No. 15163 año 1995 <sup>(9)</sup>.

- Usar un plato de acero aproximadamente 10 mm de espesor y 150 mm por lado para enfriar la muestra. Los lados planos de este plato son la superficie, de

modo que ellos se nivelen con el lado plano del plato perforado de aluminio.

Construir de acuerdo con las especificaciones mostradas en la figura 2 (9).

- Termómetro: rango 2-68 C ó 2-80 C marca polyScience Corporation (9).



Baño de enfriamiento de cobre

Figura 1

Figura 2

### 3. REACTIVOS Y SOLUCIONES

#### a. Soluciones

- Alcohol etílico
- Agua

### 4. PROCEDIMIENTO

- Preparar una mezcla del alcohol-agua con densidad exactamente igual como la de la muestra. Llevar a ebullición, separadamente, agua destilada y 95% alcohol etílico por 10 minutos para eliminar gases disueltos (9).

(9)

- Llenar el tubo largo de la prueba medio-lleno con el agua caliente y después agregar alcohol caliente, vertiendo el alcohol por los lados del tubo para evitar la mezcla excesiva. La adición de alcohol después del agua se ha enfriado puede dar como resultado en la formación de burbujas de gas y hacer que la mezcla sea inconveniente de usar. Si el plato de acero se usa, se debe poner en el refrigerador para que este completamente frío cuando se use. Si se requiere del baño, éste se debe llenar con hielo y agua antes de usar. Coloque el plato de aluminio encima del plato de acero o en el lugar que se indica en el baño (9).

- Fundir la muestra y filtrarla con papel del filtro, para remover cualquier impureza y el último rastro de humedad. Es esencial que la muestra esté seca completamente. Coloque la muestra en los agujeros en el plato de aluminio y déjelo en el refrigerador o en contacto con el baño por lo menos 2 horas (9).

- Corte lo que excede de la muestra sobre el nivel del plato de aluminio, remover el disco y trasladar a una mezcla del alcohol-agua en el largo tubo de la prueba, el cual ha sido enfriado previamente (i.e., en un baño de hielo) a por lo menos 10 C abajo del punto de fusión de la muestra. El disco llegará a un punto donde su densidad es equivalente a la de la mezcla líquida (9).

- Coloque el tubo de la prueba en una beaker que contenga agua fría. Inserte el termómetro debajo de la burbuja, es justamente debajo del disco graso. Rotar el termómetro despacio alrededor del disco para mantener una temperatura uniforme mientras el calor es aplicado debajo del Beaker. Caliente el agua despacio y continuamente agitar con el aire presente (9).

- Como la temperatura de la mezcla del alcohol-agua se incrementa, el disco graso cambiará gradualmente de forma. Cuando empieza a hacer esto, bajar el termómetro hasta el centro de la burbuja y dejar así (9).
- Continuar rotando el termómetro y regular el calor para que aproximadamente se requieran de 10 minutos para subir 2 C de temperatura (9).
- Observar la temperatura mientras el disco graso llega a ser completamente esférico. Éste es el punto de fusión Wiley. A este punto la temperatura del baño del agua no debe estar a más de 1.5 C sobre el punto de fusión de la muestra (9).
- La primera determinación es exploratoria, establece el rango del punto de fundición. La prueba inicial debe ser estrechamente seguida por dos pruebas y sus resultados deben ser cercanos ( $\pm 1$  C), determinados por el procedimiento (9).

## 5. RECOMENDACIONES

- Los tubos de la prueba deben ser hechos a la medida.
- Si el disco graso toca los lados del tubo de la prueba, la prueba debe ser repetida.

(9)

## B. Índice de yodo

### 1. GENERALIDADES

- Definición: El índice de yodo es una medida de la insaturación de ácidos grasos y es expresa en términos del número de centigramos de yodo absorbido por gramo de muestra (% yodo absorbido) (10).
- Aplicación: Aplicable para todas las grasas y aceites normales que no contengan enlaces dobles conjugados (10).

## 2. MATERIALES Y EQUIPO

### a. Cristalería

- 1 Erlenmeyer de boca ancha de 250 ml. con tapón
- 1 Erlenmeyer de 1000 ml. con tapón.
- 3 Pipetas de 5, 20 y 25 ml de capacidad cada una.

### b. Equipo

- Pinzas de Bureta y soporte
- Balanza analítica OHAUS Adventurer No. AR2140  $\pm 0.0001g$

(10)

(10)

## 3. REACTIVOS Y SOLUCIONES

### a. Reactivos

- Yoduro de Potasio A.C.S o A.R
- Solución de Wijs
- Tiosulfato de sodio ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ) grado ACS.
- Yoduro grado A.C.S.
- Tetracloruro de carbono grado A.C.S.
- Dicromato de Potasio.
- Solución soluble de almidón.

(10)

## b. Soluciones

- *Yoduro de potasio:* Disolver 150 g de yoduro de potasio y aforar a 1000ml con agua deionizada.
- *Solución de indicador de almidón:* Hacer una mezcla homogénea de 10 g de almidón en agua fría destilada. Añadirle 1 lt de agua hirviendo, agitar vigorosamente y enfriar. Para preservar el indicador añadir ácido salicílico (1.25 g/lt). Si se desea almacenar la solución, debe de mantenerse en refrigeración a 4 o 10 °C. Para mantener el indicador por dos o tres semanas es necesario introducirla a refrigeración cuando llegue al punto final de la titulación (de azul a incoloro).
- *Tiosulfato de sodio 0.1 N:* Disolver 24.9 g de tiosulfato de sodio en agua destilada y diluir a 1 lt.
- *Estandarización:* pesar 0.16 a 0.22 g de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) dentro de un erlenmeyer de 500 ml. Disolver en 25 ml de agua, añadir 5 ml de ácido clorhídrico y 20 ml de solución de yoduro de potasio preparada anteriormente, agitar por 5 min., luego agregarle 100 ml de agua destilada. Titular con solución de tiosulfato de sodio, agitar continuamente hasta que se torne de un color amarillo. Añadir 1 ó 2 gotas de indicador de almidón y continuar la titulación añadiéndole lentamente el tiosulfato de sodio hasta que se torne de color azul. La concentración de la solución de tiosulfato de sodio está expresada en términos de Normalidad (N)

$$N = (20.394 \times \text{peso } K_2Cr_2O_7) / \text{ml solución de tiosulfato de sodio}$$

#### 4. PROCEDIMIENTO

- Derrita la muestra si ésta no es líquida (La temperatura durante el derretimiento y la filtración no debe de exceder de la de fusión por más de 10 °C y luego filtrar con papel filtro whatman No 41 para remover algunas impurezas y trazas). La muestra debe estar completamente seca o libre de humedad <sup>(10)</sup>.
- Pesar la muestra (según tabla 1) dentro de un erlenmeyer de 500 ml y añadir 15 ml de tetracloruro de carbono, agitar hasta que la muestra este completamente disuelta.

TABLA 1

ÍNDICE DE YODO	PESO g ±0.001
< 5	3
5-20	1
21-50	0.4
51-100	0.2
101-150	0.13
151-200	0.10

- Pipetear 25 ml de solución Wijs (ver recomendaciones) y adicionarlo a la muestra. Tapar el erlenmeyer, y agitar hasta obtener una mezcla homogénea <sup>(10)</sup>.
- Almacenar la muestra en un lugar oscuro por 30 minutos a una temperatura de 25 °C <sup>(10)</sup>.
- Después de los 30 minutos sacar el frasco donde se almacenaba y añadirle 20 ml de solución de yoduro de potasio y 150 de agua destilada <sup>(10)</sup>.
- Preparar y conducir por lo menos un blanco con cada grupo de muestras simultáneamente y similar en todo respecto a las muestras <sup>(10)</sup>.
- Titular con solución 0.1 N de tiosulfato de sodio cuidadosamente y agitando constantemente. Continuar esta titulación hasta que tenga un color amarillo

claro, añadir 1 a 2 ml de indicador de almidón y continuar la titulación hasta que se decolore por completo <sup>(10)</sup>.

## 5. CÁLCULOS:

Índice de yodo–  $((B - S) \times N \times 12.69) / pm$

Donde:

B= gasto de titulación del blanco (ml).      N= Normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

S= Gasto de titulación de la muestra.      pm= peso de la muestra

(10)

## 6. RECOMENDACIONES

### a. PRECAUCIONES

- *La solución Wijs* causa quemaduras severas, y el vapor puede causar cáncer en el pulmón y daño en los ojos. Usar la campana de extracción y guantes.
- *El Tetracloruro de Carbono* es carcinógeno, tóxico por ingestión inhalación y absorción por la piel. Usar la campana de extracción y guantes.
- *Ácido clorhídrico* causa severas quemaduras, es tóxico no inhalar los vapores, irritante a los ojos y piel. Siempre diluya el ácido al agua en un baño con hielo nunca alrevés.
- *Ácido sulfúrico* causa quemaduras. Añadir el ácido en agua en un baño con hielo.

(10)

## C. Acidez

### 1. GENERALIDADES

- **DEFINICIÓN:** Este método determina los ácidos grasos libres existentes en la muestra.

- **ALCANCE:** Aplicable a todos los aceites vegetales crudos y refinados, aceites marítimos y grasas animales.

### 2. MATERIALES Y EQUIPO

(8)

#### a. Cristalería

- Erlenmeyer de 250mL

(8)

#### b. Equipo

- Soporte
- Pinzas para Bureta
- Agitador electromagnético marca Corning Stirrer No.35093
- Balanza analítica OHAUS Adventurer No. AR2140  $\pm 0.0001g$

### 3. REACTIVOS Y SOLUCIONES

(8)

#### a. Reactivos:

- Alcohol etílico
- Fenolftalcína
- Hidróxido de sodio

(8)

### b. Soluciones:

- Alcohol etílico al 95%. Se permiten las fórmulas USSD, 30 y 3a (ver recomendaciones). El alcohol debe tener un definido, distinguido y específico punto final con fenolftaleína y debe ser neutralizado con una base débil, pero que permanezca el color rosado justo antes de ser utilizado.

- Solución indicadora de Fenolftaleína al 1% en alcohol al 95%.
- Solución de Hidróxido de Sodio, actualmente estandarizada. Vea la Tabla 1 para determinar la normalidad apropiada de la solución de hidróxido de sodio dependiendo del rango de la concentración de ácidos grasos libres esperado en la muestra. 3

TABLA 1

Rango AGL (%)	Muestra (g)	Alcohol (mL)	Conc. Alcalina (N)
0.00 a 0.2	$56.4 \pm 0.2$	50	0.1
0.2 a 1.0	$28.2 \pm 0.2$	50	0.1
1.0 a 30.0	$7.05 \pm 0.05$	75	0.25
30.0 a 50.0	$7.05 \pm 0.05$	100	0.25 a 1.0
50.0 a 100	$3.525 \pm 0.001$	100	1.0

\* Rango de ácidos grasos libres, volumen de alcohol y concentración alcalina.

(8)

## 4. PROCEDIMIENTO

- La muestra debe estar bien mezclada y completamente líquida antes del pesado; nunca caliente la muestra más de 10°C arriba de su punto de fusión (8).

- Utilice la Tabla 1 para determinar el peso de muestra para varios rangos de ácidos grasos. Pese la cantidad designada para la muestra en un Erlenmeyer (ver recomendaciones) <sup>(8)</sup>.
- Adicione la cantidad especificada del alcohol caliente neutralizado, y 2mL del indicador <sup>(8)</sup>.
- Titule la solución estándar de hidróxido de sodio, agitando vigorosamente hasta que aparezca el primer color rosado permanente, de la misma intensidad que la del alcohol neutralizado antes de la adición de la muestra. El color debe persistir por 30 segundos <sup>(8)</sup>.

## 5. CÁLCULOS:

- El porcentaje de ácidos grasos libres en la mayoría de tipos de grasa y aceites se calcula como ácido oleico, sin embargo para los aceites de coco y de palmiste, es frecuente que se exprese como ácido laurico, y en el aceite de palma, en términos de ácido palmítico.

- a) % AGL, como oleico =  $\frac{\text{mL base} \times N \times 28.2}{\text{peso muestra}}$
- b) % AGL, como laurico =  $\frac{\text{mL base} \times N \times 20.}{\text{Peso muestra}}$
- c) % AGL, como palmítico =  $\frac{\text{mL base} \times N \times 25.6}{\text{Peso muestra}}$

(8)

- Los ácidos grasos libres son frecuentemente expresados en términos de “valor de acidez”, en lugar del porcentaje de ácidos grasos libres. El valor de acidez se define como el número de miligramos de KOH necesario para neutralizar 1g de muestra. Para

convertir el porcentaje de ácidos grasos libres (como oleico) a valor de acidez, multiplíquese el porcentaje de ácidos grasos libres por 1.99.

(8)

## 6. RECOMENDACIONES

- El isopropanol al 99% , puede ser utilizado como solvente alternativo con aceites vegetales crudos y refinados.

- Tape y agite vigorosamente durante 1 minuto si el aceite se ha cubierto de dióxido de carbono gaseoso.

(8)

## D. Índice de Peróxidos

### 1. GENERALIDADES

- *DEFINICIÓN:* Este método determina todas las sustancias, en términos de miliequivalentes de peróxido por 1000gr de muestra, que oxidan el yoduro de potasio bajo las condiciones de la prueba. Generalmente se asume que las sustancias son peróxidos u otras sustancias similares que oxidan la grasa (11).

- *ALCANCE:* Aplicable a todas las grasas y aceites normales, incluyendo margarina. Este método es altamente empírico y cualquier variación en la prueba puede provocar variaciones en los resultados.

(11)

### 2. MATERIALES

#### a. Cristalería

- Pipeta de 0.5mL, o cualquier otro aparato volumétrico capaz de medir 0.5mL de solución saturada de yoduro de potasio (KI).

- Erlenmeyer de 250ml. con tapones de vidrio.

(11)

#### **b. Equipo**

- Estufa
- Balanza analítica OHAUS Adventurer No. AR2140  $\pm 0.0001g$

(11)

### **3. REACTIVOS Y SOLUCIONES**

#### **a. Reactivos**

- Ácido acético
- Cloroformo
- Ioduro de potasio
- Almidón
- Tiosulfato de sodio
- Dicromato de potasio

(11)

#### **b. Soluciones**

- Solución de ácido acético – cloroformo (3:2 v/v), preparada mezclando 3 volúmenes de ácido acético glacial grado reactivo con dos volúmenes de cloroformo grado reactivo (ver recomendaciones).
- Solución saturada de Ioduro de potasio (KI) preparada cada día que el análisis se realiza, disolviendo un exceso de KI en agua destilada recientemente hervida. Asegúrese que la solución permanezca saturada durante su uso, indicado por la presencia de cristales de KI no disueltos. Almacene en la oscuridad cuando no lo

utilice. Pruebe la solución agregando dos gotas de solución de almidón a 0.5ml de solución KI en 30ml de la solución ácido acético – cloroformo. Si se forma un color azul que requiere más de una gota de la solución de tiosulfato de sodio 0.1N para desaparecer, descarte la solución de KI y prepare una nueva solución.

- Solución de Tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 0.1N, actualmente estandarizada con una solución de dicromato de potasio de la siguiente manera:

- ✓ Solución de tiosulfato de sodio 0.1N, preparada disolviendo 24.9gr de tiosulfato de sodio en agua destilada y diluida hasta 1L.

- ✓ El estándar primario de dicromato de potasio debe estar finamente molido, secado a  $105^\circ\text{C}$  durante 2hrs. Y enfriado en una desecadora. Pesar 0.16-0.22gr de dicromato de potasio en un recipiente de 500ml. Disuelva con 25ml de agua destilada, agregue 5ml de ácido clorhídrico concentrado, 20ml de la solución ioduro de potasio (Reactivo 2) y agite para mezclar. Deje reposar durante 5min y luego agregue 100ml de agua destilada. Titule con una solución de tiosulfato de sodio agitando continuamente hasta que el color amarillo casi desaparezca. Agregue 1-2ml del indicador de almidón y continúe con la titulación agregando lentamente la solución de tiosulfato hasta que el color azul casi desaparezca. La concentración de la solución de tiosulfato de sodio se expresa en términos de su normalidad:

$$\text{Normalidad de solución } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{20.394 \text{ g (peso de } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\text{)}}{\text{ml de tiosulfato de sodio}}$$

- Solución de tiosulfato de sodio 0.01 N, exactamente estandarizada. Esta solución se puede preparar pipeteando exactamente 100ml de tiosulfato de sodio

0.1N a un balón de aforar de 1000ml, aforando con agua destilada recientemente hervida.

- Solución indicadora de almidón, probada por sensibilidad, preparada al hacer una pasta con 1gr de almidón (ver recomendaciones) y una pequeña cantidad de agua destilada fría. Agréguese, mientras agita, 200ml de agua hirviendo y hierva por unos pocos segundos. Inmediatamente quite del medio de calentamiento y enfríe. Puede agregarse ácido salicílico (1.25 g/L) para preservar el indicador. Si el indicador se almacena por mucho tiempo, la solución debe guardarse en el refrigerador de 4 a 10°C. Debe prepararse nuevo indicador cuando el punto final de la titulación, de color azul a incoloro, ya no es tan definido. Si se almacena bajo refrigeración, la solución es estable durante 2-3 semanas.

- *Prueba de sensibilidad:* Coloque 5ml de solución de almidón en 100ml de agua y agregue 0.05ml de solución yoduro de potasio 0.1N recientemente preparada. Agregue una gota de una solución de cloro de 50ppm, preparada agregando 1ml de hipoclorito de sodio comercial al 5% (NaOCl) a 1000ml. El color azul profundo producido debe ser eliminado por 0.05ml de tiosulfato de sodio 0.1N.

(11)

#### 4. PROCEDIMIENTO

##### a. PROCEDIMIENTO PARA ACEITES Y GRASAS

- Pesar  $5.00 \pm 0.05$ gr de muestra en un Erlenmeyer de 250ml con un tapón de vidrio. Y agregue 30ml de solución de ácido acético-cloroformo 3:2. Agite

para disolver la muestra. Agregue 0.5ml de solución saturada de yoduro de potasio KI<sub>(11)</sub>.

- Deje que la solución repose, agitando ocasionalmente 1min exacto, y luego, inmediatamente agregue 30ml de agua destilada (ver recomendaciones y referencias)<sub>(11)</sub>.

- Titule con tiosulfato de sodio 0.1N, adicionándolo gradualmente, agitando constantemente. Continúe la titulación hasta que el color amarillo casi desaparezca. Agregue 0.5ml de la solución de almidón, y continúe la titulación con agitación. Cerca del punto final agregue el tiosulfato en gotas hasta que desaparezca el color azul (ver recomendaciones)<sub>(11)</sub>.

- Haga una determinación con un blanco diariamente. La titulación no debe exceder 0.1ml de la solución de tiosulfato de sodio 0.1N<sub>(11)</sub>.

#### **b. PROCEDIMIENTO PARA MARGARINA**

- Derrita la muestra calentándola con agitación constante en una plancha a bajo calentamiento, o calentando en un horno a 60-70°C. Evite el sobrecalentamiento y la exposición prolongada de la muestra de aceite a temperaturas arriba de 40°C<sub>(11)</sub>.

- Luego de que se derrita totalmente, remueva la muestra de la fuente de calor y deje que repose en un lugar caliente hasta que la porción acuosa y la mayoría de los sólidos de la leche se hayan depositado en el fondo<sub>(11)</sub>.

- Decante el aceite a un beaker limpio y filtre utilizando papel whatman #4 (o equivalente) a otro beaker limpio. No recaliente la muestra para la filtración a

menos que sea absolutamente necesario. La muestra debe estar limpia y brillante

(11).

- Proceda como se indicó en los incisos del procedimiento para grasas y aceites

(11).

## 5. CÁLCULOS:

$$\text{Valor de Peróxido (meq/ 1000gr )} = \frac{(S - B) \times N \times 1000}{\text{gr (peso muestra)}}$$

Donde,

B = titulación del blanco, ml.

S = titulación de la muestra, ml.

N = normalidad de solución de tiosulfato de sodio.

(11)

## 6. RECOMENDACIONES

- El Cloroformo es conocido como cancerígeno. Es tóxico por inhalación y tiene propiedades anestésicas. Evite el contacto con la piel. Ingestión o inhalación prolongada puede causar daño al hígado y los riñones, siendo fatal. No es inflamable, pero se quema al exponerse prolongadamente a una llama o altas temperaturas. El NTV en el aire es de 10ppm. Una campana de extracción se debe usar todo el tiempo que se utilice cloroformo.

- El ácido acético en estado puro es moderadamente tóxico por inhalación o ingestión. Es fuertemente irritante para la piel. El NTV en el aire es de 10ppm.

- El isooctano se ha propuesto como un reemplazante para el cloroformo en este método. El método usando isooctano fue aprobado por el Comité de Uniformidad de Métodos AOCS en 1990 como Método Oficial AOCS Cd 8b-90 y apareció primeramente en la segunda impresión de la 4ª edición de: "Métodos

Oficiales y Prácticas Recomendadas de la AOCS". El método de isooctano es doblemente preferido para eliminar el de cloroformo. Es la intención del Comité de Uniformidad de Métodos AOCS, eliminar la versión del método ácido acético-cloroformo (método AOCS Cd 8-53) de los Métodos Oficiales.

- Se recomienda "*Almidón de Papa para Iodometría*", porque este almidón produce un profundo color azul en la presencia del ión yoduro. "*Almidón Soluble*" no es recomendado porque el consistente color azul profundo no se desarrolla cuando algún almidón soluble interactúa con el ión yoduro.

- La prueba se puede realizar a luz difusa de día o a luz artificial, protegiéndose de una fuente de luz directa. Un reporte de la medición del valor de peróxido (Referencia) indica que la reacción yoduro-peróxido es completa hasta el final en 1 min, y que la liberación de yoduro es afectada por la luz.

- Si la titulación es menor de 0.5ml usando tiosulfato de sodio 0.1N, repita la determinación utilizando tiosulfato de sodio 0.01N.

(11)

#### E. Análisis Proximal Y contenido calórico

1. Humedad en margarina (Método AOCS Ca 2b-38)
2. Residuos en margarina ( Método AOCS Ca 3a-46 )
3. Aceite en margarina ( Método AOCS Cd-38 )
4. Determinación de fibra ( Método AOCS Bc 6/02 )
5. Determinación de cenizas ( Método AOCS Ca 11/03)
6. Determinación de proteína (Método AOAC 954.01/97)
7. Determinación de carbohidratos (Por diferencia proximal, ver anexos)
8. Determinación de contenido calórico (Por fórmula, ver anexos)

## F. Contenido de grasa sólida por Resonancia Magnética Nuclear

### I. GENERALIDADES

a. El NMR (**Resonancia Magnética Nuclear**) determina la proporción de triglicéridos sólidos en aceites o grasas, a las temperaturas a las que fueron tratadas las mezclas.

b. El objetivo es determinar el porcentaje de grasa sólida contenida (SFC) en mantecas y/o bases grasas a distintas temperaturas.

(13)

### 2. MATERIALES Y EQUIPO

#### a. Cristalería

- Cinco tubos de vidrio Pyrex o Kimax, 10mm diámetro externo,  $9.65 \pm 0.13$ mm diámetro interno x 75mm de largo mínimo.
- Beaker de 250ml

(13)

#### b. Equipo

- Estufa
- Analizador NMR BRUKER NMS 120 minispec
- Baños a temperatura constante HAAKE CI1
- Balanza analítica OHAUS Adventurer No. AR2140  $\pm 0.0001$ g

(13)

#### c. Reactivos y soluciones

- Ninguno

(13)

### 3. PROCEDIMIENTO

- Se funde la muestra en la estufa hasta llevarlo a 100°C aproximadamente manteniendo la temperatura durante 10 minutos. Filtrar la muestra <sup>(12)</sup>.
- Llenar 5 tubos de vidrio con la muestra hasta una altura de 40mm y tapar los tubos <sup>(13)</sup>.
- Colocar los tubos llenos en uno de los baños a 70.0°C durante 30 minutos y luego a otro baño con agua a 0.0°C durante 1 hora <sup>(13)</sup>.
- Colocar un tubo en cada uno de los baños a las siguientes temperaturas 10.0, 21.1, 26.7, 33.3 y 40.6°C <sup>(13)</sup>.
- Calibrar el NMR utilizando los tubos preparados con soluciones estándar de 0.0, 31.5 y 73.7% de contenido sólido <sup>(13)</sup>.
- Leer el porcentaje de grasa sólida en el NMR <sup>(13)</sup>.

### 4. RECOMENDACIONES

- Cuando se colocan los tubos de vidrio en los baños, es necesario que la grasa que contienen quede perfectamente sumergida dentro del agua.
- Para leer las muestras en el NMR es necesario SECAR LOS TUBOS antes de introducirlos en el analizador.

## G. Cuantificación de ácidos grasos

### 1. GENERALIDADES

- a. Definición: Los ácidos grasos son ácidos carboxílicos alifáticos de cadena larga con un número par de átomos de carbono. Son los constituyentes de las grasas

animales y vegetales, diferenciándolas debido a la existencia de unos y no de otros ácidos grasos, así como la composición en que éstos se encuentran.

b. Alcance: Se aplica a grasas sólidas o líquidas de origen animal o vegetal.

## 2. MATERIALES Y EQUIPO (13)

### a. Materiales

- Papel filtro Whatman No. 44
- Beaker de 100ml
- Balón aforado de 25ml
- Pipetas Pasteur
- 3 pipetas serológicas de 5ml

(13)

### b. Equipo

- Cromatógrafo de gas XL PERKIN ELMER
- Estufa
- Integrador PE NELSON

(13)

### c. Reactivos

- Solución Hidróxido de sodio: 20 gramos en 1000ml de metanol
- Trifluoruro de boro
- Heptano
- Solución de cloruro de sodio ( NaCl ) saturada
- Sulfato de sodio anhidro

(13)

### 3. PROCEDIMIENTO

#### Condiciones del Cromatógrafo de Gas ( Integrador/ Método ACGRASO.MTH ):

- Columna: SP 2380 Capillary Column 2 4152 , 30m x 0.25mm, 0.20  $\mu$ m FILM
- Gas: Nitrógeno a 6.0 psi
- Detector: FID 260°C rango 1 atten 4
- Temperatura inyector : 250°C
- Temperatura horno: 180°C Isotérmica
- Start time : 0
- End time : 25
- Narrowest Peak : 1.4 – 3.2 s
- Peak Width: Fixed
- Lockout time: 5.000 min
- Base treatment B to B
- Area sensitivity : 1700
- Base sensitivity: 50
- Skim sensitivity: 0.0

#### Condiciones del cromatógrafo de gas ( Method 1 )

- Temp 1 : 180°C
- Tiempo 1 : 25.00 min
- Initial temp : 250°C PSS 1
- Time 1: 999.0 min
- Press 1: 6.0 Psi
- Split 1 Initial: On

- Split 2 Initial: On
- Valve 3 Initial: Off
- FID 1 Temp: 260°C Range Initial 1
- FID 2 Temp: 150°C Range Initial 1
- Int 1 Output Initial FID 1
- Int 1 Atten Initial 4

(13)

**Preparación de la muestra:**

- Se calienta la muestra para fundirla y hacerla fluida, para luego filtrarla por medio de papel Whatmann No. 44 con el objetivo de eliminar las impurezas.
- Se colocan de 0.10 a 0.11 gramos de muestra (5 gotas aproximadamente) de la grasa en un balón de 25 ml.
- Agregar 2.5 ml de solución de NaOH, calentar la mezcla en la estufa sin aplicar calor directamente y agitando constantemente para eliminar la humedad.
- Agregar 1.75ml de trifluoruro de boro
- Mezclar con 2 ml de heptano
- Aforar con solución de NaCl saturada ( ver recomendaciones )
- Agregar 0.5 gramos a 1 gramos de sulfato de sodio anhidro como absorbente de la humedad dentro del vial listo para inyectar
- Preparar de 1 a 3µl de muestra para realizar la inyección.

(13)

### Detección de ácidos grasos:

- Los tiempos en que cada uno de los ácidos grasos es retenido se describe a continuación:

TIEMPO	NOMBRE
CAPROICO	5.700
CAPRILICO	5.900
CAPRICO	6.200
LAURICO	6.650
MIRISTICO	7.700
MIRISTOLEICO	8.300
PENTADECANOICO	8.700
PALMITICO	9.400
PALMITOLEICO	10.300
MARGARICO	10.600
MARGAROLEICO	11.500
ESTEARICO	12.500
OLEICO	14.00
LINOLEICO	16.00
LINOLENICO	19.00
ARAQUIDICO	22.303
GADOLEICO	23.000
BEHENICO	26.490
ERUCICO	30.138

#### 4. RECOMENDACIONES

- La solución de NaCl se prepara agregando 20 gramos de cloruro de sodio a 1000ml de agua agitando durante una hora hasta observar una solución clara y homogénea, luego se agrega NaCl poco a poco hasta obtener cristales depositados en el fondo que ya no se disuelven.
- El cromatógrafo debe ser encendido con la llave de todos los gases abiertas.
- Recordar encender el detector del cromatógrafo antes de iniciar cualquier corrida.

## **G. Evaluación de textura por penetrometría**

### **1. GENERALIDADES**

a. El método por penetrometría provee una medida arbitraria de la firmeza de grasas duras o plastificadas; por medio de la medida de la distancia de penetración en la grasa de un cuerpo cónico de forma y peso definidos durante un periodo de tiempo determinado. La firmeza de la grasa depende de su composición y carácter, así como de la temperatura de la muestra, el tiempo por medición y del proceso de manufactura de la grasa.

b. Aplicable a las grasas plastificadas y emulsiones sólidas de grasas como mantecas, margarinas, mantequillas, grasas hidrogenadas y productos similares.

### **2. MATERIALES Y EQUIPO**

#### **a. Materiales**

- Espátula de aluminio.
- Termómetro
- Cronómetro

#### **b. Equipo**

- Penetrómetro marca Precision Scientific Co. Serial No. 11-Y-3 USA

### **3. REACTIVOS Y SOLUCIONES**

- Ninguno

#### 4. PROCEDIMIENTO

- Preparar la muestra cortando una porción de grasa de aproximadamente 10 x 10 cm con una altura mínima de 3cm. Raspar la superficie de la muestra de forma que quede totalmente plana nivelándola paralelamente a la base sin asperezas, grumos, aire, resquebrajamientos, etc.
- Colocar la muestra sobre la base del aparato y colocar horizontalmente el mismo verificando que coincida el nivel (burbuja de aire del penetrómetro).
- Ajustar el cero del aparato.
- Colocar la punta del cono de tal manera que escasamente haga contacto con la superficie de la grasa.
- Tomar la temperatura de la grasa.
- Liberar el eje y dejar actuar durante cinco segundos.
- Leer y anotar el valor obtenido. Hacer el cálculo respectivo:

$$\text{Valor de penetrometría (mm)} = \text{lectura}/10 \quad (14)$$

### I. Elaboración de margarinas

#### 1. GENERALIDADES

a. La elaboración de margarinas comprende una fase acuosa y otra fase oleosa, la cual se deben homogenizar por un tiempo adecuado para su emulsificación, siendo el siguiente paso la cristalización.

#### 2. MATERIALES Y EQUIPO

##### a. Materiales

- Beaker de 1000 mL
- Espátula y recipientes de acero inoxidable
- Estufa
- Hielo
- Colador o cernidor

##### b. Equipo

- Marmita marca S.I.M. vapor serie M-UL/50 año 2000.

- Agitador de aspas marca Lightnin modelo F No. 7715806
- Refrigerador marca Atlas No. 15163 año 1995.

### **3. INGREDIENTES**

- Agua
- Aceite RBD palma, y sus derivados fraccionados (oleína y estearina)
- Almidón pregelatinizado
- Goma Xanthan
- Sal y sorbato de potasio
- Colorante natural de annato
- Saborizante de mantequilla
- Emulsificante de monoglicéridos
- Lecitina de soya

### **4. PROCEDIMIENTO**

#### **a. Para margarinas**

- Se agrega la fase grasa a la marmita hasta su fundición sin excederse de 65 °C manteniendo una agitación continua. Seguidamente agregar los ingredientes designados a esta fase.
- En un beaker de 1000 mL agregar la medida de agua establecida y disolver los ingredientes asignados a esta fase, calentando a la misma temperatura de la fase oleosa.
  - Agregar a la marmita la fase acuosa y homogenizar por 15 minutos.
  - Retirar el producto en recipientes de acero inoxidable.

- Introducir los recipientes en baño de hielo hasta la mitad del mismo.
- Agitar por 15 minutos al tope de revoluciones.
- Esperar la cristalización.
- Envasar.

## **J. Evaluación de vida útil**

### **1. GENERALIDADES**

a. La vida útil se determina en productos elaborados por medio de microbiología periódica en condiciones de almacenamiento adecuadas para cada tipo de producto. Para margarinas se determinan recuento total de bacterias, mohos y levaduras y coliformes.

b. El objetivo es determinar la vida de anaquel del producto.

### **2. MATERIALES Y EQUIPO**

#### **a. Materiales**

- 2 recipientes de vidrio de boca ancha
- 1 pipeta de 10 ml
- 1 caja de Petri
- 1 termómetro
- 1 pipeta de 1 ml

#### **b. Equipo**

- Balanza analítica
- Baño María
- Autoclave
- Incubadora
- Cámara de Québec

### **3. REACTIVOS Y SOLUCIONES**

- Agua peptonada: preparada con 25.5 de peptona en 1000 ml de agua destilada.

- Agar: preparado con 22.5 gramos de Agar plate-count en 1000 ml de agua, hervir la mezcla y autoclavar.
- Agar: preparado con 10 gramos de VBR Fluorocult en 250 ml de agua, hervir la mezcla.
- Agar: 40 gramos de Agar Patata Dextrosa en 1000 ml de agua destilada, hervir y autoclavar la solución.

#### 4. PROCEDIMIENTO

##### a. Para recuento rotal de bacterias

- Muestrear el producto de forma aséptica.
- Pesar 90 g de margarina barra, de acuerdo a la muestra seleccionada, dentro de un recipiente de boca ancha, previamente tarado.
  - Derretir la muestra en baño María a menos de 45°C, por un corto tiempo.
  - Agitar u homogeneizar la muestra a analizar.
  - Transferir 10ml de la muestra derretida a un recipiente con 90ml de agua peptonada.
    - Realizar la siembra depositando 1 ml de la dilución en la caja de Petri estéril y adicionar de 15 a 20ml del agar a utilizar, el cual debe de mantenerse a una temperatura de 44 a 46°C; agitar la caja con rotaciones suaves para homogeneizar la alícuota de la muestra en el agar, y dejar solidificar.
      - Esperar a que el agar se solidifique y luego colocar la muestra en la incubadora de forma invertida (tapadas hacia abajo) a una temperatura de 34-36°C durante 24 horas.
        - Realizar el conteo de colonias en una cámara de Quebec.
        - Reportar el número de colonias totales mediante la siguiente fórmula:  
Colonias totales (UFC/ml) = No. de colonias observadas x 10

**b. Para coliformes**

- Muestrear el producto de forma aséptica.
- Pesar 90 gramos de margarina normal (1 barra), de acuerdo a la muestra seleccionada, dentro de un recipiente de boca ancha, previamente tarado.
- Derretir la muestra en baño María a menos de 45°C, por un corto tiempo.
- Agitar la muestra vigorosamente para homogenizar.
- Transferir 10ml de la muestra derretida a un recipiente con 90ml de agua peptonada.
- Realizar la siembra depositando 1ml de la dilución en la caja de Petri estéril y adicionar de 15 a 20ml del agar a utilizar, el cual debe mantenerse a una temperatura de 44 a 46°C; agitar la caja con rotaciones suaves para homogenizar la alícuota de la muestra en el agar, y dejar solidificar.
- Esperar a que el agar se solidifique y luego colocar la muestra en la incubadora de forma invertida (tapadas hacia abajo) a una temperatura de 34-36 °C durante 24 horas.
- Realizar el conteo de colonias en una cámara de Quebec.
- Reportar el número de colonias totales mediante la siguiente fórmula:  
$$\text{Colonias totales (UFC/ml)} = \text{No. de colonias observadas} \times 10$$

**c. Para hongos y levaduras**

- Muestrear el producto de forma aséptica.
- Pesar 90 gramos de margarina normal (1 barra), de acuerdo a la muestra seleccionada, dentro de un recipiente de boca ancha, previamente tarado.
- Derretir la muestra en baño María a menos de 45°C, por un corto tiempo.

- Agitar la muestra vigorosamente para homogenizar.
- Transferir 10ml de la muestra derretida a un recipiente con 90ml de agua peptonada.
- Realizar la siembra depositando 1ml de la dilución en la caja de Petri estéril y adicionar de 15 a 20ml del agar a utilizar, el cual debe de mantenerse a una temperatura de 44 a 46°C; agitar la caja con rotaciones suaves para homogenizar la alícuota de la muestra en el agar, y dejar solidificar.
- Esperar a que el agar se solidifique y luego colocar la muestra en la incubadora de forma invertida (tapadas hacia abajo) a una temperatura de 34-36°C durante 24 horas.
- Realizar el conteo de colonias en una cámara de Quebec.
- Reportar el número de colonias totales mediante la siguiente fórmula:  
Colonias totales (UFC/ml) = No. de colonias observadas x 10

## **K. Diseño de empaque**

### **1. GENERALIDADES**

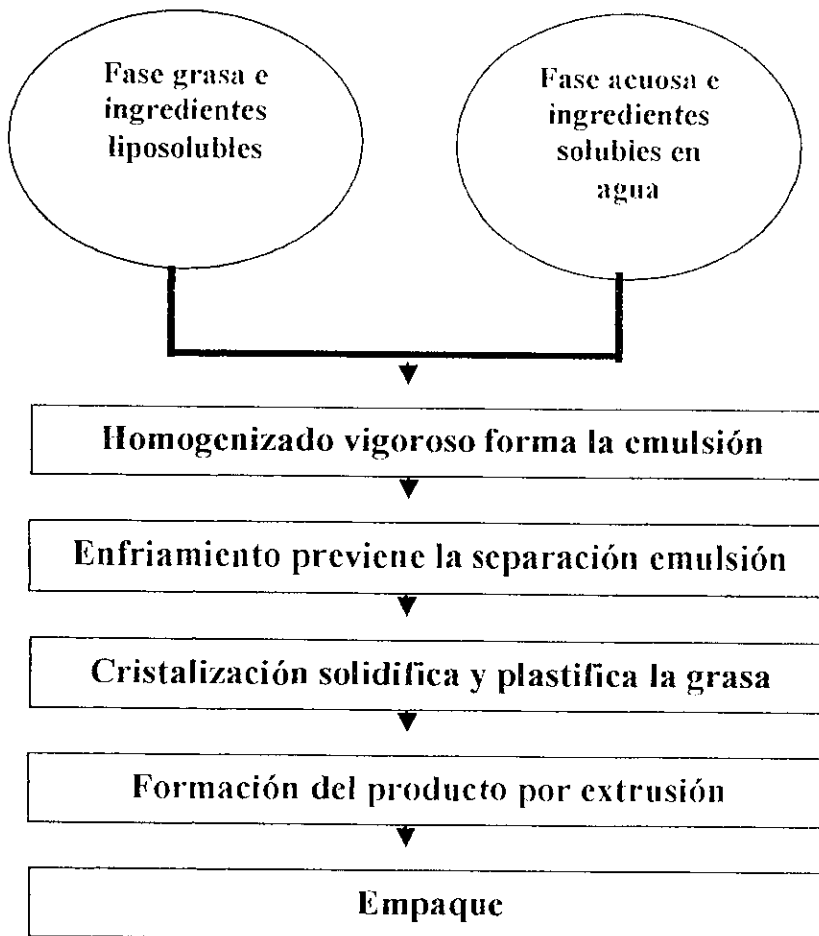
a. El diseño del empaque se elaborará con base al producto obtenido y se complementará con una información nutricional. En el diseño se indicarán formas de almacenamiento y cuidados especiales en el tipo de producto a desarrollar.

## VII. METODOLOGÍA

Se realizaron cinco formulaciones distintas de minarinas con 40% de fase oleosa. Para las mismas se utilizaron siempre la mismas proporciones de aceite RBD de palma y sus derivados fraccionados (Ver anexos).

Las diferencias entre formulaciones eran los porcentajes y tipos de emulsificantes y espesantes utilizados.

Las minarinas se realizaron según el siguiente procedimiento (Diagrama 1):



Las variaciones en porcentajes e ingredientes no se obtuvieron de los antecedentes, sino que fue por método de ensayo y error. Las formulaciones son las siguientes:

### Fórmula 1 Minarina

Kilos a producir	0.5
------------------	-----

Ingredientes	kg	Gramos	lb	%
Agua	0.28	282.65	0.62	56.53
Espesante 1	0.01	5.00	0.01	1.00
Goma xanthan	0.00	1.00	0.00	0.20
Sal	0.01	5.00	0.01	1.00
Sorbato de potasio	0.00	0.50	0.00	0.10
Innato	0.00	1.50	0.00	0.30
Acido cítrico	0.00	0.10	0.00	0.02
Fase grasa	0.20	200.00	0.44	40.00
Emulsificante monoglicéridos	0.00	4.00	0.01	0.80
Saborizante	0.00	0.25	0.00	0.05
Total	0.5	500.00	1.10	100.00

### Fórmula 2 Minarina

Kilos a producir	0.5
------------------	-----

Ingredientes	kg	Gramos	Lb	%
Agua	0.28	281.15	0.62	56.23
Espesante 1	0.01	7.50	0.02	1.50
Sal	0.01	5.00	0.01	1.00
Sorbato de potasio	0.00	0.50	0.00	0.10
Innato	0.00	1.50	0.00	0.30
Acido cítrico	0.00	0.10	0.00	0.02
Fase grasa	0.20	200.00	0.44	40.00
Emulsificante monoglicéridos	0.00	4.00	0.01	0.80
Saborizante	0.00	0.25	0.00	0.05
Total	0.5	500.00	1.10	100.00

## Fórmula 3 Minarina

Kilos a producir	0.5
------------------	-----

Ingredientes	kg	Gramos	Lb	%
Agua	0.27	273.70	0.60	54.74
Espesante 1	0.01	10.00	0.02	2.00
Sal	0.01	5.00	0.01	1.00
Sorbato de potasio	0.00	0.50	0.00	0.10
Innato	0.00	1.50	0.00	0.30
Acido cítrico	0.00	0.05	0.00	0.01
Fase grasa	0.20	200.00	0.44	40.00
Lecitina de soya	0.01	5.00	0.01	1.00
Emulsificante monoglicéridos	0.00	4.00	0.01	0.80
Saborizante	0.00	0.25	0.00	0.05
Total	0.5	500.00	1.10	100.00

## Fórmula 4 Minarina

Kilos a producir	0.5
------------------	-----

Ingredientes	kg	Gramos	Lb	%
Agua	0.27	273.70	0.60	54.74
Espesante 2	0.01	10.00	0.02	2.00
Sal	0.01	5.00	0.01	1.00
Sorbato de potasio	0.00	0.50	0.00	0.10
Innato	0.00	1.50	0.00	0.30
Acido cítrico	0.00	0.05	0.00	0.01
Fase grasa	0.20	200.00	0.44	40.00
Lecitina de soya	0.01	5.00	0.01	1.00
Emulsificante monoglicéridos	0.00	4.00	0.01	0.80
Saborizante	0.00	0.25	0.00	0.05
Total	0.5	500.00	1.10	100.00

### Fórmula 5 Minarina

Kilos a producir	0.5
------------------	-----

Ingredientes	kg	Gramos	lb	%
Agua	0.27	273.70	0.60	54.74
Espesante 2	0.01	5.00	0.01	1.00
Espesante 1	0.01	5.00	0.01	1.00
Sal	0.01	5.00	0.01	1.00
Sorbato de potasio	0.00	0.50	0.00	0.10
Innato	0.00	1.50	0.00	0.30
Acido cítrico	0.00	0.05	0.00	0.01
Fase grasa	0.20	200.00	0.44	40.00
Lecitina de soya	0.01	5.00	0.01	1.00
Emulsificante	0.00	4.00	0.01	0.80
Saborizante	0.00	0.25	0.00	0.05
Total	0.5	500.00	1.10	100.00

- Todas las fórmulas antes presentadas contienen en su fase grasa las siguientes materias primas:

MATERIA PRIMA	%
Aceite de palma RBD	35
Oleina de palma	45
Estearina de palma	20
<b>Total</b>	<b>100</b>

A las cinco formulaciones y a la minarina de referencia se les caracterizó fisicoquímicamente. En ese análisis se cuantificó:

- **Punto de fusión:** Por el método de Whiley. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Índice de yodo:** A través del método de Wijs. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Acidez:** A través del método cuantificación de ácido grasos libres. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Peróxidos:** Por el método de detección de oxidantes. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Residuos:** A través del método indirecto. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Textura:** Por medio de penetrometría. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Contenido de grasa sólida:** A través de resonancia magnética nuclear. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Perfil de ácidos grasos:** A través de cromatografía de gas. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

El perfil de ácido grasos solamente se le realizó a la minarina de referencia (ver anexos).

Se realizó un análisis proximal de la minarina Country Crock (referencia) y de la fórmula No.4 que resultó la que mejor cumple con las expectativas planteadas en los objetivos. En este análisis se cuantificó:

- **Humedad:** Por el método de plato caliente. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Grasa:** A través del método indirecto. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Cenizas:** Por el método directo. (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Proteína:** A través del método de Kjeldahl (AOCS)

Ver materiales y métodos.

- **Carbohidratos:** Por el método diferencia proximal

Ver materiales y métodos.

Con lo anterior se obtuvo las calorías totales por porción de la minarina formulada.

Se realizó un estudio de vida de anaquel de la minarina formulada y de la minarina de referencia, por un período de 15 semanas, almacenadas a una temperatura no mayor de 4 grados Celsius. En este análisis se cuantificó:

- **Recuento total de bacterias:** Por el método de diluciones.

Ver materiales y métodos.

- **Hongos y levaduras:** Por el método de diluciones.

Ver materiales y métodos.

- **Coliformes totales:** Por el método de diluciones.

Ver materiales y métodos.

Con toda la información de análisis y de acuerdo al producto que es, se diseñó una etiqueta de manejo del mismo y su información nutricional (ver anexos).

## VIII. RESULTADOS

### A. CARACTERIZACIONES FISICOQUÍMICAS DE MINARINAS

Tabla 1 Caracterización de la minarina Country Crock.

Punto de fusión Wiley	32.7 ± 0.2 ° C
Índice de yodo (Wijs)	110.64
Acidez	0.28
Peróxidos	5.0
% residuos	1.65
Textura (penetrometría)	246 milímetros
Contenido de grasa sólida (%)	
Sólidos a 10.0 °C	13.0
Sólidos a 21.0 °C	5.50
Sólidos a 26.7 °C	2.0
Sólidos a 33.3 °C	---
Sólidos a 40.6 °C	---
Perfil de ácidos grasos	
Palmítico	11.01
Estearico	7.43
Oleico	5.93
Linoleico	27..57
Linolénico	42.64
Isómeros Cis/Trans	5.4

Tabla 2 Caracterización de las minarinas formuladas (Ver fórmulas en anexos).

ANÁLISIS	FÓRMULA1	FÓRMULA2	FÓRMULA3	FÓRMULA4	FÓRMULA5
Punto de fusión Wiley °C	33.2 ± 0.2 °C	33.2 ± 0.2 °C	33.4 ± 0.2 °C	32.8 ± 0.2 °C	32.9 ± 0.2 °C
Índice de yodo (Wijs)	56.36	55.70	55.10	55.2	55.4
Acidez	0.24	0.35	0.23	0.28	0.28
Peróxidos	0.8	0.9	0.82	0.94	0.87
% residuos	7.92	7.61	7.51	7.39	7.45
Textura (penetrometría)	194 mm	192 mm	335 mm	251 mm	200 mm
<b>Contenido de grasa sólida (%)</b>					
Sólidos a 10.0 °C	50.0	50.10	49.0	49.5	49.9
Sólidos a 21.0 °C	15.95	15.99	15.72	15.86	15.90
Sólidos a 26.7 °C	5.90	5.96	5.69	5.81	5.90
Sólidos a 33.3 °C	2.28	2.32	2.2	2.21	2.25
Sólidos a 40.6 °C	----	----	----	----	----

## B. ANÁLISIS PROXIMAL DEL PRODUCTO FINAL

Tabla 3 Cuadro comparativo entre las minarinas Country Crock y la fórmula No. 4 (ver anexos).

<b>COMPONENTE</b>	<b>COUNTRY CROCK</b>	<b>FÓRMULA No. 4</b>
<b>% Humedad</b>	58.17	58.15
<b>% Cenizas</b>	0.15	1.11
<b>% Grasa</b>	40.18	39.9
<b>% Carbohidratos</b>	0	0.74
<b>% Proteínas</b>	0	0.001
<b>% Fibra</b>	0	0.00

Tabla 4 Análisis nutricional de la fórmula No.4

Tamaño por porción (14 gramos)  
Porciones por envase 30

Cantidad por porción		
<b>CALORIAS</b>		<b>50</b>
		<b>* % Valor diario</b>
<b>Grasa total</b>	<b>5.0 g</b>	<b>8.0%</b>
<b>Sodio</b>	<b>0 mg</b>	<b>0%</b>
<b>Fibra</b>	<b>0 g</b>	<b>0%</b>
<b>Colesterol</b>	<b>0 mg</b>	<b>0%</b>
<b>Total carbohidratos</b>	<b>0.1 g</b>	<b>18.75%</b>
<b>Proteína</b>	<b>0 g</b>	

\* % Valor diario basado en una dieta de 2000 calorías. Sus valores diarios pueden ser mayores o menores, dependiendo de sus necesidades calóricas.

### C. RESULTADOS DE EVALUACIÓN DE VIDA DE ANAQUEL

**Tabla 5 Cuadro comparativo de resultados microbiológicos vrs. tiempo entre las minarinas Country Crock y la fórmula No.4.**

SEMANA	Minarina Country Crock			Minarina (Prueba No. 4)		
	Recuento total bact. UFC/ g	Hongos y levaduras UFC/ g	Coliformes UFC/ g	Recuento total bact. UFC/ g	Hongos y levaduras UFC/ g	Coniformes UFC/ g
1	20	< 10	Negativo	< 10	< 10	Negativo
3	20	< 10	Negativo	< 10	< 10	Negativo
5	20	< 10	Negativo	< 10	< 10	Negativo
7	20	< 10	Negativo	< 10	< 10	Negativo
9	20	< 10	Negativo	< 10	< 10	Negativo
11	20	< 10	Negativo	< 10	< 10	Negativo
13	30	< 10	Negativo	< 10	< 10	Negativo
15	30	< 10	Negativo	< 10	< 10	Negativo

## IX. DISCUSIÓN

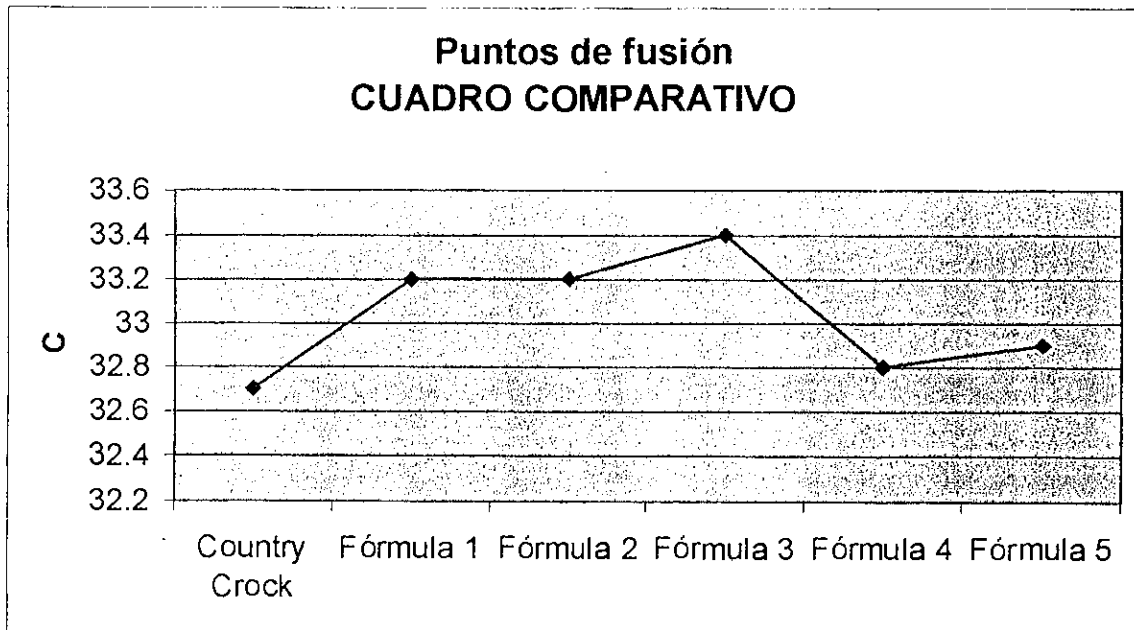
### A. Caracterización fisicoquímica

**1. Comparación de puntos de fusión.** Se puede ver claramente en la tabla No. 1 que el punto de fusión de la margarina baja en calorías o margarina de referencia (Country Crock) es más bajo que todas las formulaciones realizadas. Sin embargo la fórmula 4 difiere de ésta por 0.1 grados Celsius, lo cual se acepta ya que el método posee una incertidumbre de más menos 0.2 grados, al igual que con la fórmula 5.

Todas las fórmulas contienen el mismo porcentaje de fase grasa y su composición es la misma (ver anexos). La estearina de palma posee un punto de fusión más alto que el de la oleica (Hartley, 1967), por lo que el alto porcentaje de oleica nivela el punto hasta permanecer en un rango similar al punto de fusión de la margarina de referencia.

Así las diferencias entre los puntos de fusión entre las formulaciones se pudo dar a consecuencia de interferencias de lectura con los demás ingredientes usados en las formulaciones, aunque estas diferencias no superan la unidad.

Gráfica No. 1 Puntos de fusión



**2. Comparación de texturas.** La evaluación de texturas se realizó con un penetrómetro (ver métodos) midiendo el recorrido de la aguja. Como se puede observar en la tabla 2 las primeras dos minarinas formuladas presentan una dureza notable en comparación con la minarina de referencia. Estas dos no poseían en su formulación lecitina de soya ““la cual da una cristalización resistente y mejor textura”” (Hui, 1996) en la elaboración de este tipo de productos.

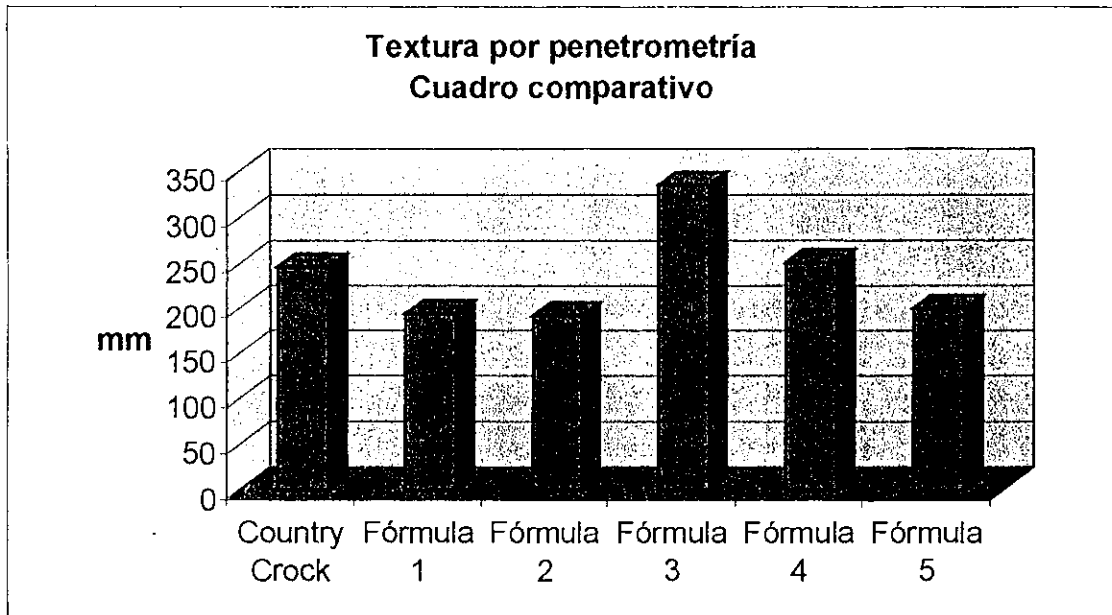
En ambas formulaciones se cambió el espesante utilizado. Los espesantes utilizados fueron almidones modificados con distinta captación de agua (ver en anexos composición de cada uno) ““utilizados en las margarinas para la estabilización de la emulsión”” (Hui, 1996), notándose una mayor suavidad en la minarina realizada con el segundo espesante (fórmula 2).

En las siguientes formulaciones se incluyó lecitina de soya en un porcentaje idéntico para mejorar la suavidad de la minarina. Se hace notar que la fórmula 3 presenta una suavidad demasiado alta, la fórmula 5 una suavidad baja y la fórmula 4 presenta una suavidad mas similar a la de la referencia.

Nuevamente el segundo espesante utilizado en la fórmula 4 en conjunto con la lecitina de soya presentó mejores resultados que el primer espesante utilizado en las fórmulas 1 y 3.

Esto se puede corroborar con los resultados de textura de la fórmula 5 que en su formulación posee ambos espesantes en proporciones iguales, minimizando las diferencias de textura en comparación a la referencia.

Gráfica No. 2 Evaluación de textura por penetrometría



**3. Comparación de contenido de grasa sólida.** El contenido de grasa sólida nos indica como se comportarán los productos grasos a distintas temperaturas (Patterson, 1994). En este caso se midieron los porcentajes de grasa sólida a 10, 21.0, 26.7, 33.3 y 40.6 grados Celsius formando así la curva de sólidos característico para cada producto.

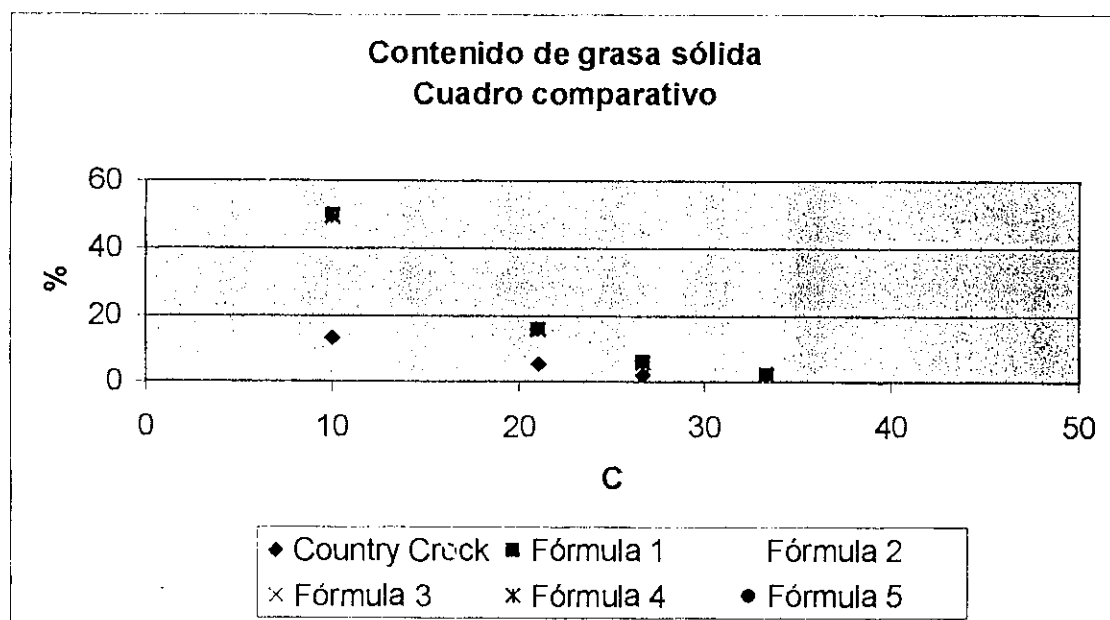
En la gráfica 3 se observa la curva característica de las 5 formulaciones realizadas y la de la referencia. Se aprecia que la tendencia descendente de las 5 formulaciones sigue a la de la referencia. Así mismo entre las 5 formulaciones no se aprecia diferencia alguna entre su contenido de sólidos a ninguna temperatura.

A 10 °C se presenta la brecha más grande del contenido de sólidos entre la referencia y las 5 formulaciones, siendo inversamente proporcional al aumentar la temperatura.

Estas diferencias se deben intrínsecamente a los distintos tipos de aceites usados en las formulaciones de las mazarinas, siendo así, soya hidrogenada el aceite usado en la elaboración de la referencia y aceite de palma y sus derivados fraccionados para las 5 formulaciones realizadas.

A 40.6 °C ninguna formulación ni la referencia presentan contenido de sólidos. Esto se debe a que a esa temperatura todos los ácidos grasos que en su estado natural son sólidos, tanto del aceite de soya hidrogenado como el de palma y derivados, se han fundido por completo y la fase grasa está 100% líquida.

Gráfica No. 3 Contenido de grasa sólida



**4. Formulaciones.** Para las formulaciones desarrolladas (ver anexos) se inició escogiendo los porcentajes de aceite de palma RBD, oleína y estearina (derivados fraccionados de palma) que siguieran una curva de sólidos descendente al aumentar la temperatura, igual que la minarina de referencia (ver gráfica 3) con la finalidad de conformar la base oleosa de la minarina.

Se realizaron cinco formulaciones en donde se probaron dos distintos tipos de almidones modificados a diferentes proporciones y en combinación entre los mismos, adicionando lecitina de soya en algunas. En la primera fórmula además se combinó con goma xanthan con la finalidad de observar si ejercía cierta sinergia con el primer tipo de almidón (mayor higroscópico) ayudando así al emulsificante a ligar toda el agua disponible y formar una emulsión estable. El resultado no fue satisfactorio al observar por penetrometría (ver gráfica 3) la dureza resultante por ambas, además de no formarse una emulsión adecuada por no tener suficiente agua disponible.

En la segunda fórmula se omitió la goma y se aumentó un 0.5% más del primer tipo de almidón con la misma finalidad de ligar el exceso de agua en la fórmula y la de corroborar los efectos no deseados de la goma observados en la fórmula 1. Nuevamente se presentó el problema de la dureza, aunque sí se formó la emulsión de aceite en agua por lo que se corroboró que la goma xanthan no es apta para la elaboración de este tipo de productos. Aunque se formó la emulsión se observó que ésta era inestable por lo que en la fórmula 3 se combinó con lecitina de soya.

La combinación de ésta logró una emulsión más fina y estable aunque de textura muy suave (ver gráfica 3).

Con estos resultados se probó el segundo tipo de almidón modificado (menos higroscópico) al mismo porcentaje de adición en la fórmula 4, para observar diferencias entre ambos y así determinar con cual se lograba una textura similar a la minarina de referencia.

Los resultados fueron satisfactorios ya que se logró una similitud en textura del 98% (ver gráfica 3), por lo que se define que el almidón que logra mejores texturas en la emulsión es el almidón con menos capacidad de retención de agua.

Por último, para corroborar los efectos del almidón menos higroscópico se combinó en la fórmula 5 los dos tipos de almidón en proporciones equitativas. Los resultados en textura muestran un valor intermedio entre las 5 formulaciones, definiendo así que el almidón más apto para la inclusión en la elaboración de estos tipos de productos es el menos higroscópico.

Por lo antes discutido y observado se determinó que la fórmula más apta para continuar con el proyecto era la número 4, por lo que las otras se descartan para el análisis proximal y vida de anaquel.

**5. Comparación de análisis proximal.** Se realizó un análisis proximal de la minarina referencia y de la formulación No. 4 ya que fue la fórmula que mejor cumple con las expectativas planteadas en los objetivos.

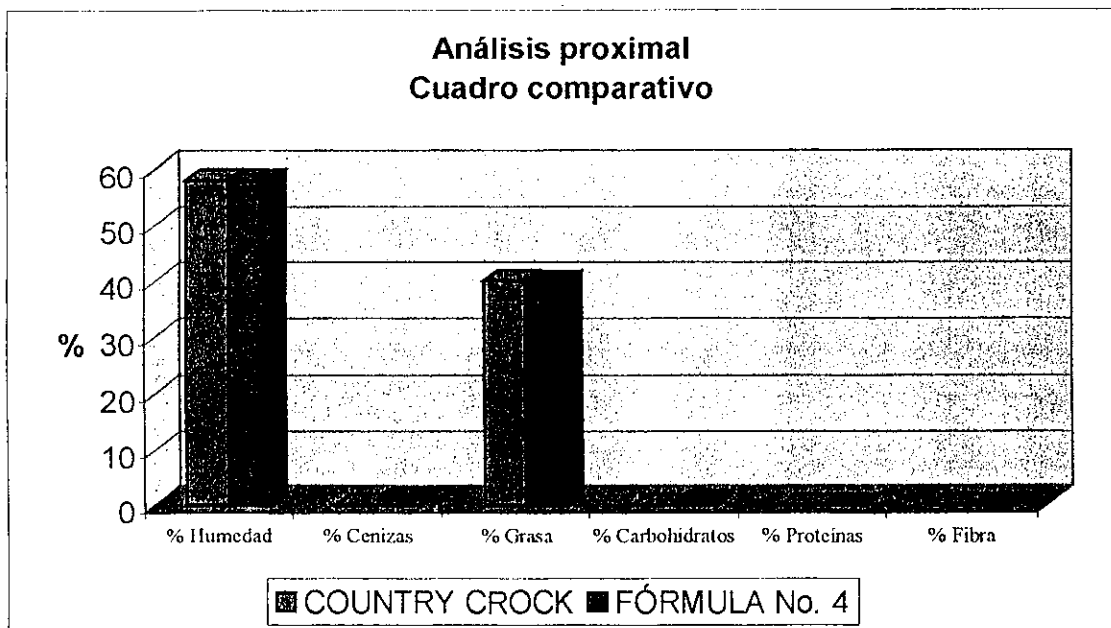
En la gráfica 4 se observan diferencias entre los resultados de la minarina de referencia y la formulación No.4, entre los que se encuentran lo siguientes:

- Porcentaje humedad: La humedad de la minarina de referencia es un 0.03% mayor. Esto es porque la misma no fue formulada con agentes espesantes, sino que se

reforzó la emulsión con distintas clases de emulsificantes, corroborándose así por su bajo nivel de cenizas, en comparación con la formulación 4 que posee un espesante que atrapa el agua del medio y disminuye el porcentaje de la misma a la hora de su análisis.

- Porcentaje cenizas: La fórmula 4 presenta un nivel más alto de cenizas debido a que gran parte de éstas es el espesante contenido para su elaboración, al contrario de la minarina de referencia la cual no tiene ni declara la adición de estos agentes estabilizantes.
- Porcentaje aceite: El resultado obtenido era de esperarse ya que se formuló con 40% de grasa, siempre existe un nivel de incertidumbre aceptable, en el cual se sitúa el resultado obtenido.
- Porcentaje carbohidratos: “Un almidón posee carbohidratos” (Hui, 1996) por lo que lógicamente al agregar en la fórmula 4 este tipo de materia prima para su elaboración, resultará en el análisis un porcentaje más alto que un producto que no lo contenga.
- Porcentaje proteínas: El nivel de proteínas en la fórmula 4 es casi nulo. Estas pocas pueden provenir del aceite de palma en sí y no de ningún otro ingrediente.

Gráfica No. 4 Análisis proximal



**6. Perfil de ácidos grasos e índices de yodo.** Se realizó un perfil de ácidos grasos a la fase grasa extraída de la minarina de referencia con la finalidad de corroborar que esta elaborada con soya hidrogenada, como lo declara la etiqueta de ingredientes del producto.

Un alto contenido de ácido linoleico y un alto nivel de índice de yodo caracterizan a los productos elaborados con aceite de soya (S. Kirk; S. Sawyer y H. Egan, 1999), por lo que se puede corroborar que el aceite usado en la elaboración de la minarina de referencia es de soya, al poseer más del 45% de ácido linoléico (ver anexos).

El aceite de soya posee un índice de yodo (Wijs) entre 120 y 143 (S. Kirk; S. Sawyer y H. Egan, 1999), y el resultado obtenido en los análisis resulta ser de 110.64. Esta disminución era de esperarse ya que un cierto porcentaje está saturado por hidrogenación y este método lo que mide son las insaturaciones.

Por tales razones las 5 fórmulas desarrolladas poseen un bajo índice de yodo ya que están realizadas a base de aceite de palma y sus derivados fraccionados que presentan un índice de yodo entre 51 y 56 (S. Kirk; S. Sawyer y H. Egan, 1999).

#### **A. Análisis nutricional producto Final (minarina fórmula 4)**

- Grasa: Después de realizar la determinación de grasa del producto final (ver métodos y análisis) se encontró que ésta es de 39.9%, lo cual significa que una porción de nuestra minarina (14 gramos) aportaría aproximadamente 5.5 gramos de grasa. En la tabla nutricional se colocan 5 gramos ya que a la hora del análisis o control los rangos van desde 4.5 a 5.5 que está cumpliendo con la legislación (RTCR 135:2002).

Este resultado era de esperarse ya que es una margarina baja en grasa y se corrobora la misma ya que “una margarina regular con 80% de grasa aporta alrededor de 11 gramos por porción universal” (Hui, 1996).

- Colesterol: Se puede declarar que una porción de nuestra margarina no aporta ninguna cantidad de colesterol ya que está realizada con aceite vegetal el cual no aporta colesterol en sí por su naturaleza (Mehleingacher, 1960).

- Fibra y sodio: No contiene ni fibra ni sodio ya que no posee en su formulación ingredientes que aporten tal efecto.

- Carbohidratos: Los carbohidratos se calcularon teóricamente y por diferencia proximal (el método será descrito en el anexo). Se determinó que estos constituyen un 0.74% en el producto final, lo cual se traduce a menos de medio gramo en una porción de 14 gramos. Estos provienen netamente del espesante, el cual es un almidón conteniendo en sí una cuarta parte de los mismos (Desrosiere, 1977).

- Proteína: Después de realizar la determinación de proteína del producto final (ver métodos y análisis) se encontró que ésta es de 0.001%, lo cual significa que una porción de nuestra margarina (14 gramos) no aportaría ningún valor proteico a la ingesta diaria.

- Calorías: Las calorías se calcularon por medio del método de fórmula (ver anexos). Las mismas en el producto terminado dan un 0.40% mas que la margarina de referencia. Este incremento es debido a la adición del almidón como espesante dando estas calorías extras.

## B. Vida de anaquel.

Según los resultados obtenidos durante las 15 semanas que se monitoreó microbiológicamente el producto final y la minarina de referencia a una temperatura no mayor de 4 °C se tiene:

- El producto final (fórmula 4) presenta una estabilidad microbiológica adecuada. Aunque el almacenamiento del producto se encuentra en la zona segura microbiológicamente hablando (Desrosiere, 1977), son varios productos que aún en temperaturas de refrigeración no presentan esta estabilidad microbiológica.
- El preservante utilizado en la formulación del producto final contribuye a la estabilidad antes mencionada.
- La minarina de referencia mostró un conteo microbiano inicial y se incrementó en las últimas dos semanas. Esto se dio ya que la muestra analizada se encontraba en el mercado desde meses atrás por lo que era de esperarse encontrar una mínima actividad microbiana.

## X. CONCLUSIONES

1. La hipótesis se acepta ya que sí es posible realizar una margarina baja en calorías, o minarina a base de aceite de palma y sus derivados fraccionados (oleica y estearina).

2. De las 5 formulaciones realizadas la que se escogió como producto final fue la formulación 4, ya que es la que se apega mejor a los objetivos planteados.

3. La minarina desarrollada presenta una mínima cantidad de carbohidratos en comparación de la minarina de referencia (Country Crock). Esto por la adición de almidón en la realización de la misma.

4. La minarina desarrollada presenta un aumento de 0.4% de calorías por porción en comparación de la minarina de referencia (Country Crock), estas provenientes de los carbohidratos presentes en la minarina en mención.

5. Microbiológicamente la minarina desarrollada presenta una estabilidad en condiciones de almacenaje regular (no mayor de 4 °C), al no presentar ningún crecimiento de microorganismos.

6. El índice de yodo y la curva de sólidos son las diferencias más apreciables entre la minarina desarrollada y la referencia, dadas intrínsecamente por los tipos de aceites utilizados para sus fabricaciones.

## **XI. RECOMENDACIONES**

1. Como seguimiento a este proyecto se recomienda realizar formulaciones con menos porcentajes de grasa con el fin de encontrar el punto máximo de sustitución de agua por aceite lográndose una emulsión con características similares a las minarinas con un 40% de grasa.
2. Realizar comparaciones de textura entre el producto final desarrollado elaborado en este trabajo y otra elaborado con equipo industrial para así observar las limitante por equipo.

## XII. BIBLIOGRAFÍA

- 1) Destrosiere, N. 1977, *Elementos de tecnología de alimentos*. Avi publishing company Inc. España.
- 2) Grimaldi, L. 1998, *Prodigan aceite y clorofila*. Reportaje de Prensa Libre, Domingo 26 de julio, Guatemala.
- 3) Hartley, C. 1967, *The palm oil*. Logmans Green and company ltd. New York.
- 4) Hui, Y.H. 1996. *Bailey's Industrial oil and fat products*. 5ta ed. Volumen 3. Wiley Interscience publication. New York.
- 5) Journal of the American Oil Chemists' Society. Processing of palm and coconut oils. vol.62, No.2 febrero 1985.
- 6) Mehlgacher V. 1960, *Análisis de grasas y aceites*. Garrard press. Estados Unidos.
- 7) Patterson H. 1994, *Hydrogenación de grasas y aceites*. AOCS Press. Estados Unidos.
- 8) Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives, International Union of Pure and Applied Chemistry , 7<sup>th</sup> edition, Blackwell Scientific Publications, 1987, IUPAC Method AOCS Ca 5a-40.
- 9) Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives, International Union of Pure and Applied Chemistry , 7<sup>th</sup> edition, Blackwell Scientific Publications, 1987, IUPAC Method AOCS Cc 2-38.

- 10) Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives, International Union of Pure and Applied Chemistry , 7<sup>th</sup> edition, Blackwell Scientific Publications, 1987, IUPAC Method AOCS Cd 1-25.
- 11) Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives, International Union of Pure and Applied Chemistry , 7<sup>th</sup> edition, Blackwell Scientific Publications, 1987, IUPAC Method AOCS Cd 8-53.
- 12) Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives, International Union of Pure and Applied Chemistry , 7<sup>th</sup> edition, Blackwell Scientific Publications, 1987, IUPAC Method AOCS Cd 16-81.
- 13) Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives, International Union of Pure and Applied Chemistry , 7<sup>th</sup> edition, Blackwell Scientific Publications, 1987, IUPAC Method AOCS Ce 1-62.
- 14) Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives, International Union of Pure and Applied Chemistry , 7<sup>th</sup> edition, Blackwell Scientific Publications, 1987, IUPAC Method AOCS CC 16-60.
- 15) Surre, C., Ziller, R. 1969, *La palmera de aceite*. Editorial Blume. Madrid.
- 16) S. Kirk; S. Sawyer y H. Egan. 1999. *Composición y Análisis de Alimentos de Pearson*. Editorial Continental S.A. México.
- 17) Thomas, H. 1993, Proceedings of the world conference on oilseed technology and utilization. Aocs Press. Illinois.

### XIII. ANEXOS

#### A. Cálculo del porcentaje de carbohidratos:

Conociendo los resultados del análisis proximal de la minarina desarrollada se calcula los carbohidratos por diferencia, de la siguiente manera:

$$\% \text{ Carbohidratos} = 100 - (\% \text{ humedad} + \% \text{ cenizas} + \% \text{ grasa} + \% \text{ proteína} + \% \text{ fibra})$$

Sustituyendo:

$$\% \text{ Carbohidratos} = 100 - (58.15 + 1.11 + 39.9 + 0.001 + 0) = 0.74\%$$

#### B. Cálculo de calorías de minarinas

Conociendo los resultados completos del análisis proximal tanto de la minarina desarrollada como de la referencia, se calcula por fórmula de la siguiente manera:

Calorías X gramo:

$$[(\% \text{ carbohidratos} \times 17) + (\% \text{ proteínas} \times 17) + (\% \text{ grasa} \times 37)] \times 100 \text{ kcal/419 KJ}$$

Calorías X porción:

$$(\text{Calorías X gramo}) \times 14$$

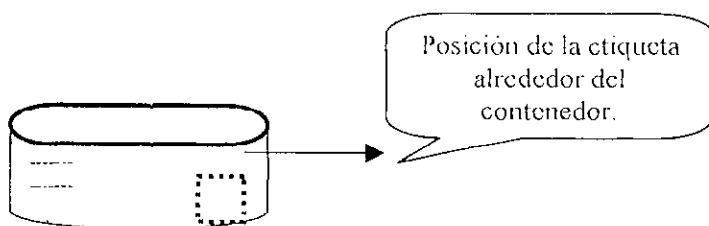
Sustituyendo para la minarina de referencia:

$$(40.18 \times 37) \times 100 \text{ Kcal/419 KJ} = 3.55 \text{ Kcal} \times 14 = 49.67 \text{ Kcalorías por porción}$$

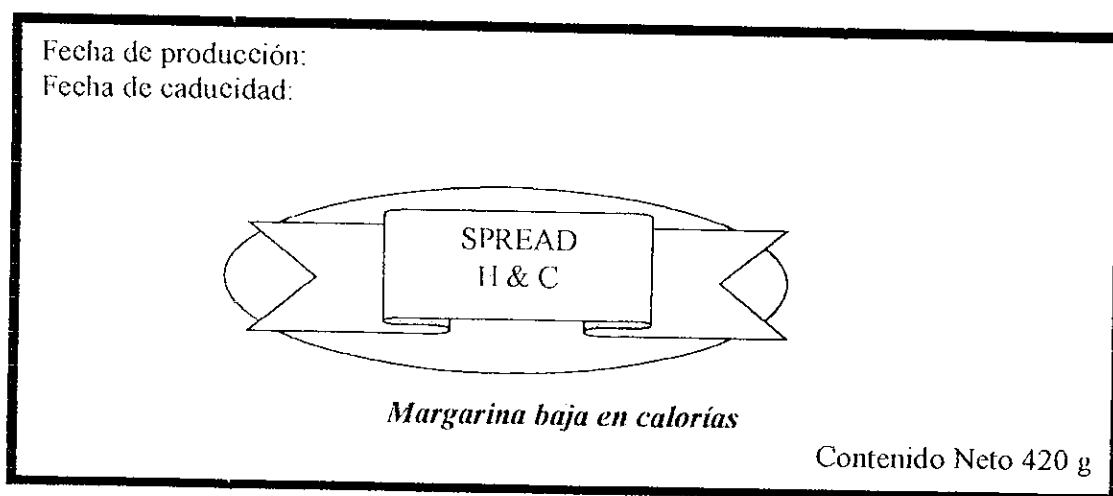
Sustituyendo para la minarina desarrollada:

$[(0.74 \times 17) + (39.9 \times 37) \times 100 \text{ Kcal}/419 \text{ KJ}] = 3.56 \text{ Kcal} \times 14 = 49.87 \text{ Kcalorías por porción.}$

### C. Diseño de Empaque de la minarina Desarrollada



## 1. Etiqueta frontal



## 2. Etiqueta posterior

Ingredientes: Agua, aceite vegetal (aceite de palma), Almidón modificado, sal, lecitina de soya, emulsificante de monoglicéridos, colorante natural de innato, sorbato de potasio como preservante, ácido cítrico como regulador de acidez y sabor artificial a mantequilla.

Producto centroamericano hecho en Guatemala por Corporación H & C. 28 calle 5-78 Z.21.

Teléfono: 2258-0876

Registro Sanitario, Guatemala Reg. D.G.R.V.C.S-DRCA No. B-1212.

Código Barras //

**TABLA NUTRICIONAL**

Tamaño de porción: 14 g  
Porciones x empaque: 30  
Calorías 50

<b>Cant. X porción</b>	<b>% VD*</b>
Grasa Total 5 g	8%
Sodio 0 g	0%
Fibra 0 g	0%
Colesterol 0 mg	0%
Total de Carbohidratos 0.1 g	18.75%
Proteína 0 g	

\* % Valor Diario basado en una dieta de 2000 calorías.

**D. Especificaciones sobre los almidones modificados usados en las formulaciones**

<b>Característica</b>	<b>Espesante 1</b>	<b>Espesante 2</b>
Humedad (%)	3.80	10.40
pH	5.30	6.40
Viscosidad Retención	2700 BBU	720 BBU
Std. Plate Count (g)	20	360
Coliformes	< 10	< 10

**E. Cromatografía de la minaríau de Referencia**

file : CONTRY01.D01  
an : 01

NAME: CONTRY CROC

ALEXANDER GOMEZ  
Type : Sample

Report : 14:55:18 Sep 09 2004 Method : ISOTHERM ( 03/11/02 Sep 09 2004 )

Injection: 1.00000e+0

NORMALIZATION ( AREA )

k #	RT	Name	Area	Area %	Expct GRP
1	31.618	CAPRICO			21.000
		LAURICO			24.000
		MIRISTICO			25.000
		MYRISTOLEICO			30.000
		PALMITICO	3922916	12.9605	32.000
		PALMITOLEICO			35.000
		MARGARICO			36.000
		MARGAROLEICO			41.000
2	42.335	ESTEARICO	2053027	6.7885	43.000
3	46.518	Isomero	20865	0.0954	
4	46.847	Isomero	66237	0.2190	
5	47.380	Isomero	7215337	23.8501	
6	48.008	OLEICO	1090216	3.5710	46.000
7	48.608	Isomero	415889	1.3752	
8	56.418	LINOLEICO	14728244	48.0936	58.000
9	69.437	LINOLENICO	734527	2.4288	71.000
		BEHENICO			75.000
		GADOLEICO			76.000
		ERUCICO			77.000
		ARAQUIDICO			78.000

(CONTRY01.D01) .00

