

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL ECUADOR

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS

Extracción de grasas por micro Soxhlet frente a la técnica convencional macro Soxhlet en
productos alimenticios de mayor consumo en la ciudad de Quito.

Disertación previa la obtención del título de Licenciada en Ciencias Químicas, mención
Química Analítica

PAMELA ALEXANDRA ARIAS LUNA

Quito, 2011

CERTIFICACIÓN

Certifico que la disertación de Licenciatura en Ciencias Químicas, especialidad Química Analítica, de la candidata Pamela Alexandra Arias Luna ha sido concluida de conformidad con las normas establecidas; por lo tanto puede ser presentada para la calificación correspondiente.

Fecha:

Mgtr. Pablo Pozo

Director de la disertación

DEDICATORIA

A mi esposo, Luciana y Julián por el apoyo y comprensión brindados durante la culminación de mi carrera.

A mi abuelita por el amor y dedicación de toda una vida.

A mi familia, tíos, hermanos y padres por su apoyo.

AGRADECIMIENTOS

A todos mis profesores en especial al Ing. Parreño por su guía, gran don de gente y calidad de profesor.

A Lic. Córdova por su alta vocación de maestra dejando su huella en los estudiantes inspirando amor hacia la carrera.

A la Máster Jibaja por sus consejos y enseñanzas tanto como maestra y ser humano.

Al Máster Pozo por ser guía y apoyo que tuvo la diligencia de ser mi director.

A la Máster Acurio por su honestidad y entrega en el desempeño de sus labores como profesora siendo un ejemplo para los estudiantes.

A la Doctora Meneses por sus enseñanzas.

TABLA DE CONTENIDOS

Certificación.....	iii
Dedicatoria.....	iv
Agradecimientos.....	v
Tabla de contenidos.....	vi
Lista de tablas.....	ix
Lista de figuras.....	x
Lista de anexos.....	xi
Resumen.....	1
Abstract.....	3

CAPÍTULO I

1. INTRODUCCIÓN.....	4
1.1.TEORÍA	6
1.1.1.Macro y micro escala.....	6
1.1.2.Necesidad ambiental de microescala.....	8

1.1.3.Utilidad de microescala	9
1.1.4.Impacto ambiental de la microescala en laboratorios químicos.....	9
1.1.5.Reducción de accidentes gracias a la microescala.....	10
1.1.6.Reducción del tiempo de análisis.....	10
1.1.7.Reducción de costos.....	12
1.1.8.Enseñanza y aprendizaje de Laboratorio de Química.....	12
1.2. Eficiencia de los análisis micro y macro Soxhlet.....	14
1.3. Extracción de materia grasa.....	14
1.3.1. Tipos de extracción de materia grasa.....	15
1.3.2. Importancia de la extracción de materia grasa.....	19
1.3.3 Materia grasa de consumo humano.....	19
1.3.4. Consumo actual de productos que contengan grasas.....	20

CAPÍTULO II

2. MATERIALES Y MÉTODOS.....	24
2.1.Preparación de la muestra.....	25
2.2.Procedimiento.....	25
2.3.Reactivo.....	29
2.4.Materiales.....	29
2.5.Muestras.....	30

CAPÍTULO III

3. Resultados y discusión.....	31
3.1. Comparación del contenido de grasa total en las matrices.....	31
3.2. Comparación de los consumos de solvente.....	37
3.3. Comparación de los tiempos de análisis.....	42
3.4. Comparación del consumo de energía eléctrica.....	44
3.5. Comparación del consumo de agua entre macro y micro Soxhlet.....	46
3.6. Discusión de resultados.....	50

CAPÍTULO IV

4.1. Conclusiones.....	52
4.2.Recomendaciones.....	54
BIBLIOGRAFÍA.....	55
ANEXOS.....	58

LISTA DE TABLAS

2.1. Tabla de identificación de las muestras analizadas por macro y micro Soxhlet.....	30
3.1. Datos y cálculos del % de grasa por micro y macro Soxhlet.....	32
3.2. Comparación de medias y desviaciones típicas según producto.....	33
3.3. Resultados del análisis de ANOVA según producto.....	36
3.4. Datos de la recuperación y consumo de solvente en la técnica macro Soxhlet.....	38
3.5. Tabulación de los valores de solvente consumidos en la técnica micro Soxhlet.....	39
3.6. Parámetros estadísticos de recuperación de solvente en macro y micro Soxhlet.....	41
3.7. Prueba de Levene para igualdad de varianzas y Prueba T para igualdad de medias.....	42
3.8. Comparación los tiempos de análisis entre macro y micro Soxhlet.....	43
3.9. Comparación del consumo de energía eléctrica entre macro y micro Soxhlet.....	44
3.10. Comparación del agua utilizada en macro y micro Soxhlet.....	47

LISTA DE FIGURAS

1.1. Foto Equipo micro Soxhlet.....	17
1.2. Foto Equipo macro Soxhlet.....	18
2.1. Diagrama de flujo del procedimiento para determinación de % de GT macro Soxhlet....	27
2.2. Diagrama de flujo del procedimiento para determinación de % de GT micro Soxhlet.....	28
3.1. Comparación de los resultados de % GT entre macro y micro Soxhlet.....	34
3.2. Comparación de las desviaciones típicas de los resultados entre macro y micro Soxhlet..	35
3.3. Comparación de consumo de solvente de las técnicas macro y micro Soxhlet.....	40
3.4. Comparación del tiempo de extracción entre macro y micro Soxhlet.....	43
3.5. Relación del consumo de electricidad entre macro y micro Soxhlet.....	45
3.6. Comparación de consumo de agua entre macro y micro Soxhlet.....	49

LISTA DE ANEXOS

1.	Procedimiento para determinar materia grasa.....	57
2.	Tablas de resultados previa la toma de muestras.....	60
3.	Fotos de equipos.....	65

RESUMEN

Esta disertación trata de la comparación entre las técnicas macro y micro Soxhlet, en la determinación del % de grasa total en productos alimenticios, para definir los beneficios y limitaciones de cada una de las técnicas. Los productos en los cuales se realizó la extracción de grasa total están detallados en el muestreo realizado en el proyecto “Perfil lipídico y contenido de ácidos grasos trans en productos ecuatorianos de mayor consumo” presentado por Máster Pablo Pozo P. a la PUCE en la convocatoria a proyectos de investigación 2010.

Para contrastar los análisis macro y micro Soxhlet se evalúa estadísticamente los resultados de % de grasa total en las muestras y gasto de solvente; además consumos de: energía eléctrica, agua y tiempo requerido, mediante Análisis de Varianza (ANOVA) simple para el análisis de la cantidad de solvente y un ANOVA de datos agrupados en bloques en el análisis de los resultados de las muestras.

El método para determinar el % de grasa total en macro y micro Soxhlet fue el utilizado por el Instituto de Salud Pública de Chile “Procedimiento para determinar materia grasa: método Soxhlet”, se utilizó como solvente extractor n-hexano. Los equipos se conectaron en serie (en

número de 4) las muestras se analizaron el mismo día por los dos métodos; en macro Soxhlet se efectuó un paso adicional, la recuperación del solvente en un rotavapor.

Al realizar la comparación de los métodos se encontró que sus resultados de % de grasa total y consumo de solvente no presentan diferencia significativa en ninguna de las 22 muestras analizadas; sin embargo el método micro Soxhlet es eficiente y eficaz ya que se optimiza los recursos y sus resultados son tan válidos como los generados mediante la técnica macro Soxhlet.

ABSTRACT

The present project compares the Soxhlet macro and micro techniques, in order to determine the percentage of total fat found in the products of largest consumption in Quito, and define the benefits and limitations of each technique. The products in which one carries the extraction of total fat are detailed in the survey in the project “Perfil lipídico y contenido de ácidos grasos trans en productos ecuatorianos de mayor consumo” presentado por Máster Pablo Pozo P. a la PUCE en la convocatoria a proyectos de investigación 2010.

In order to contrast the Soxhlet macro and micro analysis, the results of percentage of total lipids of the samples, and the costs of solvent plus the cost of electric power, water and time are evaluated statistically, using a simple variance analysis (ANOVA) to analyze the amount of solvent and an ANOVA of data in blocks in the analysis of sample results to establish their difference is significant. The method used to determine % of total fat in macro and micro Soxhlet was used by the Instituto de Salud Pública de Chile “Procedimiento para determinar materia grasa: método Soxhlet”, n-hexane solvent was used, the equipment was connected in a series (of 4) and the samples were analyzed on the same day using both methods. In the Soxhlet macro approach an additional step, the recovery of solvent in a rotary steam.

When the methods were compared, it was found that the results of total fat and consumption of solvent do not show a significant difference. However, the Soxhlet micro method is

efficient and it works, because it optimizes the resources and the results are as reliable as those generated by the Soxhlet macro technique.

CAPÍTULO I

1. INTRODUCCIÓN

En el mundo, en el siglo anterior, en la década de los ochenta se ha observado la tendencia en todo tipo de laboratorios a implementar equipos que ocupen menor espacio, sean más sensibles, requieran menos reactivos, se obtengan resultados en menor tiempo y exactos, lo que ha impulsado la implementación de micro escala que aporta estos y muchos más beneficios. En países como México se ha creado el centro Centro Mexicano de Química en Microescala de la Universidad Iberoamericana en el Distrito Federal, especializado en estudiar e implementar el estudio de la química con técnicas de micro escala, en todas las áreas del amplio mundo de las ciencias químicas. En la industria de química se han desarrollado equipos micro los cuales están dando muy buenos resultados y poco a poco han ido reemplazando a los macro equipos.

En Ecuador y sobre todo en la PUCE, en la Escuela de Ciencias Químicas, los químicos han tomado conciencia acerca de la importancia de las técnicas en micro escala y constantemente se están capacitando en esta área lo que ha permitido desarrollar un estudio de ciencias

químicas de una forma más amigable con el ambiente. El fabricante indica que la técnica micro Soxhlet tiene una alta eficiencia y en laboratorios de investigación a nivel nacional como internacional se ha reemplazado la técnica macro por la micro (como subproducto o para eliminar interferencias) debido a que presenta beneficios como los de extraer la materia grasa en forma rápida y con cantidad de muestra suficiente. Adicionalmente la técnica objeto de la comparación tiene una ventaja que se puede aplicar a gran diversidad de matrices sólidas por lo que el estudio de ella aportará bases para que sea estudiada y aplicada en otro tipo de muestras.

En la presente disertación se trabaja con muestras de alimentos preparados (comida rápida) en base a los datos de muestreo del proyecto “Perfil lipídico y contenido de ácidos grasos trans en productos ecuatorianos de mayor consumo” presentado por el Máster Pablo Pozo P. a la PUCE en la convocatoria a proyectos de investigación 2010. Se realiza la comparación de resultados generados del análisis en las mismas condiciones y el mismo día, utilizando el mismo procedimiento, tanto para micro como macro Soxhlet. La técnica macro Soxhet se toma como referencia ya que es un método altamente probado y referente cuando se desarrolla o se verifica la eficiencia de otras que persiguen el mismo fin (extracción de materia grasa). Se realiza la técnica tomando como referencia “Procedimiento para determinar materia grasa” del Instituto de salud pública de Chile.

El principal objetivo del trabajo a desarrollarse es la “Extracción de grasa total, en alimentos de mayor consumo en Quito, por Soxhlet macro y micro para comparar sus eficiencias”. Evaluando la eficiencia del método micro y así determinar sus pro y contras en relación a la técnica macro Soxhlet.

1.1. TEORÍA

1.1.1. MACRO Y MICROESCALA

En el transcurso de la historia los análisis e investigaciones químicas han ido evolucionando gracias a nuevos equipos y técnicas, los cuales han permitido optimizar recursos y disminuir la cantidad de residuos. A medida que la química avanza se ve que los equipos cada vez utilizan menor cantidad de muestra y reactivos, por lo cual, es importante y necesario el estudio de la eficiencia, rendimiento y beneficios de las técnicas tradicionales frente a las nuevas tendencias como la micro escala para a futuro implementarlas en laboratorios químicos.

Los análisis en el pasado necesitaban de 50 a 100 g. de sólido y de 500 a 2000 ml. de líquido pero se disminuyó paulatinamente la cantidad de muestra y para los años cincuenta y sesenta se redujo 10 veces; es decir se necesitaba entre 5 a 10 g. para sólidos y entre 50 y 200 ml. para

líquidos. Gracias al avance de los estudios científicos hoy en día contamos con técnicas en micro escala con las que podemos trabajar utilizando cantidades inferiores a 1g. o 2 ml.

Los químicos en la actualidad y a nivel mundial cada día se capacitan más en los análisis y experimentos a micro escala tanto es así que en Estados Unidos el 75% de los laboratorios de las universidades han implementado micro escala. Según (ARNAIZ, 1999).

“La adopción de técnicas en micro escala significará sin duda tres cambios en el modo de llevar a cabo la experimentación química. La incorporación de una gran variedad de nuevos experimentos enriquecerá y facilitará la enseñanza actualizada de la química. Aumentará el tiempo para la reflexión y el análisis crítico de los experimentos. El cambio previsible implicará una nueva concepción en la instalación y uso de los laboratorios.”¹

Los beneficios que nos brinda la micro escala es que podemos obtener resultados igual o hasta mejores comparados con las técnicas tradicionales y adicionalmente obtener reducción de costos, menor impacto ambiental (ya que la cantidad de desechos generados es mínima) y menor exposición del analista a químicos. Sin embargo, es necesario realizar estudios de comparación de las técnicas macro y micro ya que esto nos permitiría remplazar la una por la otra en base a fundamentos experimentales.

¹ ARNAIZ, FRANCISCO, Anales de la Sociedad Española de Química, Micro escala en laboratorios de química una revolución imparable, Departamento de Química Universidad de Burgos, (1999).

La **micro escala** es el término que se utiliza para nombrar a los análisis en los cuales se parte con menos de 500 mg. de muestra.

1.1.2. NECESIDAD AMBIENTAL DE LA MICROESCALA

En la década de los ochenta los científicos fueron investigando y masificando la utilización de técnicas en micro escala debido a presiones que efectuaban los ambientalistas y a la comunidad para conocer la contaminación del agua, suelo y aire que se producía por parte de las diversas industrias y que generaba problemas en la salud e incluso muertes de seres vivos (plantas, animales y seres humanos). Dicha contaminación requería determinaciones de los contaminantes en concentraciones muy pequeñas en el orden de mg/l.

Al poseer la herramienta necesaria (micro escala) para la detección y cuantificación de contaminantes provenientes de los procesos industriales se generaron una serie de leyes que regulan las concentraciones máximas de desechos que pueden ser vertidos al medio ambiente. Actualmente en el mundo debido a los cambios ambientales las personas, los gobiernos y los industriales se han concientizado acerca de la necesidad de generar procesos limpios, la utilización de subproductos y el desarrollo de nuevos métodos para evitar o generar la mínima cantidad normada de residuos contaminantes.

1.1.3. UTILIDAD DE MICROESCALA

Micro escala es útil e indispensable en muchos análisis principalmente cuando:

- Las concentraciones del analito investigado en la muestra son muy bajas por ejemplo trazas.
- Se dispone de poca cantidad de muestra y se puede analizar por un método en el que así lo requiera sin disminuir la confianza de los resultados.
- Exista una técnica en la cual se hayan optimizado los procesos, se disminuyan la cantidad de reactivos usados, tiempo, agua, electricidad y a su vez se obtengan resultados de igual o mejor confiabilidad que la técnica macro.

1.1.4. IMPACTO AMBIENTAL DE LA MICROESCALA EN LABORATORIOS QUÍMICOS

Se ha observado a medida que se han ido reemplazando las técnicas tradicionales con la micro escala que los laboratorios producen cantidades mínimas de residuos y que la contaminación al momento o luego del análisis es inferior a la que se generaba con las técnicas tradicionales;

además fundamentalmente se optimizan los recursos como el agua evitando el desperdicio y la contaminación de la misma. Adicionalmente al no contaminar la atmosfera del laboratorio se evita la contaminación del aire lo que permite tener procesos más limpios con la consecuente reducción de costos.

1.1.5. REDUCCIÓN DE ACCIDENTES GRACIAS A LA MICROESCALA

Cuando se realizan técnicas en micro escala en laboratorios tanto de docencia, investigación o servicio al público se constata que los riesgos de tener accidentes se reducen ya que al trabajar con pequeñas cantidades de químicos, como por ejemplo, inflamables el riesgo de un incendio de grandes proporciones es poco probable. Adicionalmente sí las personas que realizan trabajos en laboratorios utilizan el equipo de protección necesario esto será suficiente para evitar daños corporales significativos. Este factor adquiere gran importancia cuando se trabaja con estudiantes muy jóvenes o poco experimentados como en el caso de escuelas, colegios e incluso universidades.

1.1.6. REDUCCIÓN DEL TIEMPO DE ANÁLISIS

La humanidad ha ido evolucionando en todos los aspectos especialmente en el tecnológico lo que ha influenciado en la vida cotidiana ya que los procesos que antes ocupaban gran cantidad de tiempo se han reducido como por ejemplo el transporte, licuar, moler, el trabajo en el hogar, oficina, construcción, laboratorios químicos y demás; hoy en día los químicos contamos con un sin número de aparatos electrónicos con los se obtiene resultados de gran confiabilidad y sensibilidad en un corto tiempo. Esto ha permitido que se resuelvan rápidamente problemas ambientales, en producción, medicina. Lo que se transforma en solucionar los problemas a tiempo y así se reducen las pérdidas humanas, ambientales y económicas.

Gracias a la aplicación de la micro escala se ha reducido considerablemente el tiempo necesario para realizar un análisis es así como: “Los requerimientos de tiempo en operaciones convencionales como montaje de aparatos, calentamiento, enfriamiento, eliminación de solventes, filtración, etc. Son considerablemente inferiores cuando se opera en micro escala. Estudios detallados han puesto de manifiesto que la mayoría de experimentos en micro escala requieren menos de la mitad del tiempo que los realizados a escala convencional.”²

² ARNAIZ, FRANCISCO, Anales de la Sociedad Española de Química, Micro escala en laboratorios de química una revolución imparable, Departamento de Química Universidad de Burgos, (1999).

1.1.7. REDUCCIÓN DE COSTOS

El material y los aparatos que se utilizan en micro escala dependiendo de su función como los de vidrio que son de menor costo en relación a los convencionales sin embargo a medida que aumenta la complejidad y especificidad del equipo es más costosos; pero hay que tomar en cuenta que existen límites mínimos de detección generados por ellos no podrían ser detectados ni cuantificados a través de las técnicas tradicionales; por lo que se debe comparar los que sean equivalentes y allí observamos que los costos son inferiores tanto en equipos, reactivos, tratamiento de desechos. A más de los beneficios antes mencionados se tiene reducción en el espacio físico necesario para las áreas de análisis, bodegas, menor costo de mantenimiento.

1.1.8. ENSEÑANZA Y APRENDIZAJE DE LABORATORIO DE QUIMICA

Las técnicas de laboratorio de química a micro escala, al igual que las convencionales o macro escala, también promueven entre los estudiantes de enseñanza superior el desarrollo de habilidades y destrezas, toda vez que el manejo de pequeñas cantidades de sustancias o la

manipulación de equipos de trabajo de tamaño reducido o diferentes a los convencionales requiere de un alto grado de pericia. También contribuye a la formación de habilidades, actitudes y valores al generar una cultura de cuidado del ambiente.

La vinculación de la enseñanza a la investigación, el promover la formación interdisciplinaria, entre otros temas, muy importantes en un país como el nuestro en donde el gasto del gobierno en ciencia y tecnología gira alrededor del 1 por mil del PIB, cuando los países desarrollados dedican el 2.5 por ciento, la diferencia es significativa, y podemos estar de acuerdo en pensar que quizá es una de las principales causas para el rezago en la investigación existente en el país, y de los escasos centros de investigación avanzada. No obstante dichas formas de enseñanza no son las más adecuadas para crear en el estudiante interés por la ciencia, se requiere de innovaciones educativas, como la incorporación de una nueva metodología identificada como Química a micro escala, que permite al alumno descubrir cómo de la abstracción teórica que representa una fórmula pueden llegar a un producto material con ciertas propiedades, manipular toda clase de equipo de laboratorio, observar cuidadosamente los procesos de químicos, y esta materia se convierte en una ciencia viva cuya enseñanza no significa grandes inversiones. Por el contrario, esta metodología implica reducir tiempo, costos en insumos, en la eliminación de residuos peligrosos, incrementar el número de prácticas y sobre todo modificar la actitud hacia la educación; de acuerdo con los expertos en Química a micro escala, esta se da porque favorece una mayor motivación en los estudiantes.

1.2. EFICIENCIA EN LOS ANÁLISIS MICRO Y MACRO SOXHLET

La eficiencia desde el punto de vista de calidad se refiere a la utilización de recursos de la mejor manera posible; mientras que la eficacia a obtener resultados confiables, reproducibles, robustos, etc. Entonces se puede generar datos con altos niveles de confianza y sin embargo no trabajar en forma eficiente sino se han optimizado los recursos al máximo. Por ello es importante en los estudios de comparaciones entre técnicas químicas, como macro y micro Soxhlet, adicional al estudio de eficacia analizar si se trabaja eficientemente.

1.3. EXTRACCIÓN DE MATERIA GRASA

La extracción es un proceso físico de separación mediante el cual por afinidad química entre el solvente y la sustancia que se extrae se separan de los demás componentes no solubles contenidos en la matriz. El solvente que se utiliza depende de la sustancia que se necesita extraer por ejemplo para sustancias polares y que tengan afinidad con el agua se utiliza como solvente agua. Del mismo modo para sustancias como los lípidos que tienen afinidad con solventes apolares como n-hexano, éter de petróleo, cloroformo, etc se utiliza ese tipo de solventes. Se puede comparar la polaridad de los solventes mediante los datos de constante

dieléctrica como aproximación. A mayor valor de constante dieléctrica, más alta afinidad del solvente con el material graso.

Existen gran cantidad de métodos para extraer material graso por lo que es indispensable utilizar el que más se ajuste a las necesidades para lograr obtener mejor rendimiento y evitar interferencias. La extracción de lípidos se utiliza para lograr múltiples objetivos como: técnica preliminar para posteriormente analizar por cromatografía (para la identificación y cuantificación del perfil lipídico), quitar grasa como interferencia de matrices y determinación de grasa total

1.3.1. TIPOS DE EXTRACCIÓN DE MATERIA GRASA

Existen diferentes tipos de extracciones dependiendo del estado físico del solvente y la sustancia a extraer hay: sólido-líquido, líquido-líquido, sólido-gas, líquido-gas; sin embargo los lípidos en la naturaleza se encuentran en estados sólido o líquido. La extracción del tipo líquido-líquido se realiza entre dos fases líquidas insolubles lo que permite que el soluto de interés se solubilice en la fase en la cual tenga mayor afinidad química; mientras que en sólido-líquido la grasa se encuentra formando parte de la matriz y se la separa quedando solubilizada en el líquido.

Al realizar éste proceso de separación hay que considerar que se va a extraer todo lo que sea miscible en el solvente, es decir, ácidos grasos, lecitinas, fosfolípidos, esteroides de ceras, ácidos grasos libres, carotenoides, clorofila, y otros compuestos solubles en el solvente; es indispensable escoger adecuadamente y si posteriormente se desea separar la materia grasa continuar con algún otro método de separación.

El contenido de lípidos en los alimentos sólidos se determina mediante la extracción del material seco y molido con éter de petróleo, éter etílico o n-hexano en un equipo de extracción continua, intermitente o una combinación de los dos. Existen algunos diseños disponibles, pero básicamente hay dos tipos. El Bolton-Walker y el Soxhlet.

El equipo de extracción **Bolton-Walker** permite una extracción continua ya que las gotas condensadas del disolvente caen sobre la muestra contenida en un recipiente poroso o en dedal, alrededor del cual circulan los vapores calientes del disolvente.

Extracción Soxhlet

El extractor Soxhlet o simplemente Soxhlet (en honor a su inventor Franz von Soxhlet) ver figura 1. es un equipo de material de vidrio utilizado para la extracción de compuestos, generalmente de naturaleza

lipídica, contenidos en un sólido, a través de un solvente afín. Está es una extracción intermitente con un exceso de solvente recién condensado. Mediante ésta técnica se obtienen triglicéridos, fosfolípidos, esteroides de ceras, lecitinas, ácidos grasos libres, carotenoides, clorofila y pigmentos. Para la determinación de **grasa total** en matrices sólidas se utiliza este método.

Grasa total es la cantidad de grasa extraída bajo las condiciones descritas en la NORMA INEN 778.

Descripción del equipo Soxhlet tradicional:



Fig 1.1. Equipo micro Soxhlet.



Fig 1.2. Equipo macro Soxhlet.

El condensador o refrigerante está provisto de una chaqueta de 100 mm de longitud, con espigas para la entrada y salida del agua de enfriamiento. El extractor tiene una capacidad, hasta la parte superior del sifón, de 10 ml; el diámetro interior del extractor es de 20 mm y longitud de 90 mm. El matraz es de 25 ml de capacidad.

El conjunto extractor, está conformado por un cilindro de vidrio, vertical de aproximadamente 30 cm alto y 3.8 cm diámetro. La columna está dividida en una cámara superior e inferior. La superior o cámara de muestra sostiene un sólido o polvo del cual se extraerán compuestos. La cámara de solvente, exactamente abajo, contiene una reserva de solvente orgánico, éter o alcohol.

Dos tubos vacíos, o brazos corren a lo largo, a un lado de la columna para conectar las dos cámaras. El brazo de vapor, corre en línea recta desde la parte superior de la cámara del solvente a la parte superior de la cámara del sólido. El otro brazo, para el retorno de solvente, describe dos U sobrepuestas, que llevan desde la cámara de la muestra el solvente hasta la cámara de solvente. El Soxhlet funciona cíclicamente, para extraer las concentraciones necesarias de algún determinado compuesto.

Funcionamiento: Cuando se evapora el solvente sube hasta el área donde es condensado; aquí, al caer y regresar a la cámara de solvente, va extrayendo los compuestos, hasta que se llega a una concentración deseada. Esto puede ocasionar problemas con algunos compuestos.

El extractor **micro Soxhlet** tiene el mismo principio que el equipo tradicional pero a escala micro donde se utiliza la quinta parte de muestra, balones de 25 ml. y el equipo Soxhlet cuyas dimensiones van de 15 a 20cm de alto.

La eficiencia de los métodos antes mencionados depende del tratamiento previo de la muestra y de la elección del disolvente.

1.3.2. IMPORTANCIA DE LA EXTRACCIÓN DE MATERIA GRASA

La extracción de materia grasa se utiliza ampliamente en diversas áreas del análisis químico y entre las principales se tiene:

- En el cuidado del medio ambiente como un parámetro de control en los residuos de empresas que puedan generar en sus procesos grasas.
- En estudios biológicos de ciertos animales o plantas.
- Determinación de grasa total en alimentos que es uno de los referentes nutricionales importantes al momento de consumirlos; cabe mencionar que es un análisis proximal el cual utiliza un extractor soxhlet.
- En operaciones previas a síntesis u otros análisis para evitar su interferencia.
- En la industria alimenticia para conocer el contenido de grasa total tanto de materias primas como de productos terminados.

1.3.3. MATERIA GRASA DE CONSUMO HUMANO

La materia grasa es necesaria en la dieta de las personas porque constituyen una importante fuente de energía y ácidos grasos esenciales, que no pueden ser sintetizados por el cuerpo humano, que intervienen en los procesos metabólicos y forman parte estructural de las membranas celulares. Encontramos diferentes tipos de materia grasa dependiendo de su origen. Existen grasa de origen vegetal las cuales provienen de diversas semillas y árboles como el maní, olivo, aguacate, girasol, soya, palma, etc. Las grasas de origen animal las podemos encontrar en peces, vacas, cerdos, ovejas, lácteos.

Las grasas que consumimos se las conoce también como lípidos; los cuales poseen estructuras químicas diversas pero tienen características físicas y biológicas comunes. Los lípidos son poco solubles en agua y solubles en disolventes apolares; su composición química está formada por C, O, H y en pequeñas proporciones por N, P y S.

1.3.4. CONSUMO ACTUAL DE PRODUCTOS QUE CONTENGAN GRASAS

Se ha observado a nivel mundial en los países desarrollados desde unas dos décadas atrás el incremento del consumo de alimentos ricos en grasas y carbohidratos en la dieta diaria; mientras en países pobres, al no tener el poder adquisitivo necesario, se alimentan con lo que pueden y cuando tienen. Adicionalmente se ve con países que poseen alimentos o que tienen para comprarlos, enfermedades como anorexia y bulimia en contraste en sitios o personas que no pueden consumir los alimentos mínimos necesarios la presencia de trastornos y muertes por anemia, desnutrición, etc.

En el mercado ecuatoriano encontramos gran variedad de alimentos tanto crudos como elaborados sin embargo se observa cada vez más que en las ciudades pequeñas la población compra en mayor cantidad alimentos crudos para cocinar y de mejor calidad nutricional como frutas, verduras, granos, cereales, carne, pollo, etc. Mientras en las ciudades grandes como

Quito se ve una creciente demanda de comida elaborada ya sea en restaurantes, en la calle o enfundada esto debido a la premura del tiempo y la distancia de los hogares.

En el Ecuador se han incrementando las enfermedades cardio-vasculares por exceso del consumo de carbohidratos y grasas, así como, la obesidad. “Cuando las grasas las consumimos en exceso, se acumulan en el tejido adiposo y además en la sangre trayendo consigo problemas de colesterol y triglicéridos elevados, representando un alto riesgo para padecer enfermedades del corazón, incrementando las probabilidades de sufrir infartos y aterosclerosis; las grasas saturadas son las responsables de estas enfermedades y son de origen animal, como el tocino, la manteca, la grasa de la carne etc. Aunque las grasa insaturadas (aceites vegetales) son mejores para proteger al corazón, no debemos confiarnos ya que al ser expuestas al calor estas se convierten en grasas saturadas”³.

Recordemos que las grasas son las responsables de mantener al sistema nervioso en buen estado, transportar hormonas, etc. Incluso el colesterol es un precursor de las hormonas en el cuerpo. En general los lípidos en el cuerpo cumplen cuatro funciones fundamentales:

- Reserva ya que un gramo de grasa aporta con 9 Kcal.
- Función plástica porque se encuentran formando parte estructural de las todas las membranas celulares y la vaina de la mielina de los nervios.

³ Aguilar Lleana, CONSUMO ADECUADO DE CARBOHIDRATOS, PROTEÍNAS Y LÍPIDOS, http://www.todoslosgimnasios.com.ar/consejos/consumoadecuado_c_p_1.htm, 2010.

- Función transportadora debido a que son las encargadas de transportar las lipoproteínas.
- Función de protección a las estructuras donde aparecen.

CAPITULO II

2. MATERIALES Y MÉTODOS

La metodología es de tipo experimental, las muestras y los sitios de muestreo de los productos en los cuales se realizó la extracción de grasa total están detallados en el muestreo realizado en el proyecto antes mencionado.

El método para determinar el % de grasa total en macro y micro Soxhlet fue el utilizado por el Instituto de Salud Pública de Chile “Procedimiento para determinar materia grasa: método Soxhlet”, se utilizó como solvente extractor n-hexano. Los equipos se conectaron en serie (en número de 4) las muestras se analizaron el mismo día por los dos métodos.

Durante la realización del análisis se evaluaron los consumos de recursos (agua, energía eléctrica, tiempo, consumo de solvente) para la técnica macro y micro Soxhlet en iguales condiciones y al mismo tiempo.

El muestreo se realizó de la siguiente manera:

- Compra de cinco muestras del mismo producto en diferentes locales comerciales.

- En el caso de productos de marca, se verificó que no correspondan al mismo lote de fabricación.
- Los productos que eran de cadenas alimenticias, se compró en diferentes locales.

2.1. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- Se tomaron cinco muestras de cada producto a analizar; se procedió a molerlas, mezclarlas en proporciones iguales y luego se las homogenizó.
- Se secó la muestra durante una hora en la estufa a $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- Se dejó enfriar en el desecador y se pesó la muestra a utilizar.

2.2. PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN

- Una vez preparada la muestra se procede a pesar con aproximación de 1mg, 2.5 g de muestra para el macro Soxhlet y 0.5 g para el micro Soxhlet y se coloca dentro del cartucho de extracción.
- Se taran los balones de extracción macro de capacidad de 250 ml y, micro de 25 ml luego de haber permanecido por 30 minutos en la estufa a $103^{\circ}\text{C} \pm 2$.
- Se colocan los cartuchos de extracción en los equipos Soxhlet respectivos y se procede a la extracción con n-hexano durante 5 horas para macro Soxhlet a razón de 3 a 6 gotas

por segundo y 1 hora a la misma razón de condensación de solvente para micro Soxhlet.

- El solvente del balón del macro Soxhlet se recupera en un rotavapor y el residuo que queda en el balón se elimina colocándolo durante 10 minutos a $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ en una estufa (P.E. del n-hexano en las condiciones del laboratorio es de 60°C), luego se enfría en un desecador y se pesa a temperatura ambiente.
- El solvente del balón del micro Soxhlet se elimina colocándolo durante 10 minutos a $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ en una estufa, luego se enfría en el desecador y se pesa a temperatura ambiente.

Todos los procesos de extracción, tanto para el micro Soxhlet como para el macro Soxhlet, se realizaron por duplicado para cada una de las 22 muestras tratadas.

Fig. 2.1. DIAGRAMA DE FLUJO: “DETERMINACIÓN DE GRASA TOTAL MEDIANTE LAS TÉCNICA MACRO SOXHLET”

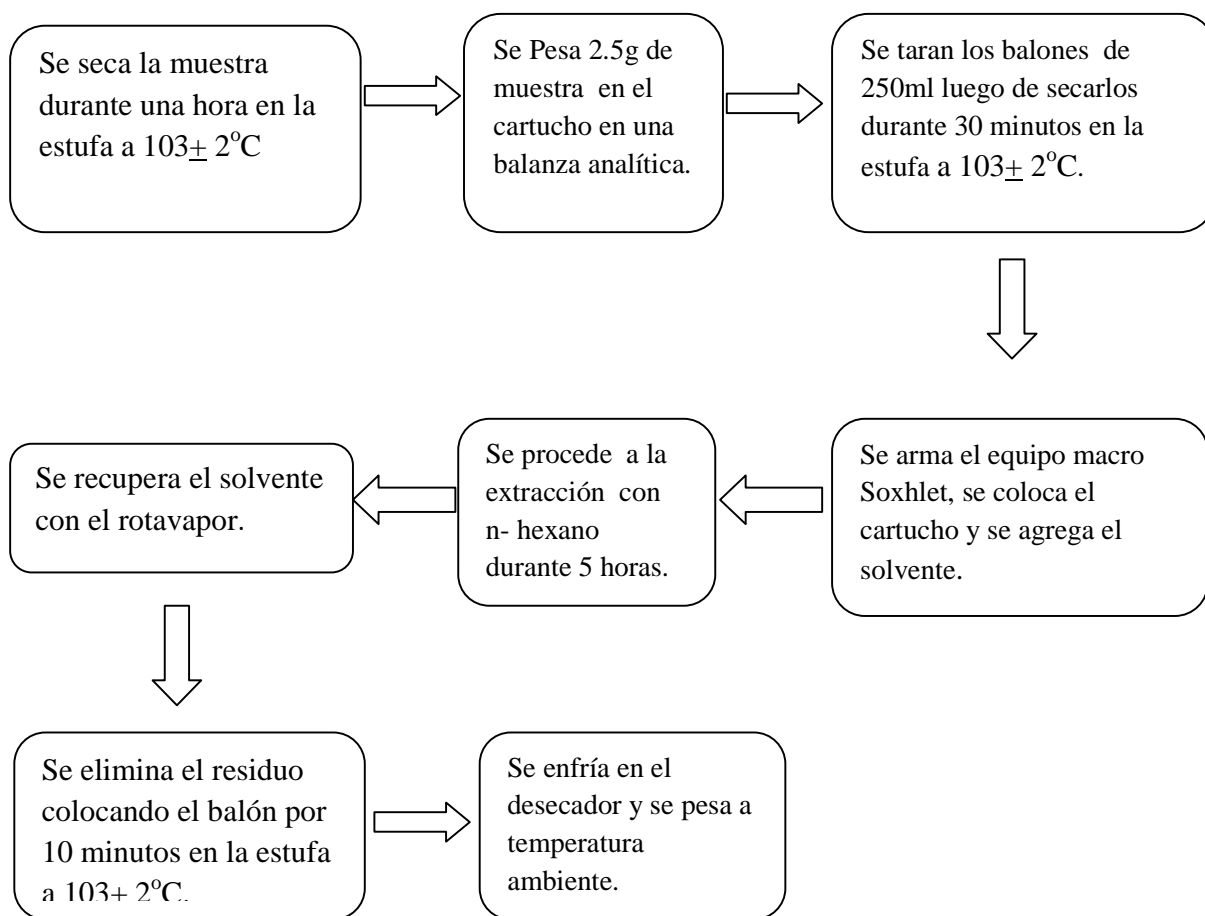
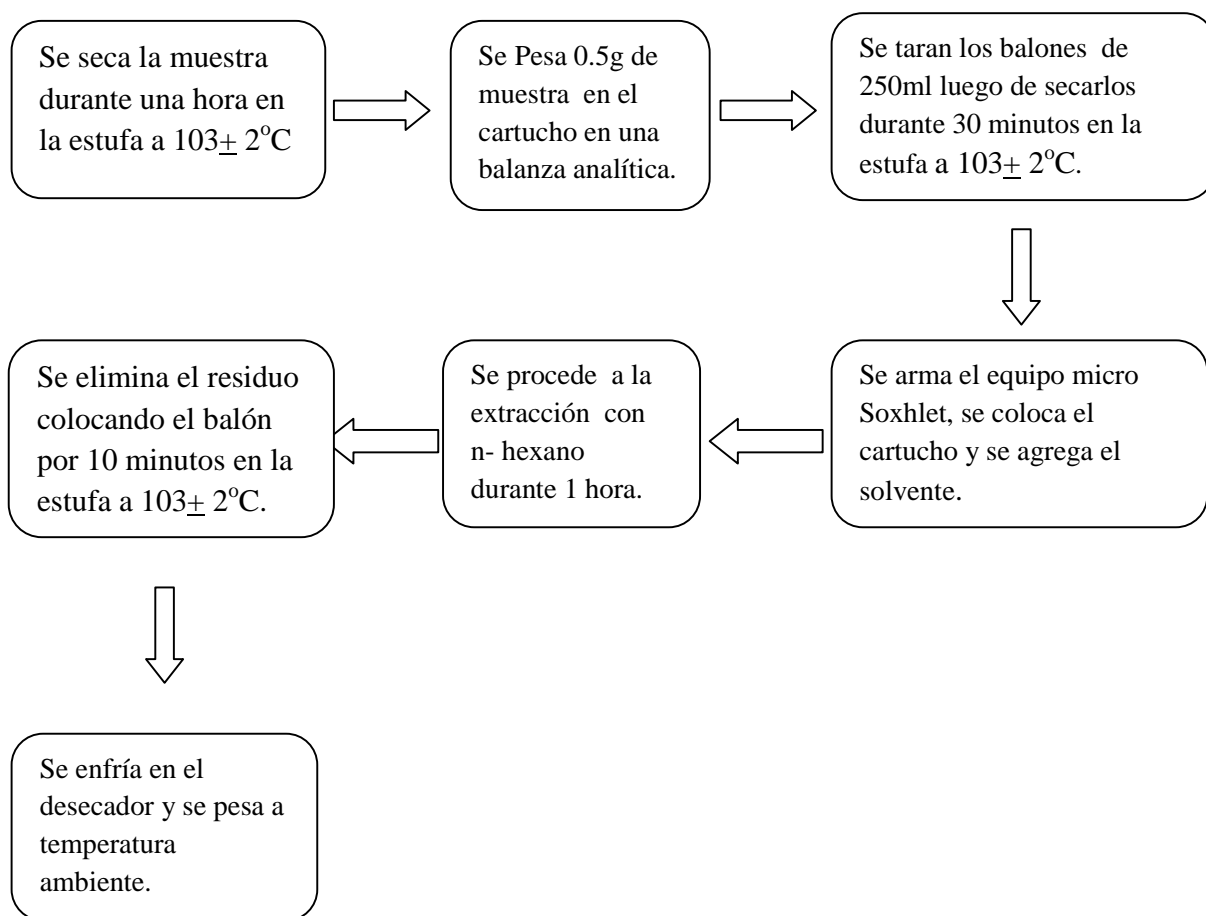


Fig. 2.2. DIAGRAMA DE FLUJO: “DETERMINACIÓN DE GRASA TOTAL MEDIANTE LAS TÉCNICA MICRO SOXHLET”



2.3. REACTIVO

- n-hexano (temperatura de ebullición en Quito 60°C)

2.4. MATERIALES

- Balanza analítica sensible 0.1mg.
- Rotavapor
- Estufa con regulador de temperatura.
- Extractor macro Soxhlet (balón 250ml).
- Extractor micro Soxhlet (balón 25ml).
- Placas de calentamiento.
- Soporte universal.
- Pinzas.
- Cartuchos de papel filtro.
- Lana de vidrio.
- Espátulas.
- Desecador.
- Pinzas.
- Cápsulas.

2.5. MUESTRAS

Tabla 2.1. Tabla de identificación de las muestras analizadas por macro y micro Soxhlet.

MUESTA N°	TIPO DE MUESTRA
1	Chifles empacados.
2	Papas fritas empacadas.
3	Pasteles de chocolate sin marca.
4	Ojuelas de maíz.
5	Poncake.
6	Pasta mil hojas sin marca.
7	Papas fritas de una cadena nacional de comida rápida de 1.
8	Papas fritas de una cadena transnacional de comida rápida de 1.
9	Pasta de naranja de una cadena quiteña de Panadería.
10	Papas fritas de una cadena nacional de comida rápida de 2.
11	Galletas saladas 1.
12	Galletas de chocolate con relleno de vainilla.
13	Galletas saladas 2.
14	Galletas con chispas de chocolate
15	Papas fritas de una cadena transnacional de comida rápida de 2.
16	Papas fritas de una pizzería cadena transnacional 2.
17	Papas fritas de una cadena nacional de comida rápida de 3.
18	Cachitos naturales.
19	Galleta wafer con relleno de varios sabores 1.
20	Galleta wafer con relleno de varios sabores 2.
21	Galleta cubierta de chocolate y con chispas de caramelo.
22	Galleta rellena de vainilla y cubierta de chocolate.

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. COMPARACIÓN DEL CONTENIDO DE GRASA TOTAL EN LAS DIFERENTES MATRICES

- **Cálculos:** El contenido de grasa se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Grasa total} = [(M_1 \text{ (g)} - M_2 \text{ (g)} / \text{masa muestra (g)})] * 100 \quad \text{Ecuación 3.1.}$$

M_1 = masa del balón + núcleos + grasa extraída

M_2 = masa del balón + núcleos

Tabla 3.1. Datos y cálculos del % de grasa por micro y macro Soxhlet.

N°	MASA MUESTRA (g)		M2 (g)		M1 (g)		%GRASA TOTAL	
	MACRO	MICRO	MACRO	MICRO	MACRO	MICRO	MACRO	MICRO
1A	2,4466	0,4928	125,7854	21,4663	126,4068	21,5919	25,40	25,49
1B	2,4136	0,5075	112,3918	22,6265	113,0126	22,7552	25,72	25,36
2A	2,4944	0,4938	112,4063	20,1268	112,7899	20,2039	15,38	15,61
2B	2,5005	0,5105	105,8635	23,9715	106,2598	24,0516	15,85	15,69
3A	2,5105	0,4939	113,1472	21,4662	113,7433	21,5828	23,74	23,61
3B	2,4989	0,5115	114,5036	23,9716	115,0943	24,0940	23,64	23,93
4A	2,4902	0,4993	113,6960	22,8667	114,1865	22,9648	19,70	19,65
4B	2,4992	0,4946	110,4181	21,1384	110,9094	21,2347	19,66	19,47
5A	2,5109	0,5061	125,7799	22,8628	126,0003	22,9096	8,78	9,25
5B	2,5042	0,4965	112,3266	23,8390	112,5493	23,8830	8,89	8,86
6A	2,4971	0,4996	112,4053	23,9734	113,1279	24,1185	28,94	29,04
6B	2,4921	0,5020	105,8606	21,4651	106,5718	21,6081	28,54	28,49
7A	2,5033	0,4952	113,1531	23,8379	113,7896	23,9633	25,43	25,32
7B	2,4917	0,5096	114,5098	22,8612	115,1442	22,9885	25,46	24,98
8A	2,5023	0,4970	113,6978	23,9713	114,1210	24,0541	16,91	16,66
8B	2,4960	0,4961	110,4237	21,4642	110,8412	21,5452	16,73	16,33
9A	2,4920	0,4898	125,7787	23,8367	125,9768	23,8738	7,95	7,57
9B	2,5068	0,5078	112,3226	21,4660	112,5075	21,5043	7,38	7,54
10A	2,5011	0,5042	112,4071	22,8614	112,6225	22,9039	8,61	8,43
10B	2,5002	0,4963	105,8672	23,9750	106,0780	24,0154	8,43	8,14
11A	2,5078	0,4933	125,7829	23,8404	126,4245	23,9671	25,58	25,68
11B	2,2059	0,5021	112,3290	23,9739	112,8963	24,1015	25,72	25,41
12A	2,5047	0,4903	112,4062	21,4673	112,9785	21,5768	22,85	22,33
12B	2,5040	0,4922	105,8666	22,8662	106,4362	22,9762	22,75	22,35
13A	2,5019	0,4992	113,1502	23,9714	113,9315	24,1293	31,23	31,63
13B	2,4991	0,4957	114,5050	22,8638	115,2889	23,0194	31,37	31,39
14A	2,4909	0,4911	113,6958	21,4664	114,4304	21,6121	29,49	29,67
14B	2,4960	0,4968	110,4189	23,8387	111,1684	23,9871	30,03	29,87
15A	2,5054	0,4928	125,7726	21,4693	126,2367	21,5580	18,52	18,00
15B	2,5049	0,4988	112,3225	23,9734	112,7754	24,0653	18,08	18,42
16A	2,4908	0,5027	112,4042	22,8628	112,9362	22,9696	21,36	21,25
16B	2,4969	0,5010	105,8635	23,8495	106,3942	23,9583	21,25	21,72
17A	2,5052	0,5049	113,1404	22,8618	113,7167	22,9760	23,00	22,62
17B	2,4970	0,4943	114,5096	23,8411	115,0813	23,9533	22,90	22,70
18A	2,5030	0,4971	113,6969	23,9688	113,7701	23,9815	2,92	2,55
18B	2,4989	0,4932	110,4207	21,4693	110,4928	21,4841	2,89	3,00
19A	2,5027	0,4962	125,7835	21,4671	126,2319	21,5554	17,92	17,80
19B	2,4996	0,5030	112,3254	23,9712	112,7755	24,05907	18,01	17,47
20A	2,4914	0,5057	112,4103	23,8390	112,7984	23,9188	15,58	15,78
20B	2,5080	0,4951	105,8626	22,8630	106,2612	22,9399	15,89	15,53
21A	2,5020	0,4975	125,7765	22,8634	126,1741	22,9394	15,89	15,28
21B	2,4982	0,4922	112,3206	21,4673	112,7264	21,5453	16,24	15,85
22A	2,4913	0,4992	112,3954	23,8417	113,0103	23,9653	24,68	24,76
22B	2,4923	0,4925	105,8610	23,9710	106,4861	24,0934	25,08	24,85

Tabla 3.2. Comparación de medias y desviaciones típicas según producto.

%GT= % de grasa total

MUESTRA	MACRO		MICRO	
	MEDIA (%GT)	DESVIACIÓN TÍPICA (%GT)	MEDIA (%GT)	DESVIACIÓN TÍPICA (%GT)
1	25,55	0,2121	25,45	0,0707
2	15,60	0,2828	15,65	0,0707
3	23,65	0,0707	23,75	0,2121
4	19,70	0,0000	19,55	0,0707
5	8,85	0,0707	9,05	0,2121
6	28,70	0,2828	28,95	0,6364
7	25,45	0,0707	25,15	0,2121
8	16,80	0,1414	16,50	0,2828
9	7,65	0,3536	7,55	0,0707
10	8,50	0,1414	8,25	0,2121
11	25,65	0,0707	25,55	0,2121
12	22,75	0,0707	22,30	0,0000
13	31,30	0,1414	31,50	0,1414
14	29,75	0,3536	29,80	0,1414
15	18,30	0,2828	18,20	0,2828
16	21,35	0,0707	21,45	0,3536
17	22,95	0,0707	22,65	0,0707
18	2,90	0,0000	2,80	0,2828
19	17,95	0,0707	17,65	0,2121
20	15,75	0,2121	15,65	0,2121
21	16,05	0,2121	15,85	0,7778
22	24,90	0,2828	24,85	0,0707

Fig. 3.1. Comparación de los resultados de % GT entre macro y micro Soxhlet

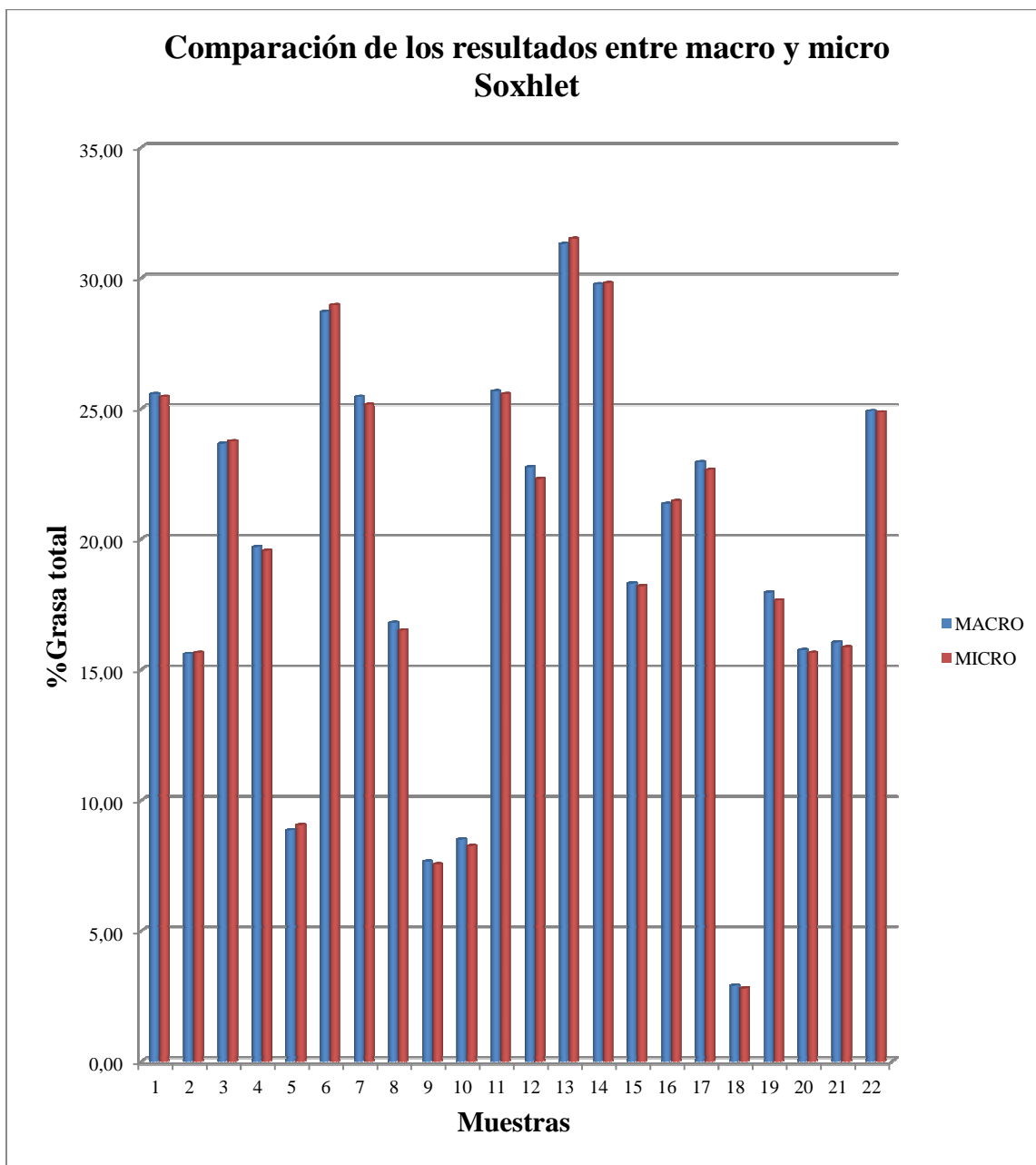
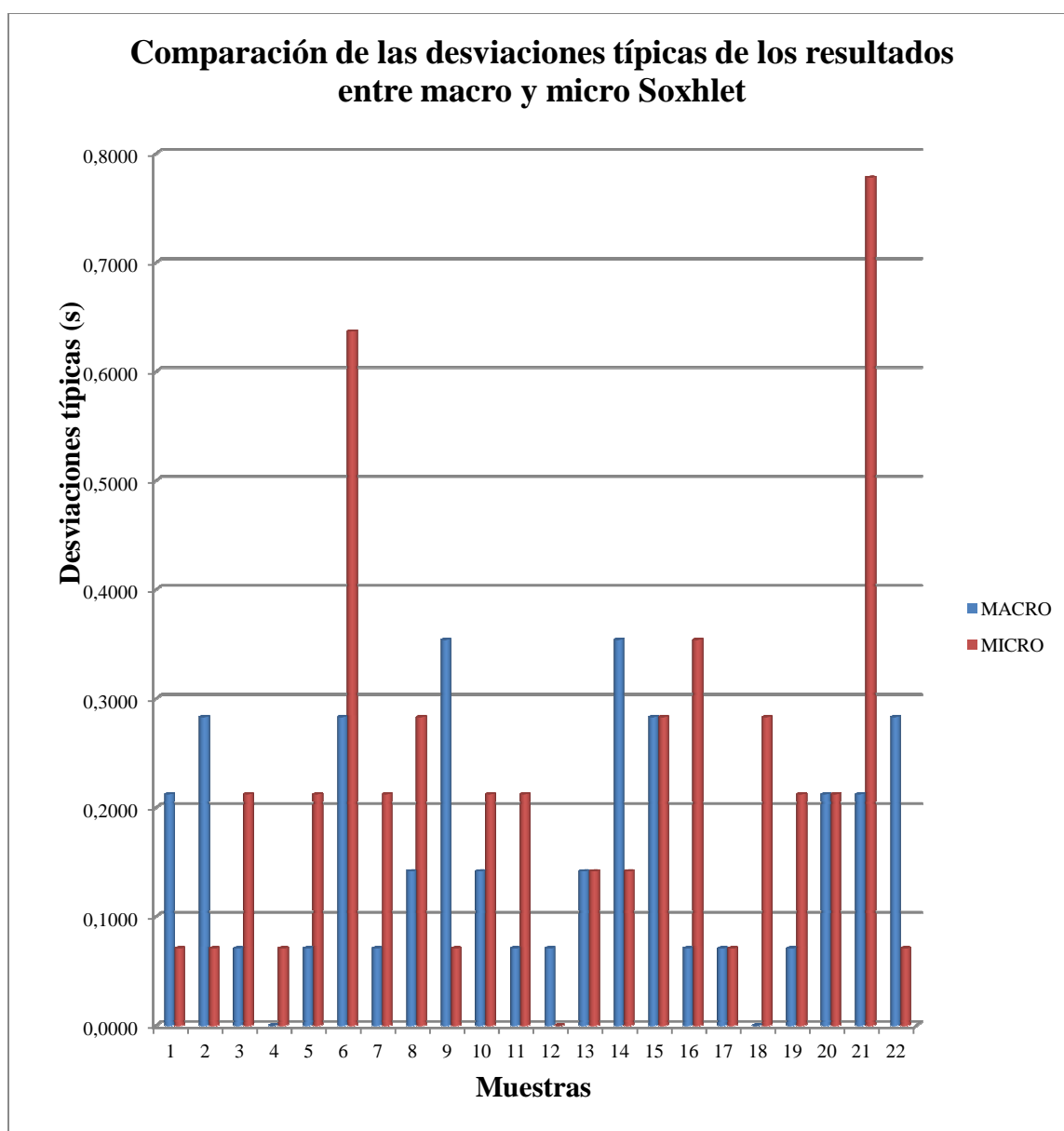


Fig. 3.2. Comparación de las desviaciones típicas de los resultados entre macro y micro Soxhlet



3.1.2. ANÁLISIS DEL ANOVA

Variable dependiente: % Grasa total

Se realizó el ANOVA agrupando los resultados de % grasa total de cada producto en bloques con lo que se determinó estadísticamente que no existió diferencia significativa entre los métodos macro y micro Soxhlet.

Para realizar el presente análisis se utilizó el programa SPSS.

Hipótesis: Si $\mu_1 = \mu_2$ Entonces $\tau = 0$ y no existe diferencia significativa entre los métodos.

Tabla 3.3. Resultados del análisis de ANOVA según producto.

ORIGEN		SUMA DE CUADRADOS TIPO III	GI	MEDIA CUADRÁTICA	F	Sig.
BLOQUES	HIPÓTESIS ERROR	4878,886	21	232,328	4562,801	0,00
Métodos	HIPÓTESIS	3,310	65	0,051 ^a	3,395	0,07
	ERROR	0,173	1	0,173		

3.2. COMPARACIÓN DE LOS CONSUMOS DE SOLVENTE

3.2.1. RECUPERACIÓN Y CONSUMO DE SOLVENTE EN MACRO SOXHLET

- **Cálculo solvente consumido**

Solvente consumido = solvente utilizado - solvente recuperado **Ecuación 3.2.**

- **Cálculo % recuperación del solvente**

% recuperación = solvente consumido/solvente utilizado *100 **Ecuación 3.3.**

Tabla 3.4. Datos de la recuperación y consumo de solvente en la técnica macro Soxhlet.

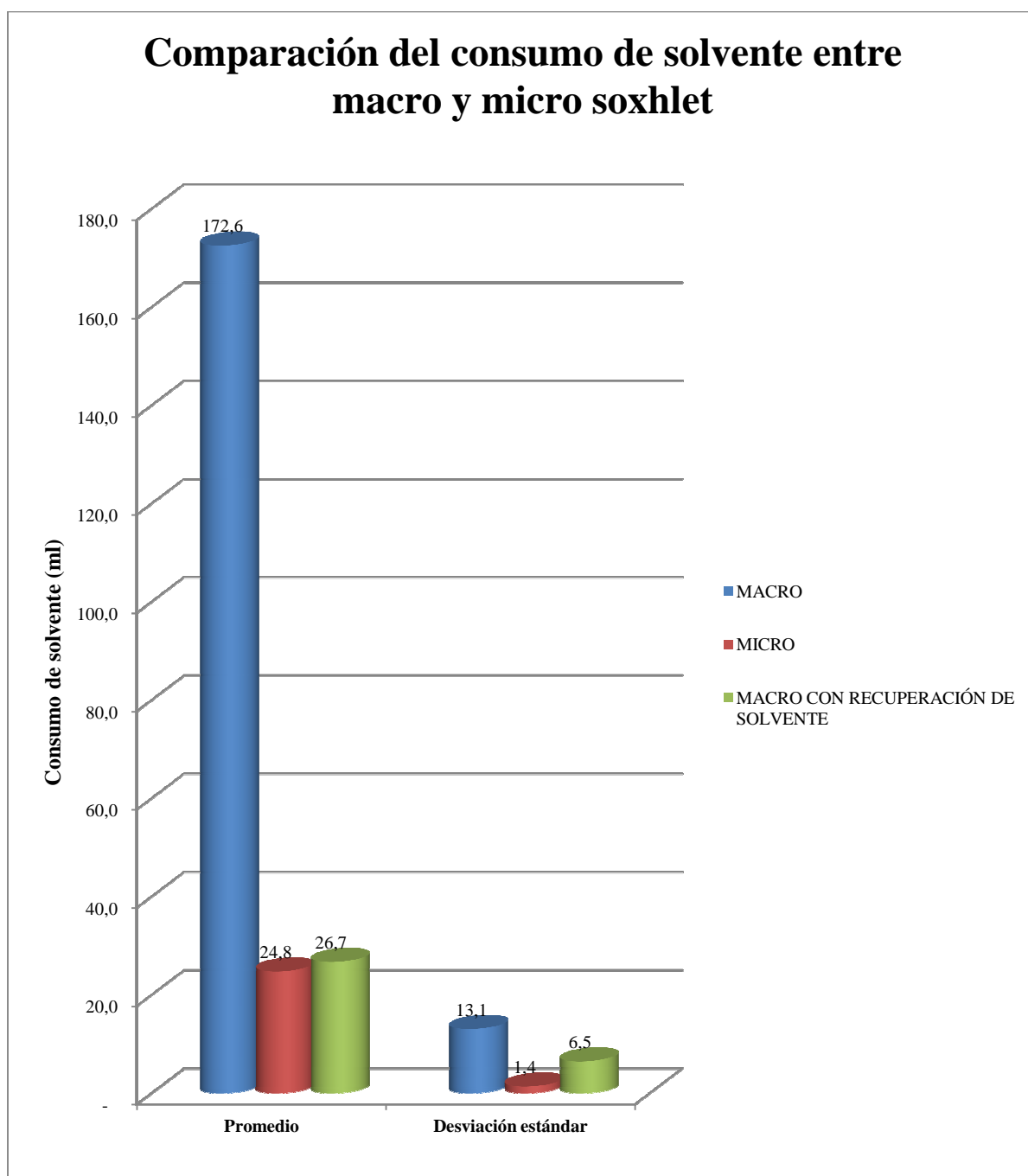
RECUPERACIÓN Y CONSUMO DE SOLVENTE EN MACRO SOXHLET				
Medición	Colacado (ml)	Recuperado (ml)	%Recuperación	Consumido (ml)
1	177,4	148,8	83,9	28,6
2	170,0	149,8	88,1	20,2
3	162,4	138,5	85,3	23,9
4	152,6	134,2	88,0	18,3
5	166,2	124,8	75,1	41,4
6	173,0	137,6	79,5	35,5
7	169,7	145,9	86,0	23,8
8	152,7	132,0	86,4	20,8
9	200,6	171,2	85,3	29,4
10	190,0	156,4	82,3	33,6
11	181,1	158,9	87,8	22,1
12	168,9	145,0	85,8	23,9
13	181,1	154,5	85,4	26,5
14	170,0	143,8	84,6	26,2
Promedio	172,6	145,8	84,5	26,7
Desviación estándar	13,1	12,2	3,6	6,5

3.2.2. CONSUMO DE SOLVENTE EN MICRO SOXHLET

Tabla 3.5. Tabulación de los valores de solvente consumidos en la técnica micro Soxhlet

MEDICIÓN	SOLVENTE CONSUMIDO MICRO SOXHLET (ml)
1	23,3
2	23,9
3	24,5
4	22,7
5	25,8
6	25,0
7	25,5
8	23,3
9	26,1
10	24,7
11	22,9
12	27,3
13	26,5
14	23,6
15	25,6
16	25,9
Promedio	24,8
Desviación estándar	1,38
Mediana	24,8

Fig. 3.3. Comparación de consumo de solvente de las técnicas macro y micro Soxhlet



3.2.1. PRUEBA T INDEPENDIENTE CON VARIANZAS NO HOMOGENEAS

Tabla 3.6. Parámetros estadísticos de recuperación de solvente en macro y micro Soxhlet.

Para realizar los cálculos estadísticos del consumo de solvente mediante las dos técnicas objeto de estudio se tomaron los datos de masa de solvente.

MÉTODO		N	MEDIA	DESVIACIÓN TÍPICA	ERROR TÍPICO DE LA MEDIA
RECUPERACIÓN	MACRO	14	17,643	4,2692	1,141
	MICRO	16	16,363	0,9077	0,2269

Tabla 3.7. Prueba de Levene para igualdad de varianzas y Prueba T para igualdad de medias.

De los resultados obtenidos luego de la prueba de Levene se observa que las varianzas son diferentes en los dos métodos por lo que se trataron los datos estadísticamente bajo esa

hipótesis. Adicionalmente vemos que no existe diferencia significativa entre las medias cuando comparamos las dos técnicas.

		PRUEBA DE LEVENE PARA IGUALDAD DE VARIANZAS		PRUEBA T PARA IGUALDAD DE MEDIAS				
		F	Sig.	t	gl	Sig. (bilateral)	DIFERENCIA DE MEDIAS	ERROR TÍPICO DE LA DIFERENCIA
RECUPERACIÓN	SE HAN ASUMIDO VARIANZAS IGUALES	14,926	0,001	1,173	28	0,251	1,2804	1,092
	NO SE HAN ASUMIDO VARIANZAS IGUALES			1,101	14,03	0,29	1,2804	1,1633

3.3. COMPARACIÓN DE LOS TIEMPOS DE ANÁLISIS

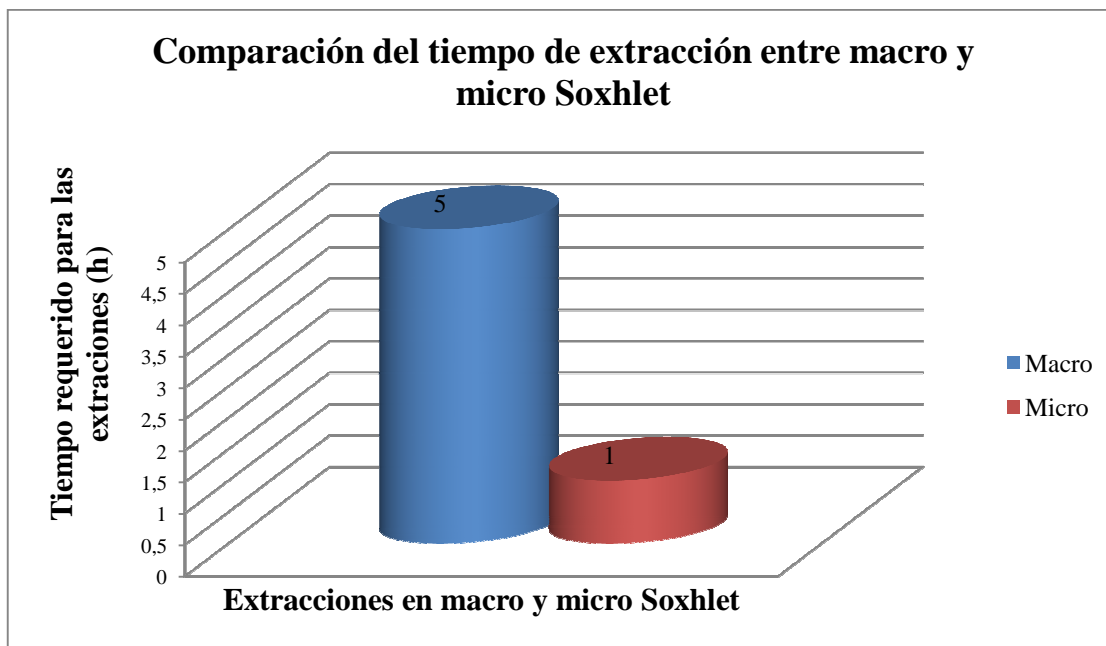
Relación de tiempo= Horas requeridas macro/ Horas requeridas micro **Ecuación 3.4.**

Relación de tiempo= 5:1

Tabla 3.8. Comparación los tiempos de análisis necesarios para macro y micro Soxhlet.

CONSUMO DE TIEMPO EN LOS ANÁLISIS	
	NÚMERO DE HORAS REQUERIDAS (h)
MICRO SOXHLET	1
MACRO SOXHLET	5

Fig. 3.4. Comparación del tiempo de extracción entre macro y micro Soxhlet



3.4. COMPARACIÓN DEL CONSUMO DE ENERGÍA ELÉCTRICA

Tabla 3.9. Comparación del consumo de energía eléctrica en macro y micro Soxhlet

CONSUMO DE ENERGÍA ELÉCTRICA			
	NÚMERO DE PLACAS DE CALENTAMIENTO UTILIZADAS	NÚMERO DETERMINACIONES REALIZADAS/PLACA	TIEMPO (h)
MICRO SOXHLET	1	4	1
MACRO SOXHLET	1	2	5

Realizando la comparación se tiene que:

Relación = placa utilizadas en macro/ placa utilizadas en micro **Ecuación 3.5.**

Relación consumo de energía eléctrica = 4/2

Relación consumo de energía eléctrica = 2:1

Relación de comparación de energía eléctrica en todo el tiempo de los análisis

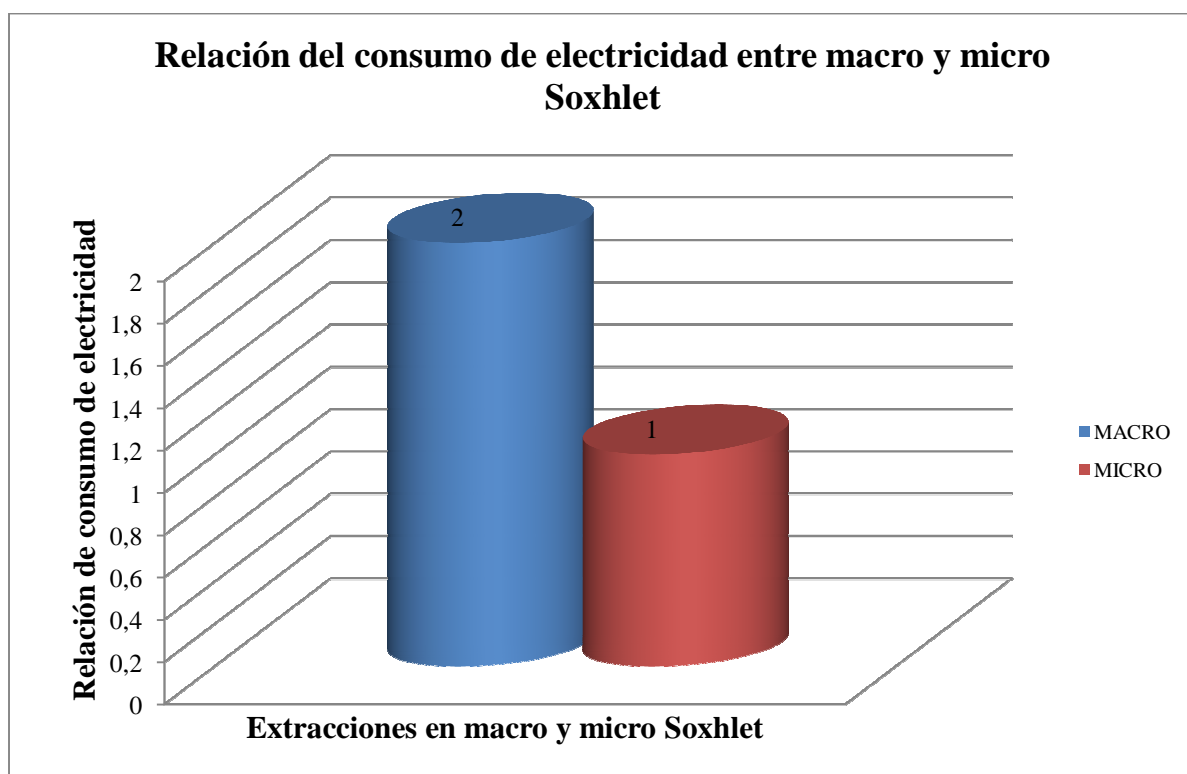
Relación consumo total de electricidad=electricidad macro*t/electricidad micro*t **Ecuación3.6.**

Relación consumo total de electricidad = $2 \cdot 5 / 1 \cdot 1$

Relación del consumo total de electricidad = 10:1

t = tiempo total de extracción

Fig. 3.5. Relación del consumo de electricidad entre macro y micro Soxhlet



3.5. COMPARACIÓN DEL CONSUMO DE AGUA

Relación entre medias del agua consumida mediante los dos métodos

Relación del consumo de agua = consumo en macro / consumo en micro **Ecuación 3.7.**

Relación de consumo de agua = 31.84 / 20.82

Relación de consumo de agua = 1.53

Relación de comparación del agua total utilizada en todo el tiempo de extracción

Relación consumo total de agua = agua macro*t / agua micro*t **Ecuación 3.8.**

Relación consumo total de agua = 1.53*5/1*1

Relación del consumo total de agua = 7.65:1

t = tiempo total de extracción

Tabla 3.10. Comparación del agua utilizada en los análisis macro y micro Soxhlet.

Tomado en un día de análisis con un volumen constante de 500 ml.

°	TIEMPO DE CONSUMO DE AGUA	
	MACRO SOXHLET(s)	MICRO SOXLET (s)
1		
2	33,20	22,23
3	33,35	20,00
4	29,41	19,50
5	29,62	21,12
6	32,55	22,00
7	33,01	19,54
8	32,09	20,33
9	30,35	21,54
10	31,66	20,82
11	33,12	21,15
PROMEDIO	31,84	20,82
DESVIACIÓN TÍPICA	1,52	0,97

Cálculo de la cantidad total de agua utilizada en los análisis macro Soxhlet y micro Soxlet

$$[t_3 * V]/t_4 = V_2 \text{ Ecuación 3.9.}$$

t_3 = Tiempo total del análisis (s).

t_4 = tiempo medio medido a (500 ml).

V = volumen de agua de tomado para la medición del tiempo (500 ml).

V_2 = volumen de agua gastado en todo el análisis.

Macro Soxhlet

$$[18000(s)*0.5(l)] / 31.84 \text{ s} = 282.66 \text{ (l)}$$

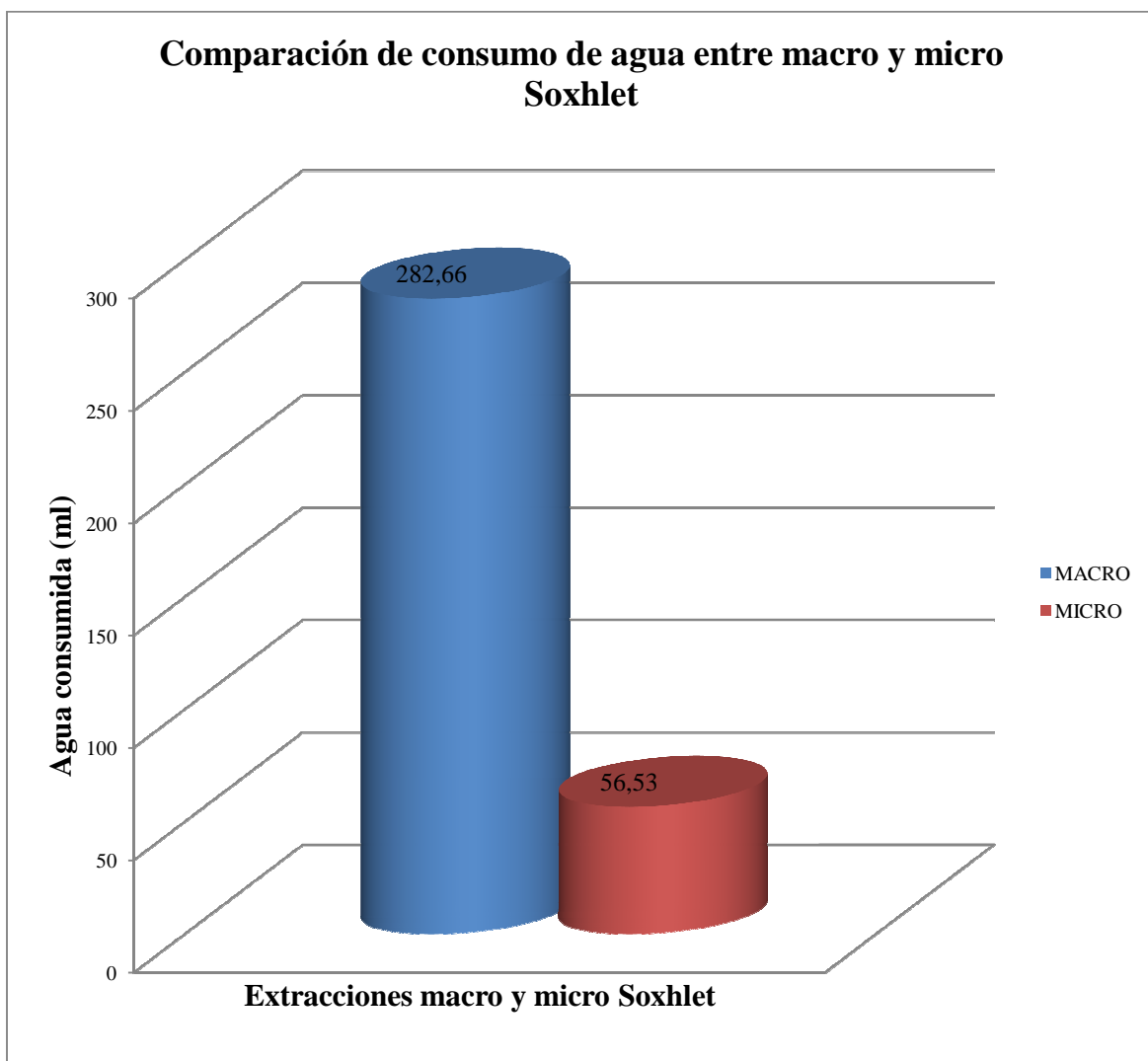
En macro Soxhlet se gastaron 339.2 (l) de agua si se considera que la presión del agua fue constante.

Micro Soxhlet:

$$[3600(s)*0.5(l)] / 31.84 \text{ s} = 56.53 \text{ (l)}$$

En micro Soxhlet se gastaron 56.53 (l) de agua si se considera que la presión del agua fue constante.

Fig. 3.6. Comparación de consumo de agua entre macro y micro Soxhlet



3.6. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

- En los resultados del % de grasa total, en las matrices analizadas, existe una diferencia promedio entre paralelas de 0.22% para macro Soxhlet y 0.30% para micro Soxhlet; lo que quiere decir que hay una diferencia promedio de variación de 0.08% entre los métodos. El método tomado como referencia específica que la diferencia de los resultados no debe ser superior al 2% del promedio.
- Analizando los resultados del ANOVA de los datos del % de grasa total en micro y macro Soxhlet encontramos que no existe diferencia significativa entre los dos métodos en cuanto a la calidad de resultados.
- A partir de los valores del % de grasa total en las muestras se observa que cada matriz tiene valores diferentes del mismo; que varían acorde a la marca y al producto; observando que la pasta mil hojas es la que presenta la mayor desviación típica esto debido a la heterogeneidad de su composición.
- Al realizar el tratamiento estadístico de la cantidad de solvente consumido en macro Soxhlet encontramos una media de 26.7 ml de n-hexano y en micro Soxhlet 24.8 ml. La recuperación del solvente en la técnica macro fue en promedio de 84.5% y los datos del ANOVA nos indica que no existe diferencia significativa entre los dos métodos.
- La técnica micro Soxhlet requiere 1 hora para la extracción mientras que la macro Soxhlet 5 horas; lo que nos permite inferir que con la técnica micro ahorramos tiempo de trabajo del analista.

- En los análisis micro Soxhlet con una placa de calentamiento se realizan 4 determinaciones y en macro Soxhlet para el mismo número de determinaciones se requiere 2 placas de calentamiento. Con lo cual podemos observar que para trabajar en macro se necesitan el doble de espacio y placas de calentamiento que en micro.
- El consumo de energía en macro Soxhlet es 10 veces mayor que la requerida para micro Soxhlet esto se debe al tamaño de los equipos y los tiempos de análisis.
- El volumen promedio de agua que se gasta en macro Soxhlet, considerando que no haya variación de presión del agua y para cuatro equipos conectados en serie, es de 339.20 (l). El volumen promedio para micro en iguales condiciones es de 56.53 (l); está es agua limpia que va al sumidero. Se midió el tiempo que tardaron cada uno de los equipos Soxhlet (macro y micro) conectados en serie para cuatro determinaciones en llenar un volumen constante de 500 ml.; encontrándonos con que la media para macro Soxhlet fue de 31.84 (s) con una desviación típica de 1.52 y para micro Soxhlet un media de 20.82 (s) con una desviación de 0.97. Los valores de desviación típica nos indican que no hubo variaciones en la presión del agua bruscas al momento del análisis; pero si existió variación.

4. CAPÍTULO IV

4.1. CONCLUSIONES

Mediante el presente trabajo se ha confirmado la hipótesis que entre las técnicas macro y micro Soxhlet no existe diferencia significativa en lo referente a calidad de resultados y consumo de solvente. Pero es muy importante destacar que en cuanto a tiempo de análisis, consumo de agua, electricidad y espacio físico la técnica micro Soxhlet consume la quinta parte de recursos que la macro Soxhlet. Los métodos macro y micro Soxhlet son eficaces, es decir, producen igual calidad de resultados. Sin embargo el micro Soxhlet es eficiente ya que los recursos se optimizan al máximo.

En el método micro Soxhlet la cantidad de muestra necesaria es cinco veces menor que para macro Soxhlet por lo que cuando se requiera extraer grasa de un analito del cual no se tenga grandes cantidades de muestra este método se vuelve factible con resultados confiables. Adicionalmente el proceso micro Soxhet es mucho más amigable con el ambiente ya que utiliza consume mínimamente recursos no renovables.

Los costos del equipo son inferiores en micro Soxhlet. Hay que notar que si bien en macro Soxhlet, gracias a la recuperación del solvente, consume la misma cantidad de disolvente

que en micro; se debe comprar 6.5 veces más solvente que en la técnica macro, lo cual representa una ventaja adicional para la técnica micro, que al trabajar con cantidades mínimas de solvente (los cuales son inflamables y nocivos para la salud) se reducen riesgos en almacenamiento, manipulación y la posibilidad de daños graves para personas, materiales e instalaciones.

La técnica micro Soxhlet es un método viable en la búsqueda de resultados confiables en menor tiempo, con menores costos y se puede aplicar a una gran variedad de matrices sólidas; al trabajar con cantidades pequeñas de reactivos y muestra exige de los estudiantes y analistas trabajar con responsabilidad en cada uno de los procesos del método para evitar errores sistemáticos; ya que eso influenciaría en los resultados más que en la técnica macro.

4.2. RECOMENDACIONES

- Se recomienda que se utilice la técnica micro Soxhlet en los análisis del % de grasa total ya que es equivalente en gasto de solvente y calidad de resultados. Adicional a ello se gana mucho en tiempo y se trabaja eficientemente.
- Se exhorta a que se realicen más estudios de comparación de macro y micro escala debido a que beneficiará tanto a estudiantes como a maestros en los centros de enseñanza disminuyendo la cantidad de espacio necesario, el peligro de accidentes, menor contaminación ambiental y menores costos. Adicionalmente se podría utilizar el tiempo que se reduzca en los análisis en reforzar los conocimientos teóricos.
- Se sugiere que se reutilice o por lo menos se recicle el agua que se utiliza en esta técnica y en todas las técnicas que utilizan refrigerantes; ya que si bien el costo monetario no es tan alto el costo a nivel ambiental es inmenso; el ser humano puede vivir sin petróleo, sin comodidades pero sin agua es imposible.
- Al aplicar la técnica micro Soxhlet se debe trabajar seguir con responsabilidad todas las normas tanto de seguridad como de manipulación para que no existan errores sistemáticos que afectarían los resultados.
- La técnica macro Soxhlet ha sido probada durante mucho tiempo obteniéndose excelentes resultados a tal punto que se la utiliza como referencia cuando se estudian otras técnicas; por lo que se recomienda sea investigada para desarrollarla en otro tipo de matrices sólidas que contengan material graso.

BIBLIOGRAFÍA

- Arnaiz, Francisco, ANALES DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE QUÍMICA, Microescal en laboratorios de química una revolución imparable, Departamento de Química Universidad de Burgos, (1999).
- Badui S. QUÍMICA DE LOS ALIMENTOS, 3ed. 5reimpresión Editorial Alambra Mexicana. México (1999) 648pp.
- Bohinski, BIOQUÍMICA, 5ed, Editorial Addison Wesley, México, (1998), 719pp.
- Cervantes, Beatriz, MANUAL PEDAGÓGICO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA EN MICROESCALA, Universidad Iberoamericana, 3ed, México, (2009) 301pp.
<http://biblioteca.utp.edu.co/tesisdigitales/texto/5421P613.pdf>.
- Coultate, T.P. MANUAL DE QUÍMICA Y BIOQUÍMICA DE LOS ALIMENTOS, 3ed, Editorial Acribia, Zaragoza (2007) p.p. 423.
- FAO, GRASAS Y ACEITES EN LA NUTRICIÓN HUMANA, Deposito de documentos de la FAO, Estudio FAO Alimentación y nutrición-57, (2008)
<http://www.fao.org/docrep/v4700s/v4700s00.HTM>.
- Food302, LABORATORY MANUAL, (Diciembre 1999),
<http://www.agsci.ubc.ca/fnh/courses/food302/index.htm>.
- Gómez, F, FUNDAMENTOS PARA MÉTODOS DE ANÁLISIS DE ALIMENTOS, Editorial CCC Educando, Buenos Aires, (2001).

- INEN, NORMA INEN 778, Determinación de grasa total en productos cárnicos, (1996).
- Lawrance, J. FOOD CONSTITUENTS & FOOD RESIDUES. Macel Dekker, Inc. Estados Unidos (1984) 617p.p.
- Miller, J.C., ESTADÍSTICA PARA QUÍMICA ANALÍTICA, 2ed, Addison Wesley Iberoamericana, (2008).
- Nollet, L. HANDBOOK OF FOOD ANÁLISIS. Vol 1. Marcel Dekker, Inc. Estados Unidos (1996) 1088p.p.
- Piedrahita, Carolina, ESTUDIO Y PROPUESTA PARA LA IMPLEMENTACIÓN A MICROESCALA DE LAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE QUÍMICA I Y II DE LA UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA, Universidad Tecnológica de Pereira, (2007),33pp.
- Ranken, Md y R.C Kill. FOOD INDUSTRIES MANUAL. Ed Blackie Academics & Professional, Gran Bretaña (1997) 650p.p
- Ruiz, Manuel, BIOQUÍMICA ESTRUCTURAL, Editorial Alfaomega, México (1999) 315p.p.
- Sánchez, Julio, DISEÑO EXPERIMENTAL, Nueva reimpresión, Quito (2008), 235p.p.
- Zorzal, Andrea, GOLONDRINA, (2010) <http://luz-quimica-zorzal.blogspot.com/2009/06/omingo-21-de-junio-de-2009-luz-resumen.html>.

ANEXO 1

Procedimiento para determinar materia grasa

ANEXO 2

Tablas de resultados previa toma de muestras

ANEXO 3
Fotos de equipos

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL ECUADOR

DECLARACIÓN Y AUTORIZACIÓN

Yo, Pamela Alexandra Arias Luna con CI 170991590-2, autora del trabajo de graduación titulado “Extracción de grasas por micro Soxhlet frente a la técnica convencional macro Soxhlet en productos alimenticios de mayor consumo en la ciudad de Quito” previa la optención del grado académico de LICENCIADA EN CIENCIAS QUÍMICAS en la Facultad de Ciencias exactas y Naturales:

1.-Declaro tener pleno conocimiento de la obligación que tiene la Pontificia Universidad Católica del Ecuador, de conformidad con el artículo 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior, de entregar a la SENESCYT en formato digital una copia del referido trabajo de graduación para que sea integrado al Sistema Nacional de Información de la Educación Superior del Ecuador para su difusión pública respetando los derechos de autor.

2.-Autorizo a la Pontificia Universidad Católica del Ecuador a difundir a través del sitio web de la Biblioteca de la PUCE el referido trabajo de graduación, respetando las políticas de propiedad intelectual de la Universidad.

Quito, 14 de abril de 2011

.....

Srta. Pamela Arias

CI:170991590-2