

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ÁCIDO OLEICO EN SEMILLAS DE MANÍ POR MEDIO DE LA RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR (RMN)

Carpinella M.¹ Medina. M.² Cerioni L.C.¹ Albert M.G.² Pusiol D.²

1- CONICET- Spinlock Srl - Córdoba, Argentina.

2- Spinlock Srl – Córdoba, Argentina.
mmedina@nmr-spectrometers.com

Introducción

El objetivo del presente trabajo es la calibración y puesta a punto de un Equipo que utiliza la técnica de Resonancia Magnética Nuclear en dominio temporal (DT-RMN) para la determinación de ácido oleico en semillas de maní. La determinación se realiza tanto en un grupo de semillas como en cada semilla de forma individual, sumando una importante innovación al análisis de semillas por RMN. La realización de equipos para este fin y el detector especial para las mediciones en semilla única son desarrollos innovadores de la empresa Spinlock Srl.

Las semillas de maní tienen un contenido de aceite que ronda en promedio el 45% de su peso. El aceite de maní está constituido por numerosos ácidos grasos, los principales: oleico, palmítico y linoleico que aportan aproximadamente el 90% del contenido del aceite. Innumerables estudios coinciden en que a mayor contenido de ácido oleico, a expensas del contenido del ácido linoleico, mayor es la durabilidad y calidad del maní y sus derivados. Las semillas alto oleico (más de un 75% de este ácido graso, aunque no existe una definición unívoca comercial al respecto) de maní con una relación de 20 en su cociente oleico/linoleico presentan una vida útil mayor que las semillas de medio/bajo oleico, perdurando las propiedades del maní y sus productos por más tiempo. La ventaja principal de determinar el contenido de ácido oleico con RMN radica en que la muestra no es destruida, puede ser plantada luego de la medición. Además, es una técnica más rápida que la cromatografía gaseosa.

Materiales y métodos

El equipo a calibrar es un espectrómetro SLSM 100 de 9,45 MHz desarrollado íntegramente en la empresa Spinlock Srl. Fue previamente calibrado para determinar aceite, humedad y ácido oleico en semillas de girasol y cumple con los requisitos de repetibilidad aconsejados en la norma ISO 10565 (ISO 10565-1998). El equipo cuenta con dos tipos de portamuestra clasificados según su tamaño. Uno de forma cilíndrica (4 cm de diámetro y 5 cm de altura) y otro para semilla única.

La calibración se realizó con muestras cuya concentración de ácidos grasos fue analizada previamente por cromatografía gaseosa y se correlacionaron estos valores con el tiempo de relajación T₂. El valor de T₂ se obtiene ajustando la señal en el dominio temporal de una secuencia CPMG (Meiboom, 1958) por dos expresiones exponenciales, utilizando un ajuste de cuadrados mínimos.

Para la determinación del contenido de ácido oleico no se debe hacer ningún tipo de preparación previa de la muestra. Para esta determinación se contó con 5 lotes de semillas previamente calibradas en su perfil de ácidos grasos provistas por la empresa Criadero "El Carmen" (General Cabrera, Córdoba). La calibración se realizó con tres muestras de aproximadamente 20 g cada una por lote.

Una vez calibrado el equipo, se comprobó la calibración con distintas muestras de maní y se realizaron determinaciones del contenido de ácido oleico en semillas individuales utilizando el detector especial de una semilla.

Resultados y discusión

Los resultados obtenidos en la calibración pueden considerarse muy buenos. Se obtuvo un coeficiente de correlación lineal del 0,997 y residuos menores al 2,2% de ácido oleico.

Se determinó la repetibilidad del equipo para las determinaciones de ácido oleico tanto para una muestra representativa del lote de semillas como para las determinaciones en semilla individual, obteniéndose una dispersión máxima de 2% de ácido oleico tomando el 95% de las mediciones.

De las determinaciones realizadas a semillas individuales se observaron dispersiones en los valores de ácido oleico de cada semilla, pero el promedio de cada lote coincidía con el valor obtenido por cromatografía. Por medio de RMN fue posible clasificar cada semilla en alto o bajo oleico.

Conclusión

La técnica de RMN se convierte en una herramienta para el control de calidad que facilita la labor diaria de criadores de semilla de maní, laboratorios de servicios e investigación, etc. Reemplaza el análisis químico, - el cual es relativamente caro y conlleva horas de preparación de la muestra y en la determinación propiamente dicha-, por una técnica rápida y barata que en pocos segundos determina no solo el contenido de ácido oleico en la muestra, sino también el contenido de aceite y humedad, sin una preparación especial. El análisis con el equipo SLSM 100 permite la clasificación de semillas de maní (y de girasol) en alto, medio o bajo oleico, no solo en una muestra formada por un grupo de semillas, sino también en cada semilla individual utilizando un portamuestra especialmente diseñado para la aplicación.

En cuanto a la precisión y repetibilidad del análisis: se obtuvieron diferencias en el contenido de ácido oleico determinado mediante cromatografía gaseosa y el valor informado por el equipo de 2,2 % máximo y una repetibilidad de 2%, solo teniendo la precaución de instalar el equipo en un ambiente de temperatura controlada y dejando la muestra dos minutos dentro del espectrómetro antes de realizar la determinación.

En síntesis, el espectrómetro SLSM 100 permite la determinación de aceite, humedad y ácido oleico en segundos por medio de una técnica no invasiva. El estudio del ácido oleico en semilla por semilla permite a los productores la reproducción, posibilitando el análisis y luego el cultivo de la semilla.