

Determinación del Contenido de Grasas Sólidas (SFC) en Grasas Comestibles utilizando el Analizador de RMN *SPIN Track*

1. Introducción

La calidad de alimentos que contienen grasas depende mucho en el contenido de grasas sólidas (SFC) que caracterizan el comportamiento de cristalización a diferentes temperaturas. El análisis de SFC es una medición esencial en las industrias de panadería, confitería y grasas comestibles y está basada en la determinación de la curva de fundición. Los métodos tradicionales para la determinación del SFC son muy lentos y no reproducibles y además requieren productos químicos adicionales (e.g. dilatometría). Durante los últimos años RMN se ha establecido como el método preferido para la determinación del SFC. El análisis del SFC por RMN es muy rápido y preciso.

2. Método

Existen dos métodos para el análisis del SFC por RMN: El Indirecto y el Directo. El método Indirecto se basa en la medición de la fase líquida de la muestra. Es necesario pesar las muestras para mantener un volumen constante. Así, puede ser caracterizado como un método complicado. El método Directo se basa en el cálculo directo de la proporción entre la fase sólida y la fase líquida de la muestra, pero es necesario un dispositivo de RMN por pulsos de alta precisión con una frecuencia de operación de 20 MHz. ó más. Sólo hay que introducir la muestra en la sonda.

Entonces el método se basa en la medición directa de la proporción de la fase sólida y líquida de la muestra. Para conseguirlo necesitamos dos puntos de la señal de decaída por inducción libre (FID) debido a que la señal de la fase sólida decae mucho más rápida que la señal de la fase líquida. La FID es la señal resultante de la aplicación de un pulso de radio-frecuencia causando la excitación de la muestra y la relajación de los protones de hidrógeno a su estado de equilibrio. El amplitud de la FID en el punto S corresponde al total de las dos fases (sólidas + líquidas) mientras el amplitud de la FID en el punto L corresponde a solo la fase líquida. La proporción específica puede ser calculada

usando la formula enseñada en Fig.1. La proporción dada como resultado de la formula es conocida como el valor SFC de la muestra.

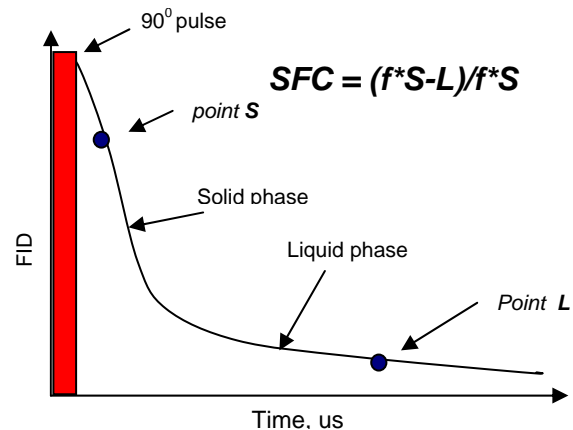


Fig. 1. El cálculo del SFC utilizando la FID

Las mediciones son muy exactas cuando el punto S corresponde al amplitud máximo de la FID, pero no es el caso porque no es posible medir punto S inmediatamente después de aplicar el pulso debido al 'tiempo muerto' – unos pocos microsegundos mientras la señal de resonancia disminuye en el circuito de la sonda. La duración del 'tiempo muerto' debe ser mínimo para asegurar mediciones más precisas. El factor-F (f) permite predecir el valor del amplitud máximo de la FID (S) inmediatamente después del pulso de RF y puede ser determinado mediante la medición de algunas muestras con el resultado del SFC conocido previamente.

3. Equipo de RMN



Fig. 2. Analizador de RMN *Spin Track*

El analizador de RMN **Spin Track** (Fig. 2) de Resonance System Ltd. es ideal para mediciones SFC debido al 'tiempo muerto' corto del receptor (<8 microsegundos), su velocidad alta de adquisición y su buena relación señal a ruido que facilitan mediciones muy reproducibles y precisos. Su poco peso y portabilidad permiten su utilización en análisis de rutina en la línea de producción y en laboratorios avanzados para análisis más complicado. **Spin Track** cumple los requerimientos de las normas internacionales como **AOCS Cd 16b-93**, **AOCS Cd 16-81 revised in 2000**, **ISO 8292**, **IUPAC 2.150**.

Spin Track está construido utilizando la electrónica más moderna. Su manejo es muy sencillo debido a su automatización. Sólo es necesario la pulsación de un botón para inicializar el análisis.

4. Medición y Calibración

El volumen de la muestra es de 1-3 ml. Los análisis de SFC ciclan para una curva de fundición de 6 puntos usando contenedores especiales con termostatos para las muestras:

- Fundición a 80..100°C durante 15 min.
- Mantener temperatura de la muestra a 60°C durante 5-15 min.
- Mantener temperatura de la muestra a 0°C durante 60 min.
- Mantener cada muestra a la temperatura requerida para su análisis (típicamente 10°C / 15°C / 20°C / 25°C / 30°C / 35°C) durante 30 -35 min.

Se introducen todas las muestras una por una en la sonda y comenzar el proceso del análisis SFC durante 6 segundos. El ciclo completo necesita ≈110 min. Es posible usar una sola muestra para el ciclo entero pero con la retención de la muestra en las diferentes temperaturas este método necesitará doble el tiempo ≈230 min.

La rutina de calibración se hace utilizando un juego de patrones originales desarrollado por Resonance Systems Ltd. El juego contiene muestras con 25%, 50% y 75% de fase sólida. Calibración a diario del analizador es muy importante para obtener resultados correctos.

En Fig. 3 se ve una curva de Calibración típica del analizador **Spin Track**. La muestra de 0% SFC es agua destilado y la muestra de 100% SFC es PMMA.

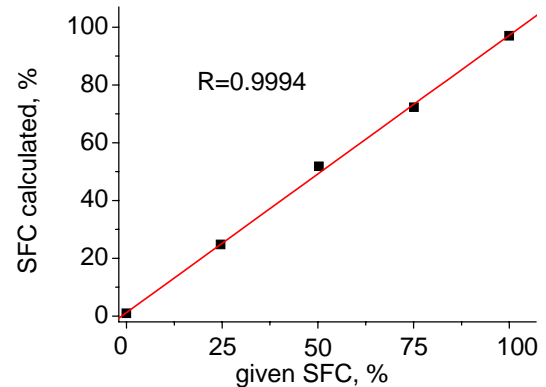


Fig. 3. Típica curva de calibración del analizador **Spin Track**

La rutina de calibración se hace utilizando un juego de patrones originales desarrollado por Resonance Systems Ltd. El juego contiene muestras con 25%, 50% y 75% de fase sólida. Calibración a diario del analizador es muy importante para obtener resultados correctos. En Fig. 3 se ve una curva de Calibración típica del analizador **Spin Track**. La muestra de 0% SFC es agua destilado y la muestra de 100% SFC es PMMA.

El analizador de RMN **Spin Track** que ha sido calibrado utilizando el juego de patrones originales de Resonance Systems Ltd. tiene una reproducibilidad excelente. Resultados de una prueba de certificación del analizador por el Centro de Certificación y Metrología están mostrados en la Tabla 1.

Tabla 1

| % SFC | 1º día | 2º día | 7º día |
|-------|--------|--------|--------|
| 23.6 | 23.3 | 24.0 | 23.8 |
| 35.4 | 35.4 | 35.5 | 35.2 |
| 47.6 | 47.5 | 47.5 | 47.3 |
| 56.3 | 56.5 | 56.5 | 56.4 |
| 76.8 | 76.5 | 76.9 | 76.6 |

Todas las muestras han sido analizadas con el analizador de RMN **Spin Track** y las mediciones han sido repetidas después de 1 día, 2 días y 7 días. Las muestras se guardaban en condiciones estables de temperatura y humedad durante este periodo.

Las muestras de Calibración (patrones) deben ser almacenados en posición vertical a 20-23°C y 25-30% de humedad del aire. No debe exponerlos a la luz del sol ni a fuentes de mucho calor.

5. Programas

Todos los procesos están ejecutados mediante el programa original **Relax** desarrollado por Resonance Systems Ltd.

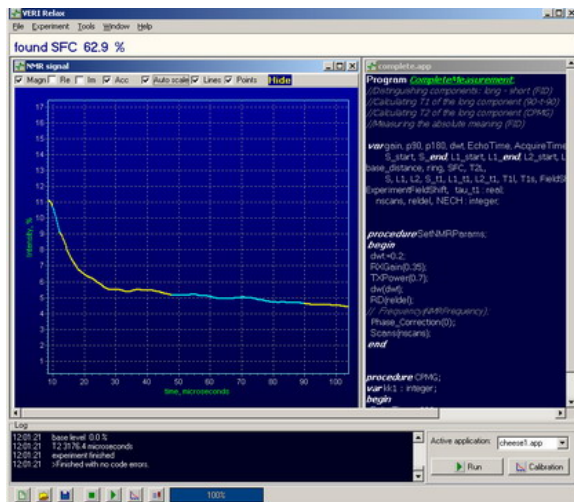


Fig. 4. Una pantalla del programa **Relax**

Relax aporta:

- Calibración automática
- Mediciones automáticas
- Determinación simultanea del contenido graso y humedad
- Generación automática de resúmenes
- Comprobación de datos
- Control diario del analizador
- Comprobación funcional de los módulos

Relax utiliza un lenguaje basado en Pascal y los experimentos son fácilmente programados por el operador. Todas las mediciones básicas están incorporadas y incluidas en el paquete.

6. Contactos

Para información adicional, le rogamos ponerse en contacto con nuestras especialistas en aplicaciones.

R&D departamento:

424000, Russian Federation, Mary El,
Yoshkar-Ola, Mary State Technical University,
Lenin sq., 3, Physics department.

Móvil: +7 906 1397409

Teléfonos: +7 8362 654833
+7 8362 990865

Fax: +7 8362 410872

E-mail: lg@mobilenmr.com

URL: <http://www.mobilenmr.com/sp/>