



NMX-F-154-SCFI-2010

**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O
ANIMALES - DETERMINACIÓN DEL VALOR DE
PERÓXIDO – MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA LA NMX-F-154-SCFI-2005).**

**FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS
PEROXIDE VALUE DETERMINATION**



PREFACIO

En la elaboración de la presente norma, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- AARHUS UNITED MEXICO, S.A. DE C.V.
- ASOCIACION NACIONAL DE INDUSTRIALES DE ACEITES Y MANTECAS COMESTIBLES, A.C.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES, GRASAS, JABONES Y DETERGENTES, A.C.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES, A.C.
- CAMARA DE ACEITES Y PROTEINAS DE OCCIDENTE, A.C.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES Y SIMILARES
- CORAL INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- DANISCO MEXICANA, S.A. DE C.V.
- FABRICA DE JABON LA CORONA, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL PATRONA, S.A. DE C.V.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo		Página
1	OBJETIVO	1
2	CAMPO DE APLICACIÓN	1
3	DEFINICIONES	2
4	FUNDAMENTO	2
5	APARATOS Y EQUIPO	2
6	MATERIALES Y REACTIVOS	2
7	PROCEDIMIENTO PARA ACEITES Y GRASAS	4
8	PROCEDIMIENTO PARA MARGARINAS	5
9	EXPRESIÓN DE RESULTADOS	6
	APÉNDICE NORMATIVO A	7
10	VIGENCIA	8
11	BIBLIOGRAFÍA	8
12	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	9



NORMA MEXICANA

NMX-F-154-SCFI-2010

**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O
ANIMALES - DETERMINACIÓN DEL VALOR DE
PERÓXIDO – MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-F-154-SCFI-2005).**

**FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS
PEROXIDE VALUE DETERMINATION**

1 OBJETIVO

Esta norma establece el método para la determinación del valor o índice de peróxido en los aceites y grasas vegetales o animales.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es aplicable a todos los aceites y grasas normales, incluyendo margarinas y solamente para valores de peróxido menores a 70 que son los normalmente encontrados en grasas, aceites y margarinas usados para alimento humano.

3 DEFINICIONES

3.1 Valor o índice de peróxido:

Indica los miliequivalentes de peróxidos por 1000 gramos de muestra, que oxidan al yoduro de potasio bajo las condiciones establecidas en el método.

4 FUNDAMENTO

Este método determina todas las sustancias, en términos de peróxidos, existentes en la solución de la muestra en los solventes indicados en el método. El método es altamente empírico y cualquier variación en el procedimiento de prueba puede dar resultados erráticos.

5 APARATOS Y EQUIPOS

- Pipeta de 0,5 ml u otro dispositivo volumétrico que pueda dispensar 0,5 ml de solución saturada de yoduro de potasio (KI);
- Matraces Erlenmeyer de 250 ml con tapón esmerilado;
- Balanza analítica con sensibilidad de 0,0001g;
- Pipetas volumétricas;
- Bureta de 50ml graduada en 0,1ml;
- Placa eléctrica para calentamiento, y
- Material común de laboratorio

6 MATERIALES Y REACTIVOS

- 6.1 Solución de ácido acético-isooctano 3:2, v/v, preparada por la mezcla de 3 volúmenes de ácido acético glacial grado reactivo con 2 volúmenes de isooctano grado reactivo.

6.2 Solución de yoduro de potasio (KI) saturada, preparada nueva, cada día que se realice el análisis, por la disolución de un exceso de KI en agua destilada recientemente hervida. Esté seguro que la solución permanezca saturada durante su uso, indicado por la presencia de cristales de KI no disueltos. Guarde en un lugar oscuro cuando no se use. Pruebe la solución saturada de yoduro de potasio agregando dos gotas de solución indicadora de almidón a 0,5 ml de la solución de KI en 30 ml de solución ácido acético-isooctano Si el color azul intenso que se forma requiere más de una gota de solución de tiosulfato 0,1 N para desaparecer, descarte la solución de KI y vuélvala a preparar.

6.3 Solución de tiosulfato de sodio 0,1 N ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) cuidadosamente estandarizada contra un estándar primario de dicromato de potasio como se describe a continuación:

6.3.1 Solución de tiosulfato de sodio 0,1 N, preparada por la disolución de 24,9g de tiosulfato de sodio en agua destilada y diluyendo a un litro.

6.3.2 El estándar primario de dicromato de potasio deberá ser finamente molido, secarse a 105 °C por 2 horas y enfriarse en un desecador. Pese 0,16 g - 0,22 g de dicromato de potasio dentro de frasco o matraz de 500 ml, por diferencia. usando una botella de pesado. Disuelva en 25 ml de agua destilada, agregue 5 ml de ácido clorhídrico concentrado (35 % - 37 %), 20 ml de solución de yoduro de potasio al 15 % (15g KI en 100 ml de agua) y dele rotación al frasco o matraz para mezclar. Deje reposar por 5 minutos y entonces agregue 100 ml de agua destilada. Titule con solución de tiosulfato de sodio, agitando continuamente hasta que casi desaparezca el color amarillo. Agregue 1 ml - 2 ml de indicador de almidón y continúe la titulación, añadiendo la solución de tiosulfato de sodio lentamente hasta que el color azul desaparezca. La normalidad de la solución de tiosulfato de sodio se calcula como sigue:

$$\text{Normalidad} = \frac{20,394 \times \text{masa en gramos de } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{\text{ml de sol. de tiosulfato de sodio}}$$

6.4 Solución de tiosulfato de sodio 0,01 N, cuidadosamente estandarizada. Esta solución puede prepararse pipeteando exactamente 100 ml de solución 0,1 N dentro de un matraz volumétrico de 1000 ml y diluyendo exactamente a 1000 ml con agua destilada recientemente hervida.

6.5 Solución indicadora de almidón probada para sensibilidad, preparada haciendo una pasta con 1 gramo de almidón y una pequeña cantidad de agua destilada fría. Agregue esta pasta con agitación continua, a 200 ml de agua destilada hirviendo y deje hervir por unos pocos segundos. Inmediatamente retire del calor y enfríe. Ácido salicílico en solución (1,25g/litro) puede ser añadido para preservar el indicador. Si se requiere almacenar por un periodo prolongado, la solución puede guardarse en un refrigerador a 4 °C - 10 °C. Una solución fresca de indicador debe de prepararse cuando el punto final de la titulación de azul a incoloro falla al no ser precisa. Si se almacena bajo refrigeración, la solución de almidón debe de ser estable por aproximadamente de 2 a 3 semanas.

6.5.1 Prueba para sensibilidad. Coloque 5ml de solución de almidón en 100 ml de agua destilada y añada 0,05ml de solución 0,1 N de KI recién preparada y una gota de una solución de 50 ppm de cloro preparada por dilución de 1 ml de una solución comercial de hipoclorito de sodio al 5 % a 1000 ml. El color azul intenso que se forma se debe disipar por la adición de 0,05 ml de solución 0,1 N de tiosulfato de sodio.

6.6 Lauril sulfato de sodio (LSS) \geq 98 %. Prepare una solución al 10 % disolviendo 10 g de LSS en 100 ml de agua.

7 PROCEDIMIENTO PARA ACEITES Y GRASAS

7.1 Pese 5,00 g \pm 0,05 g de muestra dentro de un matraz Erlenmeyer de 250 ml con tapón esmerilado y agregue 50 ml de la solución 3:2 de ácido acético-isooctano. Agite para disolver la muestra. Agregue 0,5 ml de solución saturada de yoduro de potasio (KI), usando una pipeta volumétrica adecuada.

- 7.2** Permita que la solución repose exactamente 1 minuto, agitando vigorosamente por lo menos 3 veces durante el minuto y agregue inmediatamente 30 ml de agua destilada.
- 7.3** Titule con solución 0,1 N de tiosulfato de sodio, añadiéndola gradualmente con agitación vigorosa y constante. Continúe la titulación hasta que el color amarillo ha desaparecido casi totalmente. Agregue 0,5 ml de solución de LSS al 10 % y agregue entonces 0,5 ml de la solución indicadora de almidón. Continúe la titulación con agitación constante, especialmente al aproximarse el punto final, para liberar todo el yodo de la capa de solvente. Añada el tiosulfato de sodio gota a gota hasta que el color azul desaparece.
- 7.4** Conduzca una prueba en blanco de los reactivos diariamente. La titulación de este testigo no debe de exceder 0,1 ml de la solución 0,1 N de tiosulfato de sodio.

8 PROCEDIMIENTO PARA MARGARINAS

- 8.1** Funda la muestra en un vaso o recipiente apropiado, calentándola con agitación constante sobre una placa eléctrica con calentamiento suave o por calentamiento en un horno a 60 °C – 70 °C. Evite el exceso de calentamiento y particularmente la exposición prolongada de la grasa a temperaturas mayores de 40 °C.
- 8.2** Cuando la muestra esté totalmente fundida, quítela de la placa eléctrica o del horno y permita que se asiente en un lugar tibio hasta que la porción acuosa y la mayor parte de los sólidos de leche se han asentado al fondo.
- 8.3** Decante la grasa fundida en un vaso de precipitado limpio y fíltrela a través de un papel filtro de poro fino en otro vaso de precipitados limpio. No recaliente para filtrar, al menos que sea absolutamente necesario. La muestra debe de estar clara y brillante.

- 8.4** Proceda como se indicó en el procedimiento para grasas y aceites. incisos del 7.1 al 7.4.

9 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Valor o índice de peróxido (miliequivalentes de peróxido/1000g muestra)

$$\text{V.P. (o I.P.)} = \frac{(M - T) \times N \times 1000}{\text{Peso muestra en gramos}}$$

Donde:

T es el volumen de tiosulfato de sodio de la titulación del blanco o testigo;

M es el volumen de tiosulfato de sodio de la titulación de la muestra, y

N es la normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

APENDICE NORMATIVO A

A.1 SEGURIDAD

A.1.1 El isooctano es inflamable y es un riesgo de fuego. Sus límites explosivos en el aire son 1,1 % – 6,0 %. Es tóxico por ingestión e inhalación. Se debe de contar con una campana apropiada para usar este solvente.

A.1.2 El ácido acético en su estado puro es moderadamente tóxico por ingestión e inhalación. Es un fuerte irritante para la piel.

A.1.3 El dicromato de potasio es tóxico por ingestión e inhalación. Hay suficientes evidencias en humanos de las propiedades cancerígenas del cromo hexavalente, particularmente para el cáncer pulmonar. Esta sustancia es un fuerte agente oxidante y un riesgo peligroso de fuego cuando se pone en contacto con sustancias químicas orgánicas.

A.2 SOLUCIÓN DE ALMIDÓN SOLUBLE

Se recomienda el uso de “Almidón de Papa para Yodometría” porque este almidón produce un color azul intenso en la presencia del ion de yodo. El “Almidón Soluble” no se recomienda debido a que un color azul intenso consistente puede no desarrollarse cuando algunos almidones solubles interactúan con el ion del yodo. Se recomiendan los siguientes almidones:

A.2.1 Almidón Soluble para Yodometría, Fisher S516-100

A.2.2 Almidón de Papa Soluble, Sigma S-2630

A.2.3 Almidón de Papa Soluble para Yodometría, J. T. Baker 4006-04
También la solución de almidón soluble al 1 % puede comprarse a algún proveedor confiable de reactivos químicos.