

DICME
3506

3 ABO. 1981

FECHA DE DEVOLUCION

El último sello marca la fecha tope para ser devuelto este libro.

Vencido el plazo, el lector pagará 5.00 peso por cada día que pase.

(11-013)

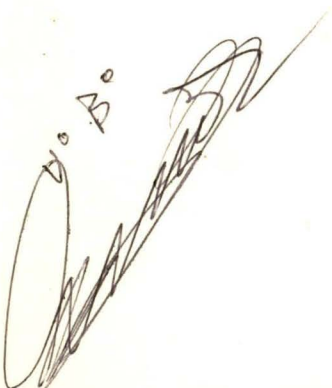
~~22 ABR. 1982~~

~~27 MAR. 1989~~

~~15 ENE. 1990~~

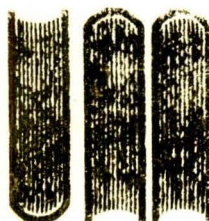
~~17 FEB. 1990~~

~~26 FEB. 1990~~

Do Bo


UNIVERSIDAD DE MONTERREY

DIVISION DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS



UNIVERSIDAD
DE MONTERREY

Clasif.
040.54
6245d
1981
c.1

LICENCIATURA EN QUIMICA CON ESPECIALIDAD
EN QUIMICA INDUSTRIAL

Título:

DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICO DEL
PROPILO GALATO COMO ANTIOXIDANTE

SEMINARIO DE EVALUACION FINAL

Autor: PATRICIA GARZA DIAZ

MONTERREY, N. L. *folio* 801316 MAYO DE 1981

BIBLIOTECA
UNIVERSIDAD DE MONTERREY

UNIVERSIDAD DE MONTERREY

DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DEL PROPIL GALATO
COMO ANTIOXIDANTE.

A MIS PADRES
CON CARÍÑO

INDICE

	Página.
I) INTRODUCCION	1
II) MATERIALES Y METODOS	3
a) Curva de Calibración	5
b) Tabla de Resultados	9
c) Corrección Matemática	12
d) Error de la Curva	16
e) Muestras Escogidas	19
III) DISCUSION	22
IV) CONCLUSION	23
V) RESUMEN	24
VI) BIBLIOGRAFIA	25

INTRODUCCION

Los alimentos en su mayoría, están constituidos por proteínas carbohidratos y grasas, y una de las causas que puede provocar la descomposición de los alimentos es la deterioración de dichas grasas, debido a una beta-oxidación, causada por las enzimas del grupo de las hidrolasas y oxidasas que contiene el aceite vegetal. Estas originan una insaturación en el carbono beta, introduciéndose luego una molécula de agua y otra de oxígeno, produciendo un ácido con dos carbonos menos y ácido acético, además de un olor desagradable. Esto es conocido como rancidez.

Muchos compuestos químicos en la actualidad son utilizados para ayudar a la preservación de los alimentos, ya sea como protección al sabor, textura y algunas otras propiedades y como consecuencia, existen compuestos químicos específicos, para ayudar a productos que debido a su procesamiento o a su contenido en grasa, sufran descomposición por enranciamiento. Estos compuestos, son llamados antioxidantes. Existen varios tipos diferentes, uno de ellos son del tipo fenólico como los orto o para difenoles o aquellos que posean una configuración electrónica similar, ejemplo de ellos son: hidroxil anisol butilado (BHA), propil galato, etc. Otro tipo de antioxidante son los compuestos del tipo no fenólico como por ejemplo, el ácido ascórbico. Por último están los compuestos que conjuntamente con el antioxidante mejoran la efectividad de éste, por ejemplo está el ácido cítrico.

En éste trabajo se va a realizar la determinación de un antioxidante, el propil galato, el cual es utilizado esencialmente en aceites y grasas comestibles. Se determinará su presencia al igual que su concentración, utilizando productos que contengan ácidos grasos, y por lo cual pudiera contener dicho antioxidante. Los productos escogidos fueron: aceites comestibles, enlatados de atún, pescado y productos en escabeche.

MATERIALES Y METODOS

Se coloca en un embudo de separación 10 gr de aceite con 25 ml de metanol y se agita durante un minuto, se separa la capa metanólica y se añade a la capa del aceite 20 ml de metanol haciendo lo mismo que la extracción anterior, éste es para extraer el propil galato - del aceite, se juntan las dos capas metanólicas y se llevan a baño de 45°C durante dos minutos aproximadamente, se afora a 50 ml y se le añade 1 gr de carbonato de calcio, para neutralizar la solución, luego se filtra y a 10 ml del filtrado se le añade 1 ml de acetona, para formar un solvente mixto en el cual se pueda llevar a cabo la

reacción, y 10 mg de sulfato ferrosoamónico, el cual reaccionará -- con el propil galato, se agita y se deja reposar durante 15 min. Si se encuentra presente el propil galato, aparece en la solución un color azul intenso (con tendencia a morado), que se lleva al espec-trofotómetro en este caso un Coleman Junior II-26.

Es necesario obtener una solución cristalina para poder llevarse al aparato y estar de acuerdo con la curva de calibración que se describirá más adelante, por lo tanto, cuando no se forme una solución clara después de añadir el carbonato de calcio y filtrarse, sino que -- aparezca opaca, será necesario efectuar las extracciones con éter de petróleo, siguiendo la misma secuencia que con el metanol y después seguir con las capas etéreas el procedimiento normal.

El blanco que se utilizará para calibrar el aparato, se prepara si-- guiendo el mismo método. Se le hará la extracción a una muestra y -- se le añadirá el metanol, el carbonato de calcio y la acetona según el procedimiento descrito anteriormente, pero sin añadir el sulfato ferrosoamónico.

Es necesario hacer notar que el sulfato ferrosoamónico es inestable, ya que se oxida fácilmente, y para evitar la oxidación lo menos posible, se pulveriza y se guarda en un pesafiltro en un desecador pre-- ferentemente.

CURVA DE CALIBRACION.

Para obtener la curva de calibración, se efectuó un barrido con el - espectrofotómetro, para comprobar la longitud de onda óptima. Para hacerlo se probó la solubilidad del propil galato en ácido oléico y resultó experimentalmente muy baja, aunque teóricamente el propil ga lato es soluble en aceite de un .5 a 1 por ciento a 77-122 °F. Por lo tanto se hicieron soluciones metanólicas directamente.

Se disolvieron 2 mg de propil galato en 25 ml de metanol y se siguió con el procedimiento normal.

Se escogió ésta cantidad de propil galato, debido a que el peso permitido de éste en los alimentos, es de .02 por ciento en base al peso del aceite, y como la muestra que se utilizará en el método será de 10 gr de aceite, el .02 por ciento son 2 mg de propil galato.

Se leyó la muestra en el aparato y los resultados se muestran en la tabla I y en la figura I.

LONGITUD DE ONDA	TRANSMITANCIA %	ABSORBANCIA (-log T)
480	57.5	.2403
500	51	.2924
520	46	.3372
540	43	.3665
560	41	.3872
580	40.5	.3925
600	41.5	.3819
620	43	.3665
640	47	.3269
660	51	.2924
680	56	.2518

RESULTADOS DEL BARRIDO EN EL ESPECTROFOTOMETRO

TABLE I.

ABSORBANCIA

0.0169

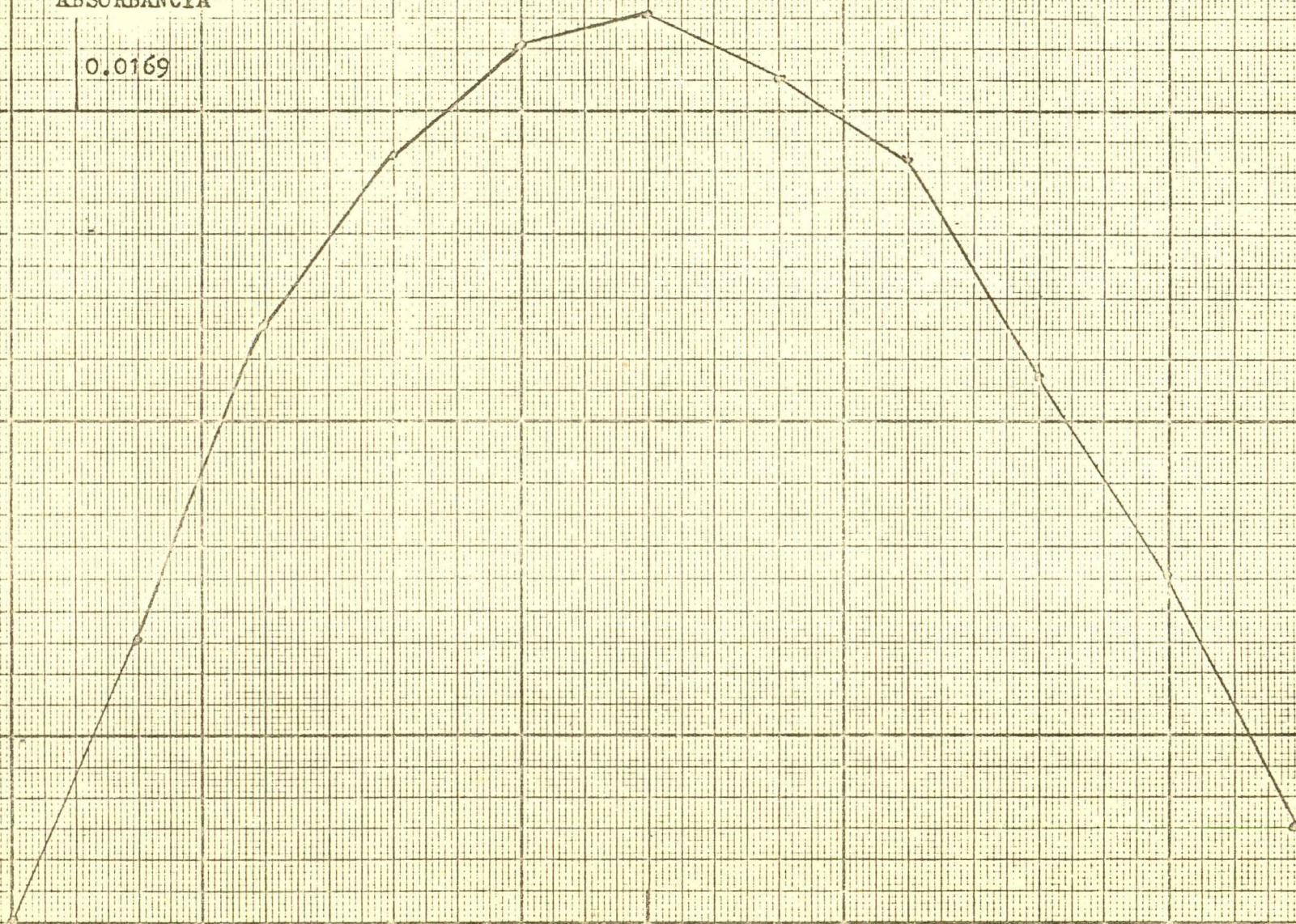
FAFRIDO EN EL ESPECTROFOTOMETRO

Figura 1

580 nm

20

LONGITUD DE ONDA (nm)



Por lo tanto, después de graficar, se ve claramente que la longitud de onda óptima es de 580 nm.

Para obtener la curva de calibración se hicieron las siguientes - - pruebas de estabilidad de reacción.

Se varió el tiempo y se leyó con dos muestras de diferente concentración. Los resultados se muestran en la tabla 2.

T A B L A 2.

RESULTADOS DE LA PRIMERA PRUEBA DE ESTABILIDAD.

Tiempo de reacción	mg de propil galato	
	.1 mg %T	3 mg %T
15 min	83.1	20.5
30 min	82.1	10.9
45 min	81.9	9.5
1hr	81.5	9.1
1hr 15 min	81.5	9.0
1hr 30 min	83.0	20.0
1hr 45 min	82.5	19.0
2hrs	80.5	18.0
2hrd 15 min	79.9	17.0

Esto indicó una estabilidad aceptable desde los 15 min de reacción. Para comprobación se efectuó otra prueba, pero ahora con una misma concentración y diferentes muestras. Los resultados se muestran en la tabla 3.

T A B L A 3

RESULTADOS DE LA SEGUNDA PRUEBA DE ESTABILIDAD

Tiempo de reacción	3 mg de propil galato % transmitancia			
	msta 1	msta 2	msta 3	msta 4
5 min	56	32	32	52
10 min	38.5	29.7	30.5	40
15 min	29.9	26.5	28	30

Comparando los resultados, se ve una gran inestabilidad de la reacción a los 5 y 10 minutos, mientras que la estabilidad comienza a los 15 minutos mínimo, por lo tanto todas las muestras fueron tomadas a este tiempo.

TABLA DE RESULTADOS

Como se dijo antes, la concentración permitida de propil galato es de 2 mg, por lo tanto se escogieron las siguientes concentraciones para obtener la curva de calibración en un rango de 20-90 %T - - - aproximadamente. Los resultados se muestran en la tabla 4, y en la figura 2.

tiempo : 15 min		concentración de propil galato en mg						
	Lectura	.1	.3	.5	1	1.5	2	3
%	1	87	79	58.5	65	52	39.5	29.9
	2	87.5	79	76	58	48	49	26.5
	3	87	77.5	75.9	55	48	40	28
	4	87	77.1	75.5	55	59	55	30
	5	93	79.5	75	50	56.5	38.5	19.5
	6	93	87	68	52	47.5	29	40
	7	94	86	68	49	45.9	38	27
	8	95	87	68	53.2	50	33	16
	9	87	86.5	68	54	47	35	19.1
	Promedio	90.05	82.06	70.32	54.57	50.43	39.66	26.22
Absorbancia	.0455	.0858	.1529	.2630	.2973	.4016	.5813	

RESULTADOS DE LA CURVA DE CALIBRACION

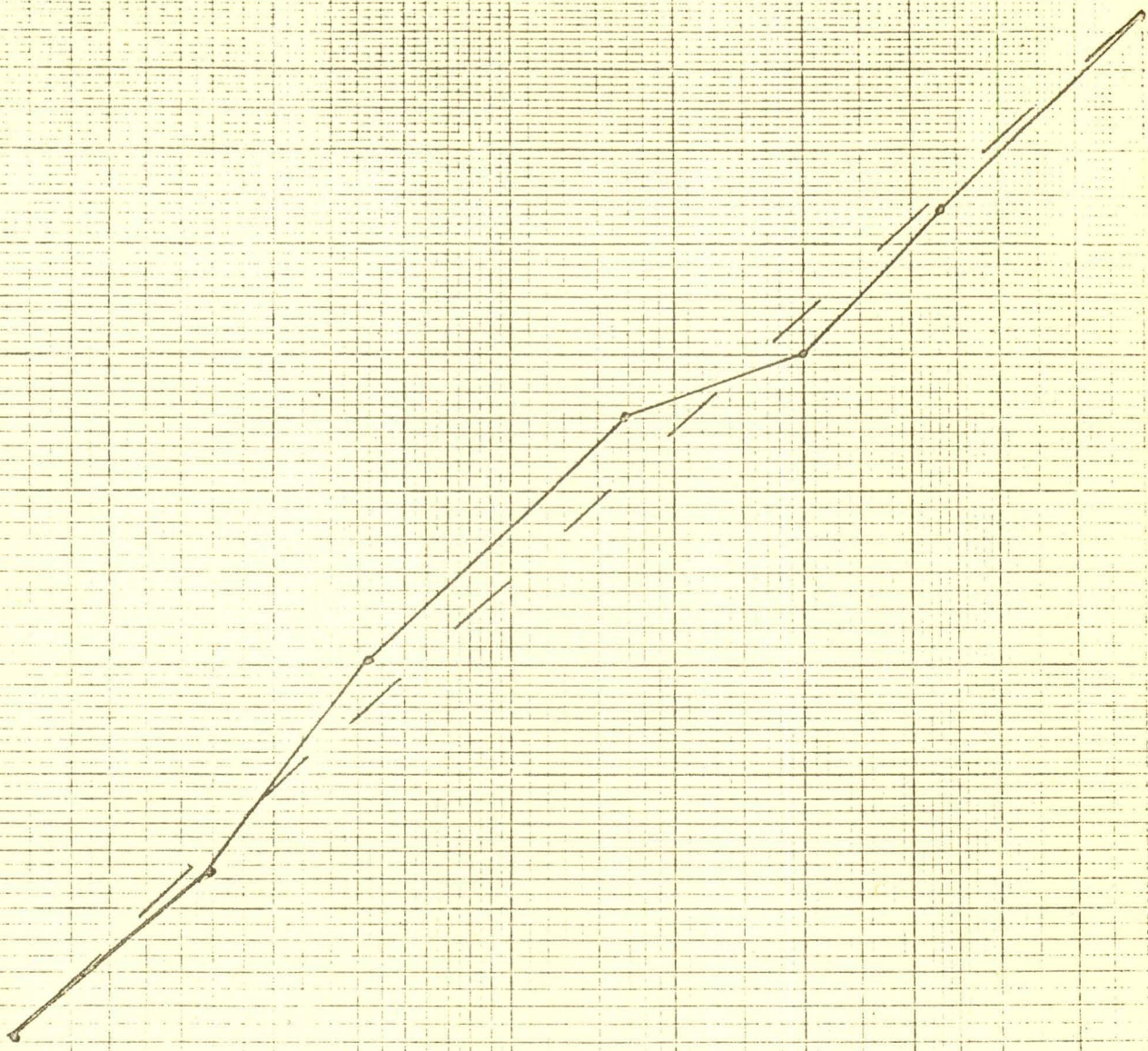
T A B L A 4

figura 2

CURVA DE CALIBRACION

075

ABSORREANCIA



LOGARITMICO 1 X 1 CYCLES

↔
0.375

CONCENTRACION
PROPILO GALATO

Se comprobará primer si la curva sigue una relación lineal o cuadrática. En las tablas se empezarán a dar los cálculos matemáticos.

TABLA 5. CALCULOS.

Absorbancia (y)	Concentración (x) mg	x^2 (w)	y^2	xy	w^2	wx	
.0455	.1	.01	.00207	.00455	.0001	.0010	
.0858	.3	.09	.00736	.02574	.0081	.027	
.1529	.5	.25	.02337	.07645	.0625	.1250	
.2630	1	1	.06916	.2630	1	1	
.2973	1.5	2.25	.08838	.44595	5.0625	3.375	
.4016	2	4	.16128	.8032	16	8	
.5813	3	9	.33790	1.7439	81	27	
sumatoria	1.8274	8.4	16.6	.68956	3.36279	103.1332	39.5280
promedio	.2610	1.2	2.3714				

Se sacará el coeficiente de correlación (r) y quien se aproxime más a 1 será la relación más cercana.

Relación lineal.

$$r = \frac{SP_{xy}}{(SC_x SC_y)^{\frac{1}{2}}}$$

SP= suma de productos

SC= suma de cuadrados

$$SP_{xy} = \text{Sum}xy - \bar{X} \text{Sum}.y = 1.16991$$

$$SC_x = \text{Sum}.X^2 - \bar{X}\text{Sum}.x = 6.52$$

$$SC_y = \text{Sum}.y^2 - \bar{y}\text{Sum}.y = .2125041$$

° ° $r = .9939053$ muy próxima a 1

Relación cuadrática.

$$r = \frac{SP_{wx}}{(SC_w SC_x)^{\frac{1}{2}}}$$

$$SP_{wx} = \text{Sum}.wx - \bar{w} \text{Sum}.x = 19.6082$$

$$SC_w = \text{Sum}.w^2 - \bar{w} \text{Sum}.w = 63.76796$$

$$SC_x = \text{Sum}.x^2 - \bar{x} \text{Sum}.x = 6.52$$

Sustituyendo $r = .9616$

° ° se concluye que la curva sigue una relación lineal, ya que se aproxima más a 1.

Siguiendo una relación lineal se corregirán ahora los puntos de --
transmitancia de la curva de calibración original.

$$y = b_0 + bx$$

y = absorbancia

x = concentración de propil ga
lato.

$$b = \frac{SP_{xy}}{SC_x} = .179432$$

$$b_0 = \bar{y} - b\bar{x} = .04568$$

Entonces la ecuación de la recta queda de la siguiente manera.

$$y_n = .04568 + (.179432) x_n$$

Los puntos corregidos se darán en la tabla 6 y en la figura 3

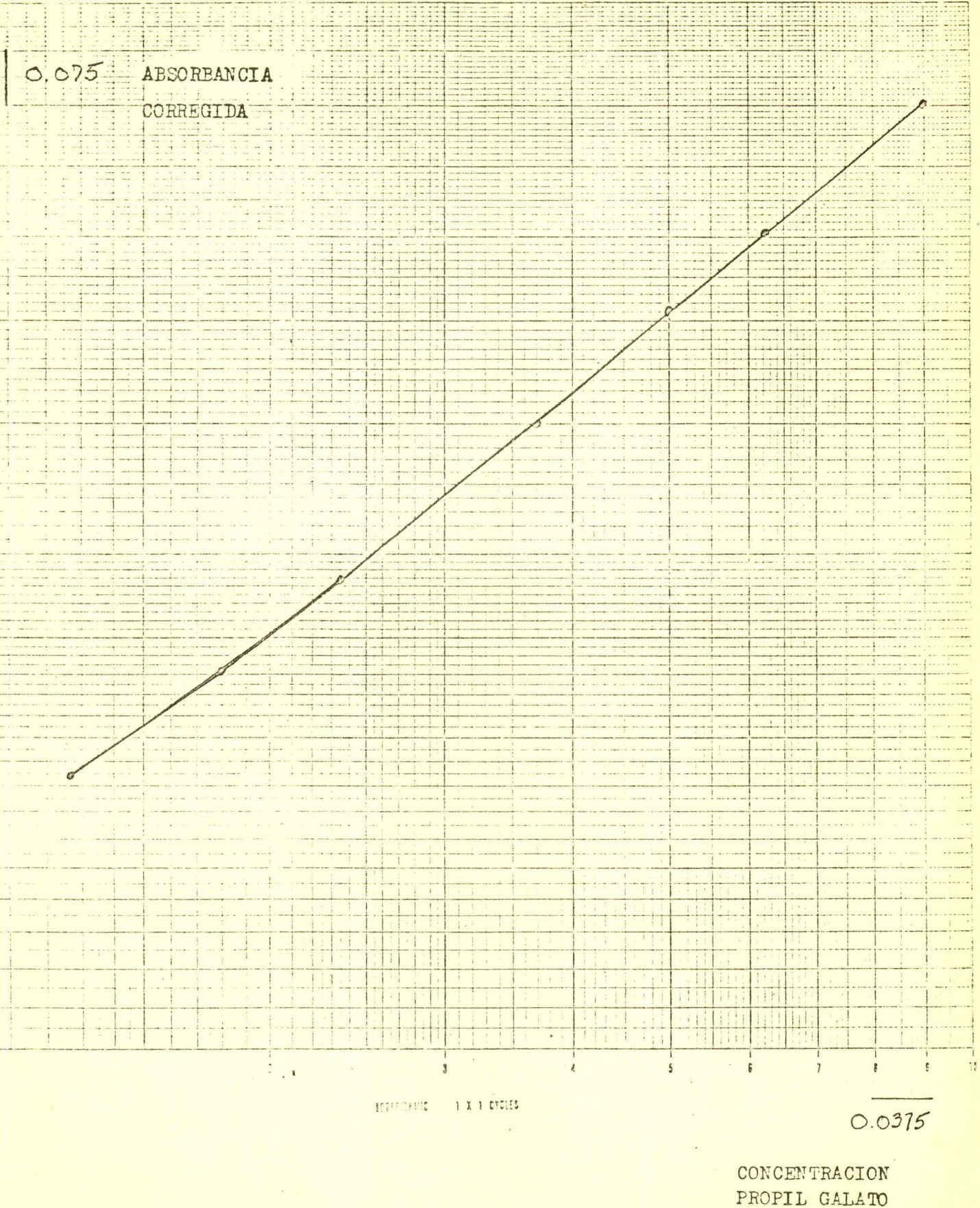
T A B L A 6

Corrección de puntos de transmitancia.

Transmitancia %		concentración (x)
experimental	corregida (y)	
90.05	86.37	.1
82.06	79.52	.3
70.32	73.21	.5
54.57	59.55	1
50.43	48.43	1.5
39.66	39.39	2
26.22	26.06	3

figura 3

CURVA DE CALIBRACION



El error de la curva de calibración con las transmitancias corregidas, es el siguiente.

$$r^2 = \frac{(SP_{xy})^2}{SC_x SC_y} = .9874018145$$

x = concentración

y = absorbancia

Entonces,

Variación total de transmitancia = $SC_y = .212504$

a) Debido a que varíe la concentración.

$$SC_y (r^2) = .209827$$

b) A que haya error en lo demás.

$$0.00267$$

°° el rango de error es el siguiente:

$$\left(\frac{\text{error}}{n\text{-parámetros}} \right)^{\frac{1}{2}} = \left(\frac{.002677}{4} \right)^{\frac{1}{2}} = \pm .0258698$$

parámetros = b, b_c, y_{estimada} = 3

n = 7

Se efectúa ahora el rango de error de las absorbancias corregidas.

Se aclara que al decir, corregir transmitancias se refiere a obtener una estimación de las mismas. Ver tabla 7 y figura 4 como el subsecuente ejemplo.

T A B L A 7

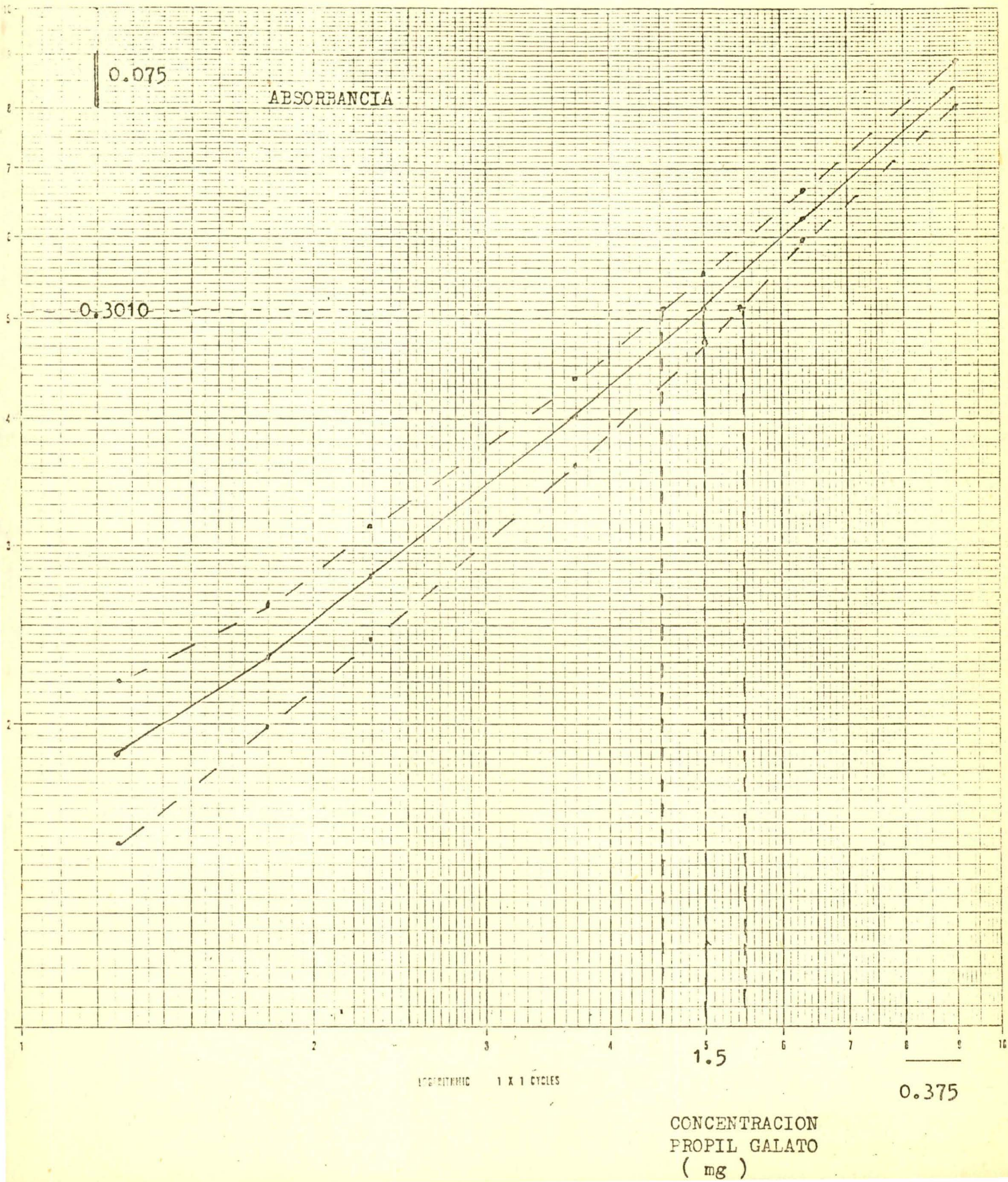
RANGO DE ERROR DE LA CURVA DE CALIBRACION.

% de transmitancia	
corregida	rango
86.37	81.37 - 91.67
79.52	74.92 - 84.40
73.21	68.98 - 77.70
59.55	56.10 - 63.20
48.43	45.63 - 51.40
39.39	37.11 - 41.81
26.06	24.55 - 27.66

Se recuerda que las conversiones, cálculos y gráficas se efectúan por medio de absorbancias.

figura 4

RANGO DE ERROR DE LA CURVA DE CALIBRACION



Ejemplo.

Se mide alguna muestra (imaginaria), y como resultado dá una lectura de 50 %T. Para saber la concentración de propil galato se hace lo siguiente:

$$\begin{aligned} A &= -\log T & A &= \text{absorbancia} \\ &= .3010 \end{aligned}$$

Se efectúa la extrapolación según la figura 4, determinando una concentración, 1.3125 - 1.6875 mg con un promedio de 1.5 mg.

Esto es la cantidad de propil galato estimado o aproximado, que pudiera estar presente en dicha muestra imaginaria.

MUESTRAS ESCOGIDAS.

Como ya se dijo antes, se escogieron los siguientes productos por su contenido en grasa y aceite, exigiendo por lo tanto el uso de un antioxidante.

El muestreo realizado se muestra en la tabla 8.

T A B L A 8.
MUESTREO REALIZADO

MUESTRA	NUMERO DE MUESTRAS DIFERENTES	RESULTADO
- aceite de maíz	1	negativo
- aceite de algodón	3	negativo
- aceite de cártamo	3	negativo
- aceite de soya	1	negativo
- aceite de oliva	2	negativo
- aceite vegetal		
en atún	8	negativo
- aceite vegetal en sardina	4	negativo
- aceite vegetal en sardina en tomate	3	negativo
- aceite vegetal en pescado	1	negativo
- aceite vegetal en anchoas	1	negativo
-aceite vegetal de chiles en escabeche		
serranos	4	negativo
jalapeños	2	negativo
largos	1	negativo
chipotle	1	negativo

Se hicieron pruebas como comprobación del método, para ver su efectividad. Consistió en lo siguiente:

Se utilizaron dos clases de aceite, de oliva y de sardina, las cuales habían sido analizadas anteriormente, dando resultados negativos. Ahora se contaminaron las muestras, añadiendo 200 mg de propil galato en cada una, calentando a 30° F aproximadamente, se filtraron al vacío para separar el propil galato no disuelto y se hizo la determinación con el procedimiento normal.

Estas pruebas dieron positivas, llevándose al espectrofotómetro, - - dando 20%T la muestra de oliva y 25%T la de sardina.

Dieron un resultado lógico, lo que dió confiabilidad al procedimiento efectuado.

DISCUSION.

El procedimiento llevado a cabo para conocer la cantidad de propilgalato que pudieran contener algunos productos de venta en el mercado, fué muy satisfactorio; ya que sin mucha dificultad, se pueden obtener en la mayoría de los casos, una determinación con resultados bastante aproximados.

En este trabajo, los resultados negativos obtenidos en el muestreo, sólo indica una total falta de uso de éste antioxidante, en éste -- ramo de la industria alimenticia.

CONCLUSION

De los resultados anteriores, se infiere que el procedimiento para la determinación del propil galato en aceites y productos grasos, es exacto y dá resultados fácilmente reproducibles.

También se desprende que ninguno de los aceites o productos grasos que se encuentran actualmente en el comercio, está usando propil galato o cualquiera de los galatos.

RESUMEN

Se comprobó un método para determinación del propil galato en - - -
aceites, y se hicieron con él comprobaciones en aceites y productos
grasos del mercado.

BIBLIOGRAFIA

Y. Pomeranz

Food Analysis. Theory & Practice

AVI Publishing Company 1978

Estados Unidos

N.W. Desrosier

The Technology Of Food Preservation.

AVI Publishing Company 4th edición 1977

Estados Unidos

David Pearson

Laboratory Techniques In Food Analysis

London Butterworth 1973

Inglaterra

R. Lees

Food Analysis

Leonard Hall Books 3th edición 1975

Estados Unidos.

N. W. Desrosier

Elements Of Food Technology

AVI Publishing Company 1977

Estados Unidos

L. Stryer

Biochemistry

Freeman 1975

Estados Unidos

Skoog Douglas A. , Donald M. West

Análisis Instrumental

Interamericana 1975

México

Morrison Robert, Neilson Boyd

Química Orgánica

Interamericana 3th edición 1976

México

801316