



PRÁCTICA DE DETERMINACIÓN ANALÍTICA II



MATERIA GRASA

La comercialización de oleaginosas se realizaba en épocas pasadas por simple observación de la calidad exterior ejemplo de ello es el girasol. Su comercialización se hacía sobre la base del rendimiento de pepita, donde era común una gran discordancia entre el aceite y la pepita.

El rendimiento de aceite de un grano está condicionado a dos factores principales, al medio, suelo y clima y el factor hereditario de calidad que hace a ciertos cultivares más rendidores que a otros.

Debe considerarse que en gran parte los fitotécnicos y agricultores con la aplicación de este método se ven incitados a producir más kilos de aceite por hectárea en lugar de más quintales de semilla oleaginosa.

Para aplicar bases más racionales y ajustar el precio a la real calidad se creó una Comisión Mixta de Estudios para la Comercialización de Semillas y Frutos Oleaginosos presidida por la Secretaría de Agricultura de la Nación.

El principal obstáculo era la falta de un método de análisis práctico para operar con una gran cantidad de muestras. Los métodos más conocidos respondían a tres principios: por extracción con solvente BUTT, Twisselmann, Métodos refractométricos, y métodos eléctricos o magnéticos.

METODO PATRON

• **BUTT:**

Definición:

Es el valor que indica la cantidad de aceites y compuestos grasos extractables presentes en 100 grs. de muestra seca y limpia, obtenida según el método BUTT o por cualquier otro método que de resultados equivalentes.

Cabe aclarar que en todas las reglamentaciones se habla de materia grasa y no de aceite, ello es debido a que en la extracción con solventes se arrastran ceras.

El solvente que se utiliza es el hexano que debe cumplir con requisitos indispensables para su uso.

Objetivo:

Determinar la concentración total de materia grasa.

Fundamento:

Determinación de materia grasa por extracción con solvente sobre muestra limpia.

Aparatos:

- Equipo extractor Butt (según especificación AOCS Aa4-38), con calentamiento eléctrico que asegure un goteo constante de CIENTO CINCUENTA (150) gotas por minuto del solvente a usar.
- Estufa con circulación forzada según especificación AOCS H1 - 39.
- Molinillos eléctricos a cuchilla horizontal, de VEINTIDOS MIL (22.000) a VEINTICUATRO MIL (24.000) r.p.m.
- Zarandas de VEINTE CENTIMETROS (20 cm) de diámetro con orificios circulares de DOS MILIMETROS (2 mm) de diámetro.
- Papel de filtro Whatman G.P. de QUINCE CENTIMETROS (15 cm) de diámetro o equivalente.
- Balanza que pese con una precisión de +/- CERO COMA CERO UN GRAMO (0,01 g).
- Material de vidrio: Conjunto extractor Butt (según especificación AOCS Aa4-38)

Reactivos:

- Hexano normal fracción SESENTA Y DOS/SESENTA Y OCHO GRADOS CENTIGRADOS (62/68° C) uso técnico.

Procedimiento:

- Homogeneizar y pesar aproximadamente TREINTA GRAMOS (30 g) de muestra libre de cuerpos extraños obtenida por cuarteo.
- Moler en el molinillo de cuchilla horizontal, de manera tal que no menos del NOVENTA Y NUEVE POR CIENTO (99 %) pase a través de una zaranda que posea orificios circulares de DOS MILIMETROS (2 mm) de diámetro.



- Homogeneizar y pesar CINCO GRAMOS (5 g) +/- CERO COMA CERO UN GRAMO (0,01 g) del material molido, incluido el máximo de UNO POR CIENTO (1 %) sobre zaranda (2.4.2).
- Pasar cuantitativamente a una hoja de papel de filtro y hacer el cartucho según especificación AOCS Aa4-38.
- Pesar inmediatamente la muestra molida para determinar la humedad de referencia (H) según se consigna en el punto
- Colocar el cartucho en el conjunto extractor Butt, cuyo matraz ha sido previamente tarado.
- Agregar aproximadamente CINCUENTA MILILITROS (50 ml) de hexano normal y extraer durante el tiempo indicado, según el grano:

- **Girasol:** 2 horas
- **Maní:** 4 horas
- **Colza:** 5 horas
- **Cártamo:** 2 horas
- **Soja:** 6 horas
- **Lino:** 8 horas

- Finalizada la extracción, evaporar hasta que la mayor parte del solvente haya sido eliminada. Llevar a estufa con circulación forzada, a CIENTO TREINTA GRADOS CENTIGRADOS (130° C) durante UNA HORA (1 h).
- Enfriar a temperatura ambiente y pesar.

Cálculo:

CALCULO % MATERIA GRASA (S.S.H)

CALCULO % MATERIA GRASA (S.S.H)

$$\frac{M2 - M1 \times 100}{\text{grs}}$$

M1= tara del matraz

M2= tara del matraz + aceite

Determinación de la humedad de referencia:

Homogeneizar y pesar aproximadamente DIEZ GRAMOS (10 g) +/- CERO COMA CERO UN GRAMO (0,01 g) de muestra molida, en cápsula de aluminio previamente tarada; inmediatamente después de efectuar la pesada para la extracción de la materia grasa.

Llevar a estufa a CIENTO CINCO (105) +/- DOS GRADOS CENTIGRADOS (2° C) durante el tiempo indicado según el grano:

Girasol	1 1/2 horas	Maní	3 1/2 horas
Colza	2 horas	Cártamo	1 1/2 horas
Soja	2 horas	Lino	2 horas

Retirar de la estufa, tapar inmediatamente, enfriar en un desecador hasta temperatura ambiente y pesar.

Cálculo:

$$\% \text{ Mat. Grasa S.S.S} = \frac{\% \text{ Mat grasa S.S.H} \times 100}{100 - H_i}$$

Cálculo de materia grasa sobre sustancia seca y limpia (s.s.s y limpia).

Los análisis se realizan por duplicado, se expresan con un decimal y la diferencia analítica entre los duplicados no debe superar el 2%. Si así ocurriera debe realizarse nuevamente el análisis.

METODO RAPIDO

También se puede extraer la materia grasa a través de métodos rápidos como es RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR (RMN) siempre que este calibrado con el método patrón.

Es un equipo alemán Bruker agilizará el análisis de las semillas. En principio, medirá el porcentaje de materia grasa en el girasol. Se trata de un multianalizador de semillas con resonancia magnética nuclear de marca Bruker, modelo The Minispec, que contiene un sistema estándar para determinar simultáneamente los contenidos de materia grasa y humedad en semillas como girasol, soja, maní, colza y demás oleaginosas.

La determinación del porcentaje de materia grasa en el girasol es clave para fijar su precio, ya que cada punto porcentual por encima del 42 % le genera al productor una bonificación del 2 % sobre el precio. Con las nuevas semillas modificadas se alcanzan porcentajes muy superiores al 42 %, por lo que hay mucho dinero en juego.

Por ejemplo, hay abundantes muestras que dieron 54 % de materia grasa, lo que significó una bonificación de 24 % sobre el precio.

Es por esto que la calibración del equipo -que trabaja conforme a los métodos AOCS e ISO y con tubos portamuestra de 40 milímetros de diámetro- requiere un cuidado muy especial.



Bruker.

DETERMINACIÓN DE LA MATERIA GRASA EN OLEAGINOSAS

Camuzzi & Chini SH
Contribución a la alimentación humana y animal

