

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON  
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS



DESARROLLO DE UN METODO ANALITICO PARA  
LA DETERMINACION DE ACEITES VEGETALES  
BROMADOS EN REFRESCOS POR CROMATOGRAFIA  
DE LIQUIDOS DE ALTA RESOLUCION

POR  
MA. MAYELA DE LA FUENTE DAVILA

Como requisito parcial para obtener el Grado de  
MAESTRIA EN CIENCIAS QUIMICAS  
CON ESPECIALIDAD EN QUIMICA ANALITICA

CD. UNIVERSITARIA

ABRIL DE 1997

TM

TP680

F8

c.1



1080074505

**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON**  
**FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS**



**DESARROLLO DE UN METODO ANALITICO PARA LA DETERMINACION  
DE ACEITES VEGETALES BROMADOS EN REFRESCOS POR  
CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS DE ALTA RESOLUCION**

**POR**

**MA.MAYELA DE LA FUENTE DAVILA**

Como requisito parcial para obtener el Grado de  
**MAESTRIA EN CIENCIAS QUIMICAS** con  
Especialidad en Química Analítica

**CD.UNIVERSITARIA**

**ABRIL DE 1997**

TM  
TP680  
F8



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

DESARROLLO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN  
DE ACEITES VEGETALES BROMADOS EN REFRESCOS POR  
CROMATOGRFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN

Por

MA. MAYELA DE LA FUENTE DÁVILA

Como requisito parcial para obtener el Grado de  
MAESTRÍA EN CIENCIAS QUÍMICAS con  
Especialidad en Química Analítica

DIRECTOR DE TESIS

DR. ARMANDO GARCÍA LUNA

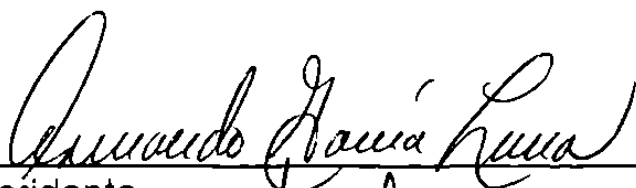


DESARROLLO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN  
DE ACEITES VEGETALES BROMADOS EN REFRESCOS POR  
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN

Aprobación de la Tesis:

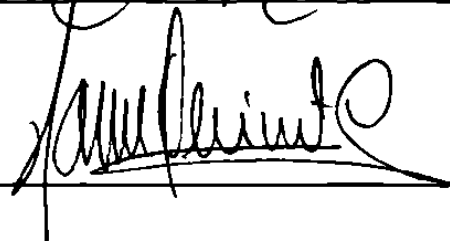
Dr. Armando García Luna

Presidente



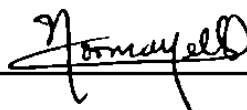
Dr. Ramiro Quintanilla Licea

Secretario



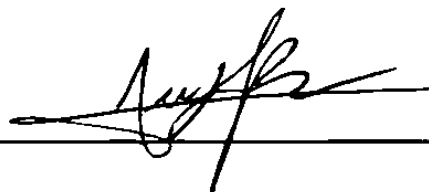
Dra. Norma Nelly Treviño Flores

Vocal



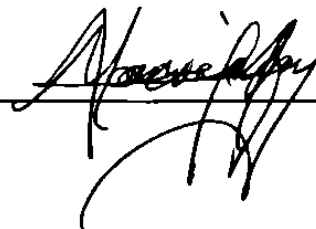
Dr. Juan Manuel Alfaro Barbosa

Vocal



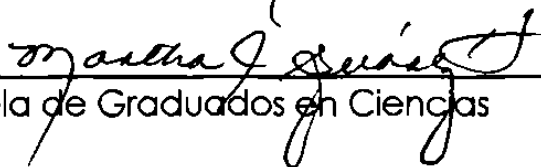
Dr. Javier Macossay Torres

Vocal



M.C. Martha A. Suárez Herrera

Coordinadora de la Escuela de Graduados en Ciencias



*A Rogelio, por el invaluable apoyo que incondicionalmente me brinda en todo momento, le dedico esta tesis, y le doy las gracias por compartir mis sueños y ayudarme a alcanzarlos.*



## AGRADECIMIENTOS

*Quiero expresar mi más sincero agradecimiento al Dr. Armando García Luna, Asesor de esta Tesis, quién al brindarme la oportunidad de trabajar en los laboratorios de CEDETEC me permitió no solo desarrollar este trabajo sino iniciarme en el interesante campo de la investigación.*

*Al Dr. José María Viader Salvadó y a la Dra. Noemi Waksman de Torres, por su interés en la revisión del anteproyecto de Tesis. En particular agradezco al Dr. Viader su valiosa sugerencia acerca del uso de la técnica de extracción en fase sólida.*

*Al Dr. Ramiro Quintanilla Licea, Dra. Norma Nelly Treviño Flores, Dr. Juan Manuel Alfaro Barbosa y Dr. Javier Macossay Torres, miembros del Comité de Tesis, quiénes cedieron parte de su valioso tiempo para la revisión del borrador de Tesis.*

*Sin el apoyo material y económico que obtuve de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Nuevo León, hubiera sido imposible la realización de esta investigación. Por ello quiero agradecer al M.D.O. Andrés Cerda Onofre y a la M.D.O. Gloria Esquivel Zamora las facilidades que me brindaron para el inicio de este proyecto, y al Ing. José Manuel Martínez Delgado y a la Q.F.B. Gloria Nelly Páez Garza quiénes me apoyaron en la conclusión del mismo.*

*Así mismo quiero agradecer a la Secretaría Académica de la Universidad Autónoma de Nuevo León por el apoyo económico otorgado para la realización de esta Tesis.*

*Un agradecimiento muy especial a mi familia, en particular a mis padres, Ing. Manuel de la Fuente y Sra. Carmen Dávila, por el apoyo moral que siempre me han brindado.*

# TABLA DE CONTENIDO

Capítulo	Página
INTRODUCCIÓN . . . . .	1
1. ANTECEDENTES . . . . .	3
1.1 Naturaleza Química de los Aceites Vegetales Bromados . . . . .	3
1.2 Aplicación de los Aceites Vegetales Bromados . . . . .	5
1.3 Regulación de los Aceites Vegetales Bromados . . . . .	7
1.4 Métodos de Análisis de Aceites Vegetales Bromados . . . . .	8
1.5 Objetivos del Trabajo . . . . .	15
1.5.1 Objetivo General . . . . .	15
1.5.2 Objetivos Específicos . . . . .	15
2. MATERIALES Y MÉTODOS . . . . .	17
2.1 Reactivos y Equipos . . . . .	17
2.1.1 Reactivos . . . . .	17
2.1.2 Equipo . . . . .	20
2.2 Caracterización por CLAR de los Ésteres Metílicos y de sus Derivados Bromados . . . . .	24
2.2.1 Introducción . . . . .	24
2.2.2 Desarrollo del Método Cromatográfico de Análisis por CLAR . . . . .	25
2.3 Elaboración de Curvas de Calibración . . . . .	27
2.4 Caracterización por CLAR de AVB . . . . .	29
2.4.1 Transesterificación de los Aceites Vegetales y de sus Derivados Bromados . . . . .	29

2.4.2	Análisis de los Aceites Vegetales y de sus Derivados Bromados . . . . .	32
2.5	Tratamiento de la Muestra . . . . .	33
2.5.1	Introducción . . . . .	33
2.5.2	Preparación de la Muestra . . . . .	34
2.5.3	Extracción del AVB del Refresco . . . . .	35
2.5.4	Transesterificación y Recuperación de los Ésteres Metílicos . . . . .	36
2.5.5	Análisis por CLAR . . . . .	36
2.6	Análisis de un Refresco . . . . .	36
3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN . . . . .	38
3.1	Caracterización por CLAR de los Ésteres Metílicos y de sus Derivados Bromados . . . . .	38
3.1.1	Análisis Cromatográfico por el Método Isocrático . . . . .	38
3.1.2	Análisis Cromatográfico por el Método Gradiente . . . . .	48
3.2	Elaboración de Curvas de Calibración . . . . .	51
3.3	Caracterización por CLAR de AVB . . . . .	52
3.3.1	Transesterificación de Aceites Vegetales y de sus Derivados Bromados . . . . .	52
3.3.2	Análisis de los Aceites Vegetales y de sus Derivados Bromados . . . . .	54
3.4	Tratamiento de la Muestra . . . . .	57
3.5	Análisis de un Refresco . . . . .	58
4.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES . . . . .	60
	BIBLIOGRAFÍA . . . . .	65
	APÉNDICES . . . . .	68
	APÉNDICE A.- CROMATOGRAMAS OBTENIDOS UTILIZANDO EL MÉTODO ISOCRÁTICO . . . . .	69
	APÉNDICE B.- CROMATOGRAMAS EN FORMA TRIDIMENSIONAL . . . . .	90
	APÉNDICE C.- ESPECTROS UV . . . . .	101

APÉNDICE D.- CROMATOGRAMAS OBTENIDOS UTILI- ZANDO EL MÉTODO GRADIENTE . . . . .	.110
APÉNDICE E.- CURVAS DE CALIBRACIÓN . . . . .	.128

## LISTA DE TABLAS

Tabla	Página
I. Composición Química de Aceites Vegetales . . . . .	6
II. Composición de los Refrescos Empleados . . . . .	21
III. Composición de las Soluciones Analizadas . . . . .	26
IV. Composición de la Solución Stock de Ésteres Metílicos Bromados . . . . .	28
V. Composición de las Soluciones Utilizadas para la Elaboración de las Curvas de Calibración . . . . .	29
VI. Composición de la Solución Utilizada para la Eva- luación del Procedimiento de Extracción . . . . .	32
VII. Pureza de Pico en el Cromatograma del Oleato de Metilo Bromado . . . . .	41
VIII. Pureza de Pico en el Cromatograma del Linolea- to de Metilo Bromado . . . . .	42
IX. Pureza de Pico en los Cromatogramas del HBEM Soluble y del HBEM Insoluble . . . . .	44
X. Tiempos de Retención y Factores de Capacidad de los Analitos bajo Estudio (Método Isocrático) . . . . .	47
XI. Tiempos de Retención y Factores de Capacidad de los Analitos bajo Estudio (Método Gradiente) . . . . .	50

XII.	Intervalo de Concentración Evaluado y Esperado Para Cada Analito . . . . .	52
XIII.	Resultados de la Evaluación del Procedimiento de Extracción Posterior a la Transesterificación . . . .	53
XIV.	Composición del Aceite de Soya Bromado . . . . .	56
XV.	Resultados de la Evaluación del Procedimiento de Tratamiento de Muestra . . . . .	57
XVI.	Resultados de la Evaluación del Refresco . . . . .	59

## LISTA DE FIGURAS

Figura	Página
1. Molécula de Triglicérido . . . . .	4
2. Sistema de Extracción en Fase Sólida . . . . .	22
3. Cromatógrafo de Líquidos . . . . .	23
4. Cromatograma del Oleato de Metilo . . . . .	70
5. Cromatograma del Linoleato de Metilo . . . . .	71
6. Cromatograma del Linolenato de Metilo . . . . .	72
7. Cromatograma del Palmitato de Metilo . . . . .	73
8. Cromatograma del Estearato de Metilo . . . . .	74
9. Cromatograma Tridimensional del Oleato de Me- tilo . . . . .	91
10. Cromatograma Tridimensional del Linoleato de Metilo . . . . .	92
11. Cromatograma Tridimensional del Linolenato de Metilo . . . . .	93
12. Cromatograma Tridimensional del Palmitato de Metilo . . . . .	94
13. Cromatograma Tridimensional del Estearato de Metilo . . . . .	95



14.	Cromatograma del Solvente A . . . . .	75
15.	Cromatograma del DBEM . . . . .	76
16.	Cromatograma del TBEM . . . . .	77
17.	Cromatograma del HBEM Soluble . . . . .	78
18.	Cromatograma del HBEM Insoluble . . . . .	79
19.	Cromatograma Tridimensional del DBEM . . . . .	96
20.	Cromatograma Tridimensional del TBEM . . . . .	97
21.	Cromatograma Tridimensional del HBEM Soluble . . . . .	98
22.	Cromatograma Tridimensional del HBEM Insoluble . . . . .	99
23.	Espectros UV del Oleato de Metilo y del DBEM . . . . .	102
24.	Espectros UV del DBEM . . . . .	103
25.	Espectros UV del Linoleato de Metilo y del TBEM . . . . .	104
26.	Espectros UV del TBEM . . . . .	105
27.	Espectros UV del Linolenato de Metilo y del HBEM . . . . .	106
28.	Espectros UV del HBEM Soluble . . . . .	107
29.	Cromatograma del Heptadecenoato de Metilo . . . . .	80
30.	Cromatograma del DBHM . . . . .	81
31.	Espectros UV del Heptadecenoato de Metilo y del DBHM . . . . .	108
32.	Cromatograma Tridimensional del DBHM . . . . .	100
33.	Cromatograma de la Mezcla de Analitos (205nm) . . . . .	82
34.	Espectros UV del Oleato de Metilo y del DBEM . . . . .	109

35.	Cromatograma de la Mezcla de Analitos (220nm) . . . . .	83
36.	Cromatograma del Oleato de Metilo . . . . .	111
37.	Cromatograma del Linoleato de Metilo . . . . .	112
38.	Cromatograma del Linolenato de Metilo . . . . .	113
39.	Cromatograma del Palmitato de Metilo . . . . .	114
40.	Cromatograma del Estearato de Metilo . . . . .	115
41.	Cromatograma del DBEM . . . . .	116
42.	Cromatograma del TBEM . . . . .	117
43.	Cromatograma del HBEM Soluble . . . . .	118
44.	Cromatograma del HBEM Insoluble . . . . .	119
45.	Cromatograma del DBHM . . . . .	120
46.	Cromatograma de la Mezcla de Analitos . . . . .	121
47.	Cromatograma del DBEM: (a) Sin Gradiente, (b) Con Gradiente . . . . .	122
48.	Curva de Calibración para el DBEM (Método Iso- crático) . . . . .	129
49.	Curva de Calibración para el TBEM (Método Iso- crático) . . . . .	130
50.	Curva de Calibración para el HBEM Insoluble (Método Isocrático) . . . . .	131
51.	Curva de Calibración para el HBEM Soluble (Mé- todo Isocrático) . . . . .	132
52.	Curva de Calibración para el DBEM (Método Gra- diente) . . . . .	133
53.	Curva de Calibración para el TBEM (Método Gra-	

	diente) . . . . .	134
54.	Curva de Calibración para el HBEM Insoluble (Método Gradiente) . . . . .	135
55.	Curva de Calibración para el HBEM Soluble (Método Gradiente) . . . . .	136
56.	Cromatograma de la Solución no. 3 Utilizada en la Elaboración de las Curvas de Calibración (Método isocrático) . . . . .	84
57.	Cromatograma de la Solución no. 3 Utilizada en la Elaboración de las Curvas de Calibración (Método Gradiente) . . . . .	123
58.	Cromatograma del Aceite de Soya: (a) Sin Transesterificar, (b) Transesterificado . . . . .	85
59.	Cromatograma del Aceite de Soya . . . . .	86
60.	Cromatograma del Aceite de Maíz . . . . .	87
61.	Cromatograma del Aceite de Maíz Bromado . . . . .	124
62.	Cromatograma del Aceite de Soya Bromado (Método Gradiente) . . . . .	125
63.	Cromatograma del Aceite de Soya Bromado (Método Isocrático) . . . . .	88
64.	Cromatograma del Aceite de Haarmann & Reimer . . . . .	126
65.	Cromatograma Típico Obtenido al Evaluar el Procedimiento de Tratamiento de Muestra . . . . .	89
66.	Cromatograma Típico Obtenido al Analizar el Refresco Joya de Toronja . . . . .	127

## NOMENCLATURA

AVB	Aceites Vegetales Bromados
AOAC	Asociación Oficial de Químicos Analistas
CLAR	Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución
Conc.	Concentración
CTR	Control Técnico y Representaciones S.A. de C.V.
C.V.	Coeficiente de Variación
DBEM	Dibromoestearato de Metilo
DBHM	Dibromoheptadecanoato de Metilo
HBEM	Hexabromoestearato de Metilo
ODS	Octadecilsilano
ppm	Partes por millón
Rec.	Recuperación
TBEM	Tetrabromoestearato de Metilo
THF	Tetrahidrofurano
$t_R$	Tiempo de Retención
$t_0$	Tiempo muerto
UV	Ultravioleta