



# Reporte Final de Estadía

**Rosa Isela Hernández Maldonado**

Validación del equipo de laboratorio NIRS  
DS2500 para minimizar costos y tiempos de  
entrega en análisis para el proceso y  
producto terminado de Industrial Patrona  
S.A. de C.V.

# Universidad Tecnológica del Centro de Veracruz

Programa Educativo  
Ingeniería en Procesos Bio-alimentarios.

Reporte para obtener título de  
Ingeniero en Procesos Bio-alimentarios.

Proyecto de estadía realizado en la empresa  
Industrial Patrona S.A. de C.V.

Nombre del proyecto  
Validación del equipo de laboratorio NIRS DS2500 para minimizar  
costos y tiempos de entrega en análisis para el análisis de proceso y  
producto terminado de industrial Patrona S.A. de C.V.

Presenta  
Rosa Isela Hernández Maldonado

Cuitláhuac, Ver., a 04 de mayo de 2018.

# Universidad Tecnológica del Centro de Veracruz

Programa Educativo  
Ingeniería Procesos Bio-alimentarios.

Nombre del Asesor Industrial

T.Q.L. Cira Serrano Rojas

Nombre del Asesor Académico

M.C. Uganda Roque Martínez

Jefe de Carrera

M.C.A. Darney Citlali Martínez Díaz

Nombre del Alumno

Rosa Isela Hernández Maldonado

## **AGRADECIMIENTOS**

A mis padres que hicieron posible gran parte de mis sueños, a mi hija que es la razón de toda mi vida y a aquellas personas que me apoyaron incondicionalmente durante este proceso.

## RESUMEN

La empresa Industrial Patrona S.A. de C.V., conocida a nivel nacional por ser productora de aceite vegetal comestible se ha enfocado en obtener productos de calidad por lo que en el Laboratorio de Control de Calidad se debe tener todo lo necesario para analizar la calidad y parámetros en las distintas etapas del proceso, esto lleva a un gasto económico muy fuerte debido a la cantidad de reactivos que se utilizan por análisis.

Por lo que se ha optado por la adquisición de un equipo capaz de analizar cada uno de estos parámetros con una sola muestra, por lo que se analizarán muestras por química húmeda y con ellas se alimenta de información al equipo. Dónde al obtener el resultado del equipo nos arroja un resultado cercano a lo obtenido por química húmeda.

El equipo ha demostrado ser apto para mostrar resultados que muestran gran similitud a los arrojados por química húmeda lo que es de gran apoyo para los laboratoristas de Industrial Patrona S.A. de C.V. Todo esto se logró con el apoyo de registro de los análisis que se utilizaron para alimentar el equipo y que la curva utilizada por éste.

Así como se realizaron diferentes análisis en el equipo y en el laboratorio, para poder lograr un análisis de costos para los diferentes parámetros, se utilizaron facturas de proveedores, así como cotizaciones para tener precios actualizados. Lo que nos dió un resultado mensual cercano a lo que se paga actualmente por año para el mantenimiento preventivo del equipo.

La validación del equipo se avanzó en un 75% debido a que la última calibración del equipo se realizará después de la estadía en Industrial Patrona, por lo que se debe seguir con la validación por parte de los laboratoristas.

## Contenido

AGRADECIMIENTOS.....	4
RESUMEN .....	5
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN .....	7
1.1 Estado del Arte .....	8
1.2 Planteamiento del Problema.....	11
1.3 Objetivos .....	12
1.4 Definición de variables .....	12
1.5 Hipótesis.....	13
1.6 Justificación del Proyecto .....	13
1.7 Limitaciones y Alcances.....	13
1.8 La Empresa Industrial Patrona S.A. de C.V:.....	14
CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA.....	16
2.1 Diagrama de flujo metodología de proyecto.....	16
2.2 Normatividad para análisis de aceite comestible en química húmeda. ....	18
CAPÍTULO 3. DESARROLLO DEL PROYECTO .....	19
4.1 Resultados .....	22
4.2 Frecuencia mensual de análisis por química húmeda. ....	23
4.3 Análisis de costos mensual para química húmeda. ....	24
4.4 Análisis de costos mensual equipo NIRS DS2500 .....	26
4.5 Manual para utilizar el equipo NIRS DS2500. ....	27
4.2 Trabajos Futuros .....	46
4.3 Recomendaciones .....	46
ANEXOS .....	47
BIBLIOGRAFÍA .....	88

## Tabla de ilustraciones

## CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

En promedio un mexicano consume 10 litros de aceite al año, la Asociación Nacional de Industriales de Aceites y Mantecas Comestibles dice que en México alrededor del 78% del consumo de aceites embotellados es de aceite vegetal comestible (mixto) y 22 % es puro.

La Profeco probó 61 aceites vegetales al descubrirse que los ácidos grasos saturados son perjudiciales para el corazón, mientras que los mono-insaturados (oliva, canola, cártamo y girasol) y poliinsaturados (soya, maíz, linaza) protegen las arterias. (PROFECO, junio 2002)

En Industrial Patrona S.A. de C.V. se obtienen aceites de soya, canola y mixto para los cuales se tiene la normatividad correspondiente, se optó por la obtención de un equipo de alta precisión excepcional en una longitud de onda personalizada (de 400 a 2500 nm). Diseñado para su uso en el laboratorio, el NIRS DS2500, en el cual se analizarán diferentes parámetros. Para ello se realizarán pruebas por química húmeda, que nos darán los resultados precisos para alimentar al equipo y con ello crear una curva de predicción que nos acerque al valor arrojado por el mismo equipo.

Con ello se espera una reducción mensual en tiempo de entrega de resultados y de costos por reactivos para la determinación de todos los análisis.

## 1.1 Estado del Arte

El equipo NIRS DS2500 de FOSS trabaja en un rango de longitud de onda entre 400-2500 nm; analiza ácidos grasos libres, índice de peróxido, clorofilas, índice de yodo, fosforo, lo mismo que otros parámetros más exigentes como humedad y materia volátil, impurezas insolubles y materia insaponificable, proporciona resultados precisos en menos de un minuto. El equipo ofrece versatilidad en la elección de las aplicaciones.

Los ácidos grasos libres: son expresados frecuentemente en términos de Valor Acido o Índice de Acidez, en vez de porcentaje de ácidos grasos libres. El valor ácido es definido como el número de miligramos de KOH necesario para neutralizar un gramo de muestra. Para convertir el porcentaje de ácidos grasos (como oleico) a valor ácido, se multiplica el porcentaje de ácidos grasos por 1,99.

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.

Clorofilas: Este hecho supone un cambio drástico en la coloración del colorante que pasa de verde a marrón. El producto final puede contener otros pigmentos (como carotenoides), aceites y ceras, por lo que el aspecto final del colorante es ceroso.

Fosforo: La determinación de fósforo en aceites y grasas comestibles se considera un parámetro importante para el desgomado de aceites y grasas crudos. Y se determina fosforo o el equivalente fosfatidico por calcinación de la muestra en presencia de óxido de zinc, seguido de la medición espectrofotométrica de fosforo como un azul del complejo del ácido fosfomolibdico.

Humedad y materia volátil: La humedad y otras materias volátiles son sin duda las impurezas menores más comunes, los aceites refinados suelen tener niveles de humedad de menos de 0.1%, los aceites crudos tienen niveles entre 0.1 -0.3%.

Índice de Yodo: El valor yodo de un aceite es la medida de su insaturación puesto que mide el contenido de dobles enlaces capaces de reaccionar con el halógeno. Expresa concentraciones de ácidos grasos junto con el grado de insaturación, en un solo número por lo que es un parámetro de calidad sencillo y útil.

Materia insaponificable: El contenido de materia insaponificable es igual a la cantidad total de sustancias disueltas en el aceite que, después de la saponificación, no son en soluciones acuosas, pero sí en solventes orgánicos.



Impurezas insolubles: El contenido en impurezas insolubles se define como cantidad de suciedad y otras materias extrañas obtenidas por este método analítico.

Prensas: Para obtener los aceites de semillas oleaginosas se parte de las semillas preferentemente maduras, que suelen contener hasta un 30% más de aceite que las mismas semillas verdes. La extracción de la fase grasa puede realizarse mediante medios mecánicos (presión) o mediante disolventes (hexano). Ambos tipos han alcanzado una gran perfección y se usan en todo el mundo.

En el caso de las semillas oleaginosas se recurre a la extracción por presión cuando el contenido en aceite es mayor del 20%. Para extraer el aceite del material que lo contiene por presión, las paredes de las células que lo contienen tienen que romperse. Esto se puede conseguir molturando la semilla o fruto, haciéndolos copos, pasándolos por rodillos o sometidos a grandes presiones.

Extracción: la extracción se realiza con disolventes es un medio más económico de obtención de aceite que la extracción por presión, y su aplicación va aumentando rápidamente, especialmente para la obtención de aceite de soja.

Refinado: Tras la extracción del aceite se realiza un proceso de refinado, también conocido como “purificación” donde eliminaremos todos los elementos groseros. A veces la refinación sólo exige una clarificación del aceite, pero para conseguir aceites con una calidad organoléptica óptima, es necesario someterlo a una serie de operaciones que eliminen el olor y sabor indeseables.

Blanqueo: Mediante este proceso eliminamos los ácidos grasos libres que se han formado durante la extracción y que pueden enranciar el producto final. Esta desacidificación se realiza por adición, al aceite, de hidróxido sódico, al 12- 15%. Esta operación se realiza en calderas provistas de agitador y un sistema de calefacción con vapor a alta temperatura. Mediante este sistema se forman unos gránulos de jabón en pasta (unión de los ácidos con el hidróxido) que crecerán y podrán ser eliminados mediante decantadores o centrífugas.

Desgomado: En este proceso se eliminan los fosfolípidos y glucolípidos que se encuentran disueltos en el aceite y que se alteran con mayor facilidad que los triglicéridos. En este caso, el desgomado consiste en tratar el aceite con agua o vapor, con lo que se hidratan estos compuestos haciéndose insolubles en el medio graso. El proceso se realiza en unos tanques provistos de agitadores mecánicos que incorporan agua en proporción de un 2% con temperaturas de 70°C o

en forma de vapor lo que facilita la rápida hidratación de los fosfátidos. Desde el tanque de mezcla, el aceite pasa a una centrífuga de gran velocidad que separa las dos fases de forma selectiva.

Desodorización: Durante este tratamiento, se eliminan las sustancias hidrosolubles responsables del olor, mediante un chorro de vapor de agua. En el proceso, el aceite se calienta hasta temperaturas de 150-160°C, mientras que paralelamente se le pasa una corriente de vapor directo, que arrastra todas las sustancias volátiles, dejando el aceite prácticamente inodoro y con un sabor suave. Su duración es de 3-4 horas y es el más largo de todo el proceso de refinación.

## 1.2 Planteamiento del Problema

Debido a la demanda de aceites de diferentes semillas se debe tener un registro de los análisis y resultados que se llevan a cabo en el área de calidad, pero a causa de los tiempos de entrega por muestra y para cumplir con la calidad durante cada etapa del proceso, se adquirió el equipo NIRS DS2500, que nos ayuda a obtener los parámetros de ácidos grasos libres, impurezas insolubles, valor de peróxido, valor de yodo, humedad y materia volátil, materia insaponificable, fosforo y clorofilas.

Con este equipo se espera tener resultados en menos tiempo y con menos costos, debido a todo el material y reactivos que se necesita para tener el resultado de un solo parámetro.

La reducción de tiempos y costos es muy importante en el área de laboratorio de control de calidad, ya que nos permitirá tener los resultados en menos tiempo, esto se logrará con una medición de tiempos entre las pruebas con el equipo NIRS DS2500 y la química húmeda, así como un análisis metódico sobre los gastos que se hacen con utilizando el equipo a validar y la prueba tradicional, contando con los reactivos y cuantos se hacen en cierto periodo, lo que ayudará también a la disminución de residuos.

### 1.3 Objetivos

#### **Objetivo general.**

Validación del equipo de laboratorio NIRS DS2500 para el área de calidad de Industrial Patrona S.A. de C.V., minimizando costos y tiempos de entrega en los parámetros de ácidos grasos libres, impurezas insolubles, valor de peróxido, valor de yodo, humedad y materia volátil, materia insaponificable, fosforo y clorofilas, en el producto terminado.

#### **Objetivos específicos.**

- Especificar frecuencias mensuales por análisis dentro de la química húmeda.
- Obtener un registro de reactivos empleados para cada uno de los parámetros.
- Realizar un análisis de costos que especifique costo por análisis dentro de la química húmeda
- Analizar muestras en el equipo NIRS DS2500.
- Validar del equipo NIRS DS2500.
- Realizar un instructivo para utilizar el equipo NIRS DS2500.

### 1.4 Definición de variables

Una de las variables más significativas fueron los resultados obtenidos dentro de la química húmeda teniendo en consideración que el resultado por parámetro siempre varía y se deben tener al menos 10 muestras por parámetro para el mismo análisis, para poder alimentar la curva del equipo, donde se muestrea también el tipo de aceite, el parámetro y el resultado de este.

## 1.5 Hipótesis

Se hace la validación para el equipo NIRS DS2500 por medio de una comparación de resultados entre el equipo y por química húmeda.

Ho= Se tiene una comparación de resultados donde no hay varianza en cuanto al equipo y a los arrojados por química húmeda.

Hi= Se tiene una comparación de resultados donde aún hay varianza entre el equipo y los resultados arrojados por química húmeda.

## 1.6 Justificación del Proyecto

Este proyecto tiene como principal objetivo el validar el equipo de laboratorio NIRS DS2500 para obtener resultado rápido, eficaz y sencillo en el que también se podrán reducir costos de los análisis que se realizan diariamente en la materia prima para los aceites, como consecuencia a largo plazo, se encuentra la reducción de tiempo para la entrega de las muestras al área de producción y la reducción de costos para realizar los análisis correspondientes y debido a que la empresa Industrial Patrona S.A. de C.V. tiene en cuenta la reducción de material contaminante, este equipo nos ayudará a reducir los residuos que se generan para cada uno de los análisis que se realizan a diario dentro de la química húmeda.

## 1.7 Limitaciones y Alcances

Se logró alimentar al equipo NIRS DS2500 del laboratorio de calidad para los análisis en aceites crudo de extracción, refinados, desgomados, envasado y pipas. Dónde los resultados arrojados por química húmeda tienen semejanza a los obtenidos vía química húmeda. Aunque la calibración del equipo se hiciera de manera remota, esto hace que la calibración de este pueda llegar a tardar en cuestiones técnicas, por lo que es necesario contar con una correcta calibración y alimentación por parte de los laboratoristas de Industrial Patrona.

## 1.8 La Empresa Industrial Patrona S.A. de C.V.

La historia de esta empresa se remonta al 29 de enero de 1945, cuando cinco hombres con una gran visión de los negocios fundaron la "Fábrica de Aceites El Faro", estableciendo su domicilio en la ciudad de Córdoba, Veracruz. Lugar privilegiado geográficamente por su cercanía a la capital de la república y al puerto de Veracruz, siendo también la puerta principal de acceso hacia el sureste del país. El 2 de mayo de 1972 cambia su nombre a "Industrial Patrona S.A. de C.V.", y se constituye como una importante empresa generadora de empleos en la región. Para septiembre de 1977, cambia su domicilio hacia el ahora ubicado en la calle Patrona número 13 de la zona industrial de la misma ciudad de Córdoba, Veracruz, predio en el cual se previó el crecimiento y desarrollo alcanzado a la fecha. Nuestra empresa está orientada hacia la fabricación de aceites vegetales comestibles y subproductos de estos, incluyendo la distribución y la venta. Las innovaciones tecnológicas que nuestra empresa adopta, a fin de mantenerse a la vanguardia de la industria aceitera nacional, mantiene el rumbo del giro que inicialmente le dieron sus fundadores: la fabricación de aceites a base de semillas de soya, girasol, maíz y canola, así como de sus subproductos, con el fin de comercializarlos y distribuirlos en el mercado nacional y ahora también en mercados internacionales. Para esta distribución nuestra empresa cuenta en la actualidad con más de 50 depósitos ubicados en ciudades estratégicamente localizadas en el territorio nacional, abarcando con ello un gran porcentaje del mercado consumidor nacional.

### " M i s i ó n "

Elaborar y distribuir aceite vegetal comestible de óptima calidad obtenido a través de la tecnología más actualizada, para satisfacer la sana alimentación de nuestros clientes.

## "Visión"

Ser una empresa, altamente productiva, líder de la industria aceitera y ser la mejor opción para nuestros clientes.

En Industrial Patrona se especializan en la fabricación de aceites vegetales comestibles utilizando ingredientes de la mejor calidad y tecnología de vanguardia durante el proceso de producción. Todo esto con la finalidad de ofrecer distintas presentaciones para satisfacer las necesidades del nuestro mercado a nivel nacional e internacional.

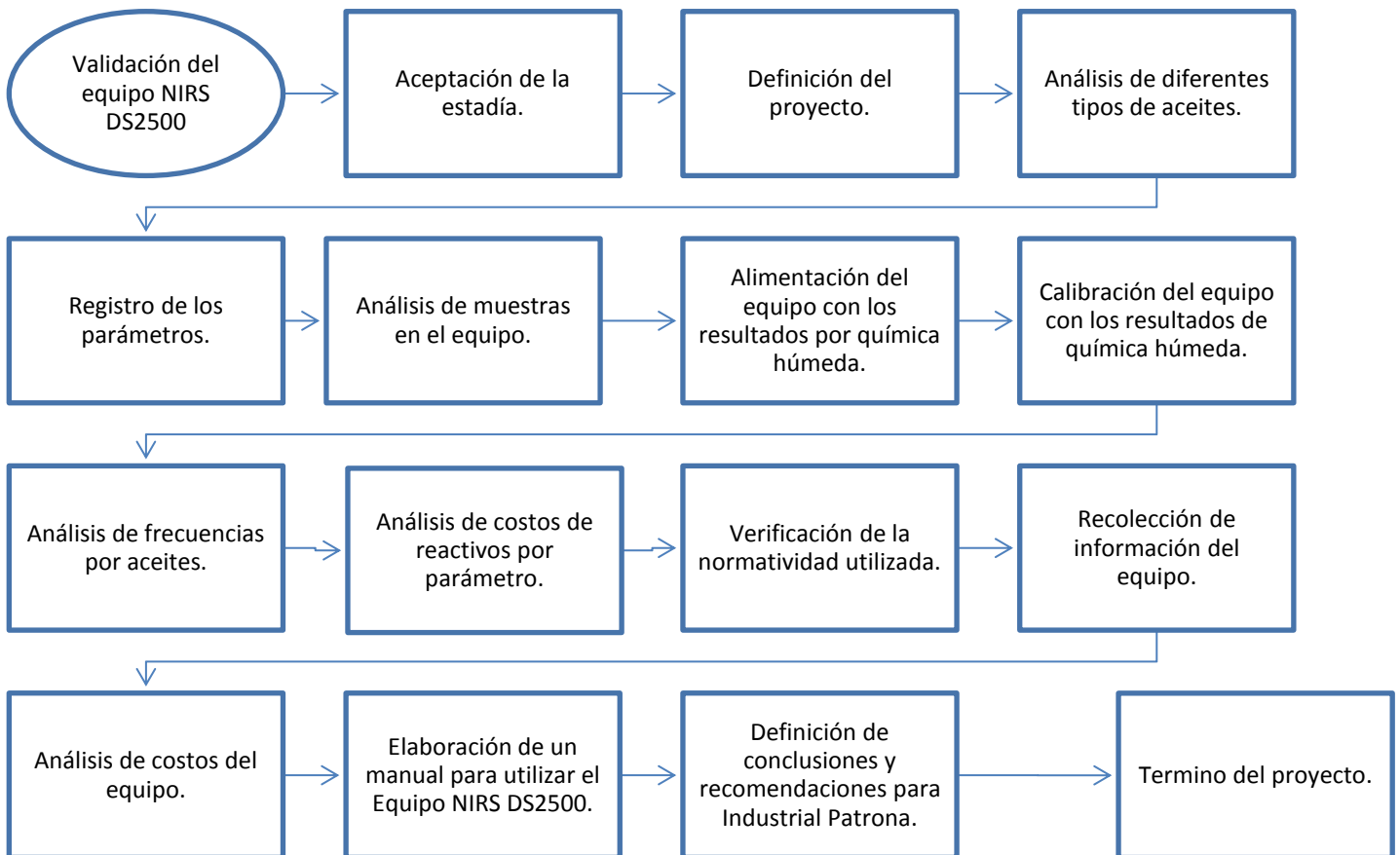


## CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA

Dentro del laboratorio de control de calidad en Industrial Patrona, se controla localidad en ciertos puntos del proceso, en los que se necesita un resultado confiable y apegado a lo real demostrado en los resultados de la química húmeda y en los resultados que se obtienen en el equipo.

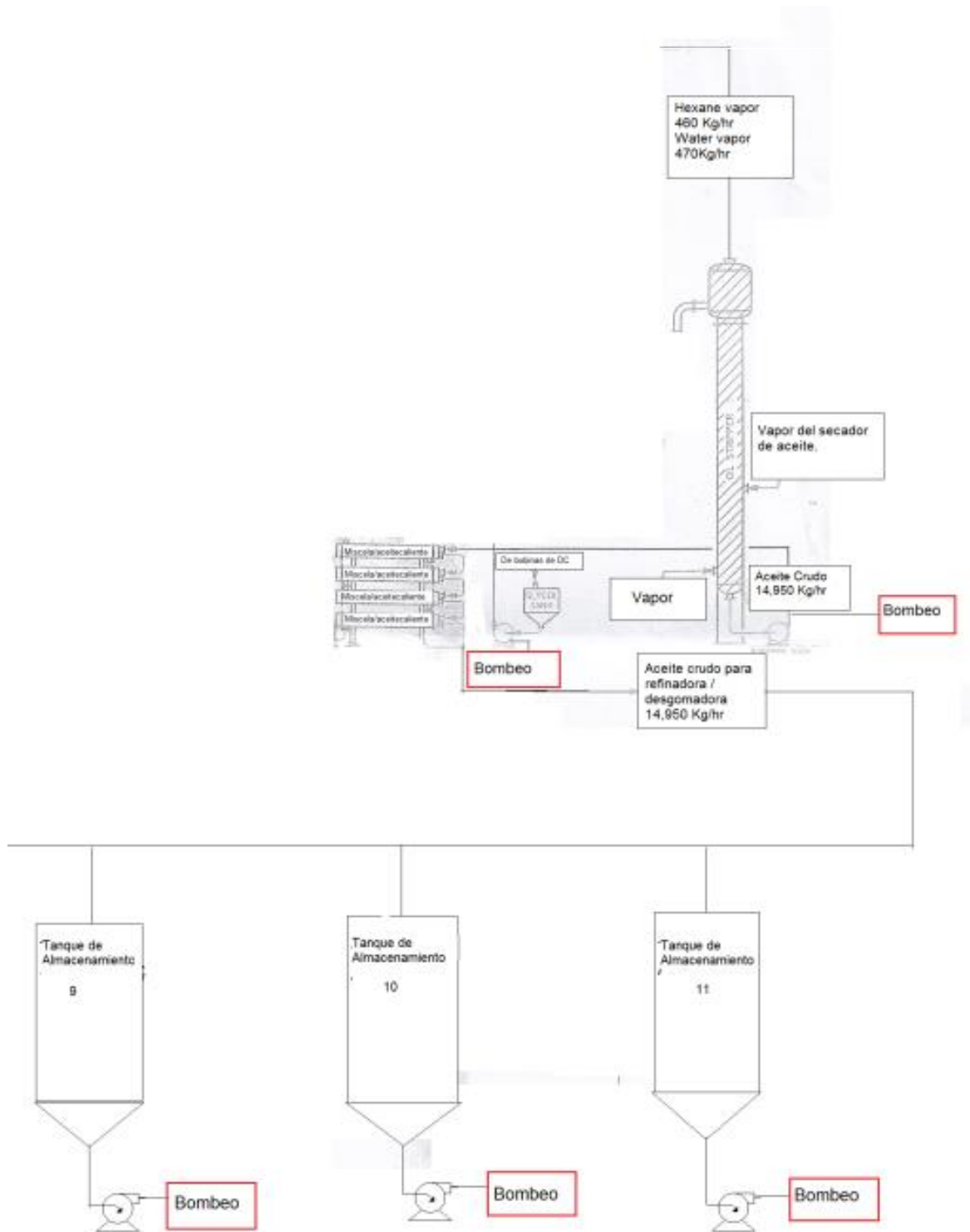
Dentro de la producción de aceite se encuentran 3 etapas importantes de muestreo, extracción de aceite crudo, aceite crudo desgomado y aceite de los tanques de almacenamiento, en estas 3 etapas se realizan análisis de química húmeda tales como ácidos grasos libres, impurezas insolubles, valor de peróxido, valor de yodo, humedad y materia volátil, materia insaponificable, fosforo y clorofilas.

### 2.1 Diagrama de flujo metodología de proyecto





## Diagrama de flujo para las frecuencias de bombeo.



## 2.2 Normatividad para análisis de aceite comestible en química húmeda.

Dentro de la frecuencia de aceites se hace la recepción donde se analizan los siguientes parámetros, ácidos grasos libres, índice de peróxido, clorofilas, fosforo, humedad y materia volátil, índice de yodo, impurezas insolubles, y materia insaponificable.

<b>Análisis</b>	<b>Normatividad</b>	<b>Vía por la que se analiza</b>
<b>Ácidos grasos libres</b>	NMX-F-101-SCFI-2012	Química Húmeda
<b>Índice de peróxido</b>	NMX-F-154-SCFI-2010	Química Húmeda
<b>Clorofilas</b>	Método oficial AOCS AK 2-92	Química Húmeda
<b>Fosforo</b>	Método oficial AOCS Ca 12-55	Química Húmeda
<b>Índice de yodo</b>	NMX-F-152-SCFI-2011	Química Húmeda
<b>Humedad y materia volátil</b>	Método oficial AOCS Da-Za48	Química Húmeda
<b>Materia insaponificable</b>	NMX-K-306-SCFI-2006	Química Húmeda
<b>Impurezas insolubles</b>	NMX-F-154-SCFI-2010	Química Húmeda

Tabla 1. Normas y métodos.

## CAPÍTULO 3. DESARROLLO DEL PROYECTO

### **Metodología para la validación del equipo de laboratorio NIRS DS2500.**

Se hizo la aceptación de la estadía por parte de Industrial Patrona S.A. de C.V. para el laboratorio de control de calidad, allí se hizo la definición del proyecto, que es la validación de un equipo de laboratorio que es capaz de predecir por medio de tecnología óptica de ondas de 400 a 2500 nm.

Se realizó el muestreo de diferentes aceites para la alimentación del equipo, como lo son el aceite de prensas, de extracción, desgomado, blanqueado, deodorizado, envasado y para pipas, con el fin de desarrollar una curva de alimentación más robusta para el equipo y con ello trabajar los resultados de estos aceites por esta vía, al ser de mayor rapidez y para tener una reducción de costos en cuanto a los reactivos que se utilizan.

Se hizo también un registro de los resultados de los parámetros vía química húmeda, esto para poder alimentar al equipo con el mismo aceite con el que se hizo vía química húmeda y alimentar al equipo con estos resultados para poder después calibrarlo de acuerdo con los resultados que este obtiene y los que se obtienen vía química húmeda.

Los análisis de muestras en el equipo mostraban un diferente resultado o muy distante por ello se llevó a cabo una calibración con la alimentación de resultados vía química húmeda, haciendo así la curva del equipo más robusta en cuanto información, todo esto fue vía remota ya que los ingenieros de FOSS pueden hacer estas calibraciones de esta manera.

Al llevarse a cabo el registro de muestras por aceite y por parámetro, también se hizo un análisis de frecuencia mensual por cada tipo de aceite y por cada parámetro, con ello se busca hacer una suma de cuantas muestras se realizan mensualmente y como esto ayudará a Industrial Patrona en su reducción de costos, lo que nos facilitó la búsqueda de facturas de este año y de años pasados para el análisis de costos en cuanto a reactivos utilizados dentro del laboratorio de control de calidad.

Se hizo una recolección de datos del equipo NIRS DS2500, esto con la ayuda del personal del laboratorio, para poder realizar un manual para fácil acceso al equipo que les ayudará también al personal a utilizar de una mejor manera este instrumento.

Al culminar el análisis de frecuencias y costos, notamos que los costos por química húmeda que suelen tener mensualmente son mayores al costo anual que tiene el mantenimiento preventivo del equipo, y ya que el equipo tiene su mantenimiento preventivo, cada año. Este suele tener una vida de 5 años hasta su primera falla mecánica.

## **CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y CONCLUSIONES.**

El equipo NIRS DS2500 tiene una alimentación de análisis por química húmeda los cuáles nos ayudan a tener un mejor resultado, todo esto por los ajustes que se le dan al ir incrementando la variedad de parámetros arrojados, obteniendo un mejor resultado debido a la curva de predicción con la que se trabaja.

El equipo NIRS DS2500 potencializa la productividad de análisis ahorrando tiempo y dinero por cada parámetro, por lo cual ese dinero invertido mensualmente para los análisis por química húmeda, se le da al equipo un mantenimiento preventivo anual.

Debido a que el equipo aún requiere una curva más amplia, será alimentado por los químicos de Industrial Patrona S.A. de C.V.

## 4.1 Resultados.

Como consecuencia a largo plazo se tiene que los costos por insumo de reactivos para los parámetros de ácidos grasos libres, índice de peróxido, clorofilas, fosforo, humedad y materia volátil, índice de yodo y materia insaponificable, se van a reducir por el hecho de realizarse por medio del equipo y ya que el equipo no utiliza ningún reactivo, será un gran aporte también para el medio ambiente, ya que no se utilizaran las mismas cantidades de aceites para sus muestreos.

Ya que dentro de la química húmeda se tiene un gasto mensual aún mayor que el gasto anual que tiene el equipo, gracias a la tecnología con la que trabaja, la predicción de los resultados se encuentra dentro de la norma, pero no es tan cercano a lo arrojado por química húmeda.

Se logró la validación del equipo NIRS DS2500 dentro del laboratorio de Industrial Patrona S.A. de C.V. en un 75% debido a la falta de calibraciones por parte del personal autorizado de FOSS ya que debido a que la siguiente calibración estaba programada para después del término de la estadía, no se logró concretar al 100% la validación.

Dentro de los resultados a mostrar se encontraba el análisis de costos para la materia prima (semillas y leguminosas) ya que debido al tiempo no se logró concretar, ya que es un área diferente y debido a políticas de la empresa no se puede dar información sobre los precios de materia prima.

Para poder concretar la validación también se realizó un análisis de costos para posteriormente compararlo con los costos que se tienen con el equipo, al realizarlo obtuvimos que al mes el gasto generado por química húmeda asciende a lo mismo que se gasta el equipo anualmente por mantenimiento preventivo.

Lo que hace del equipo una herramienta eficaz para la predicción de resultados y fácil de utilizar para los laboratoristas de Industrial Patrona.

## 4.2 Frecuencia mensual de análisis por química húmeda.

Análisis Aceite		A.G.L.	Índice de peróxido	clorofilas	fosforo	H. y M.V.	Índice de yodo	Impurezas insolubles	Mat. Insaponificable
C A N O L A	Aceite crudo de prensas	31	N/A	1	1	44	N/A	16	N/A
	Aceite de extracción	31	N/A	1	1	31	N/A	1	N/A
	Aceite desgomado	2	N/A	4	62	31	N/A	31	N/A
	Bombeos	62	N/A	N/A	31	62	N/A	62	N/A
	Pipas	60	60	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
S O Y A	Aceite de extracción	31	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	31	Por contrato (3)
	Aceite desgomado	2	N/A	2	2	31	N/A	N/A	N/A
	Bombeos	93	N/A	N/A	93	93	N/A	93	N/A
	Pipas	60	60	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	Refinados	720	12	150	20	N/A	N/A	N/A	N/A
	Blanqueados	180	150	1116	12	N/A	N/A	N/A	N/A
	Deodorizados	1440	155	N/A	1 (Canola)	N/A	N/A	N/A	N/A
	Envasado	231	231	N/A	N/A	4	4	4	N/A

### 4.3 Análisis de costos mensual para química húmeda.

Los análisis de costos para química húmeda mensual se hicieron en base a los reactivos utilizados por parámetro dentro de la empresa. Teniendo en cuenta el gasto generado por mes y la cantidad de reactivos utilizados.

Los precios por año varían por lo que se utilizaron las facturas al año correspondiente 2017-2018.

Parámetro	No. Análisis							Total
		Alcohol	Fenolftaleína	NaOH 0.1 N				
<b>A.G.L. (ácidos grasos libres)</b>	2943	123.7 L	123.7 gr	5.15 L				
<b>Costos</b>		3943.019138	936.4012875	531.94725				5411.36768
		Ácido acético			Agua	Tiosulfato de	Yoduro de	
<b>Índice de Peróxido</b>	690	Glacial	Trimetilpentano	Almidón	destilada	sodio 0.01 N	potasio	
<b>Costos</b>		\$9,979.38	\$11,757.87	\$12.00	\$245.08	\$48.00	\$1,952.46	\$23,994.79
		Yodo		Yoduro de		Tiosulfato de		
<b>Índice de Yodo</b>	10	monocloruro	Ciclohexano	potasio	Almidón	sodio 0.01 N	Agua destilada	
<b>Costos</b>		\$181.80	\$306.00	\$143.60	\$1.00	\$26.30	\$11.80	\$670.50
						Hidróxido de		
<b>Materia insaponificable</b>	3	Éter de petróleo	Alcohol	Agua destilada	Hidróxido de K	sodio		
<b>Costos</b>		\$312.50	\$4.00	\$2.00	\$26.50	\$2.60		\$347.60
<b>Impurezas insolubles</b>	155	Papel GFC	Keroseno	Éter de petróleo	Agua destilada	Alcohol		
<b>Costos</b>		\$9.00	\$18,189.61	\$541.70	\$157.00	\$71.30		\$18,968.61
		Cloruro de						
<b>Clorofilas</b>	1274	metileno	Hexano 95%					
<b>Costos</b>		\$1,554.28	\$393.66					\$1,947.94



		Oxido de zinc		Molibdovonato		Fusible		
<b>Fosforo</b>	223	grado reactivo	ácido nítrico 10%	de amonio	Fosfatos	cromo-niquel		
<b>Costos</b>		\$1,596	\$372	\$558	\$644	\$326		\$3,496
							<b>Gran total</b>	<b>54836.8077</b>

#### 4.4 Análisis de costos mensual equipo NIRS DS2500

El análisis de costos mensual del equipo NIRS DS2500 muestra a continuación los reactivos utilizados para la limpieza de los artículos del equipo, ya que el equipo no utiliza algún reactivo para analizar el aceite.

Reactivo	Costo
Agua destilada 10 litros	\$219.20
alcohol 96° 10 litros	\$220.00
<b>Gran total</b>	<b>\$439.20</b>

Ya que el equipo no necesita de reactivos para poder analizar los parámetros que se describen, el dinero que se ahorrará mensualmente por la disminución de análisis por química húmeda será utilizado para el mantenimiento preventivo anual del equipo que tiene un costo total de \$50,000.00 pesos.

Equipo NIRS DS2500	
Lámpara	\$2,000.00

El cambio de la lámpara se hace cada 8 meses por mantenimiento preventivo o antes, si se necesita un mantenimiento correctivo.

## 4.5 Manual para utilizar el equipo NIRS DS2500.



# MANUAL PARA UTILIZAR EL EQUIPO NIRS DS2500

Industrial Patrona S.A. de C.V:

### Descripción breve

Es este manual se describe la manera correcta de utilizar el equipo de laboratorio NIRS DS2500 dentro del laboratorio de control de calidad de Industrial Patrona S.A. de C.V.

T.S.U. Rosa Isela Hernández Maldonado  
9454@utc.edu.mx

## Contenido

INTRODUCCIÓN .....	2
Instalación .....	2
Instrucciones para la colocación del instrumento. ....	2
Instalación del software.....	2
Instrucciones de funcionamiento.....	3
Para apagar el analizador.....	4
Menú avanzado (care) .....	4
Calibración del instrumento.....	5
Calibración de longitud de onda .....	6
Software .....	7
Cuidado del equipo.....	8
Llenado de la copa de cuarzo. ....	8
Cerrado de la copa de cuarzo correctamente con la tapa de lámina de oro. ....	9
Checar la muestra. ....	10
Equipo. ....	11
Análisis del aceite en el equipo NIRS DS2500. ....	12
Alimentar el equipo con los resultados arrojados en química húmeda. ....	14
Sustitución de una lámpara. ....	16
Sustitución del halógeno de la siguiente manera. ....	16
Especificaciones técnicas. ....	17
Requisitos para la instalación .....	17
Datos del rendimiento. ....	18

### **Introducción.**

Este manual ha sido desarrollado con el fin de apoyar al personal que labora en el laboratorio de calidad al utilizar el equipo de laboratorio NIRS DS2500 con el fin de analizar en menos tiempo las muestras en distintos tipos de aceites.

La finalidad de este equipo es determinar los parámetros de ácidos grasos libres, índice de yodo, índice de peróxido, clorofilas, fosforo, impurezas insolubles, humedad y materia volátil y materia insaponificable. Todo esto como parte esencial de la calidad del aceite y sus especificaciones.

### **Instalación**

Instrucciones para la colocación del instrumento.

El instrumento pesa 27 kg y debe ser elevado entre dos personas, debe estar aislado de vibraciones ya que podrían afectar los resultados del análisis.

No debe impedirse la circulación del aire alrededor del extremo de enfriamiento de la lámpara. Será necesario dejar el suficiente espacio para permitir la circulación de aire en todo momento.

### **Instalación del software**

La instalación del software se describe en una guía de instalación independiente que se adjunta con el software.

Las nuevas instalaciones de software se pueden distribuir mediante la red Mosaic.

Esto se realizará durante una sincronización con el servidor Mosaic y al operador se le informará de que existe una actualización de software disponible.

Una vez conectado al equipo se realiza la conexión con el PC.

Esta configuración requiere de 2 conectores de red.

## Instrucciones de funcionamiento.

-Inicio

### 1. Encienda el instrumento

Espere a que la LED naranja de la parte delantera se encienda. Si la tapa estaba cerrada al encender el instrumento, la tapa se abrirá en este punto automáticamente.

### 2. Inicie el programa ISIsScan Nova en el PC.

El software encontrará automáticamente la prueba de diagnóstico del instrumento.

### 3. Realice el diagnóstico del instrumento.

Al arrancar ISIsScan Nova, se inicia automáticamente la prueba de diagnóstico del instrumento antes en el mismo día. Si el instrumento ISIsScan Nova se dejan encendidos durante la noche, la prueba de diagnóstico del instrumento se iniciará desde la vista avanzado (care)/ diagnóstico del instrumento (instrument diagnostic).

### 4. Ejecutar <<Muestra de control>> (check sample).

Debe realizarse una muestra de control en intervalos periódicos. El intervalo recomendado será diario, pero se podrá ajustar para que se corresponda con los procedimientos de funcionamiento estándar locales, (por ejemplo <<en cada turno nuevo>> , <<antes y después del trabajo diario>>, <<semanalmente>>)

#### 4.1 Procedimiento del análisis.

##### 4.1.1 Preparación de las muestras.

La liquidez de una muestra antes de un análisis tiene 2 ventajas.

- La muestra analizada será más representativa del conjunto.
- Los posibles errores que se pueden obtener al llenar la cubeta disminuirán debido a la homogeneidad de la muestra.

##### 4.1.2 Análisis de la muestra.

#### 1. Elija la cubeta adecuada para la muestra.

Preparé cuidadosamente la muestra y rellené la cubeta de muestra hasta arriba. Es posible compactar este tipo de muestras que tienden a formar espacios vacíos en la cubeta al verterlas utilizando la tapa con lámina de oro.

#### 2. Situé la cubeta llena en el compartimiento de muestras y cierre la tapa.

3. Haga clic en el icono del producto (product icon) y seleccione el producto (product) que desee analizar.

4. Seleccione un producto, coloque la cubeta de muestras llena en posición y haga clic en iniciar (start) en la esquina inferior derecha para iniciar la secuencia de análisis.

**Nota:** Debe estar en vista de resultados (result view), vista de historial (history view) o vista de gráfico (graph view) para comenzar un análisis. El análisis no puede comenzar la vista avanzada (care)

La cubeta específica que debe utilizarse con el producto seleccionado puede marcarse junto con el nombre del producto (esta indicación del tipo de cubeta puede habilitarse/deshabilitarse en perfil de funcionamiento (operation profile de Mosaic)

#### 4.2. Apagar el analizador y el software.

El instrumento y el PC pueden mantenerse encendidos entre análisis y por la noche sin problema.

Se recomienda apagar o reiniciar el PC a intervalos regulares para evitar problemas de acumulación de archivos de registros temporales y memoria redundante. LA frecuencia con la que necesite reiniciar el PC dependerá del propio PC. (Pero no es recomendable dejar encendido un PC durante meses.)

El instrumento y el software ISIsScan Nova se encienden y apagan por separado. Al apagar el software no se apagará el instrumento ni la lámpara del interior.

#### Para apagar el analizador

1. Diríjase al menú avanzado (care).
2. Haga clic en <<cerrar aplicación>> (close application).
3. Haga clic en <<Aceptar>> (OK) para cerrar el software.
4. El instrumento y la lámpara seguirán recibiendo corriente. Para apagar el instrumento por completo desconéctelo de la alimentación con el interruptor de encendido (apagado del panel trasero)

#### Menú avanzado (care)

El menú <<avanzado>> (care) contiene las funciones que no están relacionadas con el análisis rutinario.

La sincronización de Mosaic (Mosaic synchronization) la ventana sincronización de Mosaic ofrece una visión general de las últimas sincronizaciones en las que el analizador ha intercambiado datos con el servidor.

Para revisar el contenido de una sesión, márquela y haga clic en <<ver registros>> (view log)

Al hacer clic en <<Actualizar ahora>> (update now) se realizará una sincronización manual, que cargará todos los datos relevantes en el servidor Mosaic, descargará todas las actualizaciones disponibles del servidor Mosaic activará automáticamente las actualizaciones en instrumento local.

Sincronizaciones automáticas se realiza a determinados intervalos y cargará todos los datos relevantes en el servidor Mosaic. Estas actualizaciones no se instalarán automáticamente, sino que se avisa al operador de que hay nuevas actualizaciones disponibles, se le ofrecerán las opciones <<actualizar ahora>> (update now) o <<posponer>> (snooze).

Se mostrará un mensaje cuando se distribuya una versión actualizada del ISIScan Nova desde el servidor Mosaic.

### Calibración del instrumento

La función calibración del instrumento está en el menú avanzado (care) e incluye dos funciones:

- Calibración de longitud de onda partiendo del estándar de referencia de longitud de onda extremo.
- Corrección de intensidad, con un estándar de corrección por referencias externas.

La calibración del instrumento deberá realizarse siempre que el software lo pida o cuando lo recomiende un representante de FOSS. La no ejecución de la calibración del instrumento cuando se le pida no le permitirá analizar muestras (ni tampoco realizar otras tareas), pero todas las muestras se marcarán con la advertencia <<es necesario calibrar el equipo>>.

La calibración del instrumento deberá realizarse, además tras sustituir la lámpara del NIRS DS2500.

A continuación, se muestra una descripción de las dos operaciones. Deberá recordar que ambos elementos, calibración de longitud de onda o corrección de intensidad se realizarán siempre de forma secuencial durante calibración del instrumento. No es posible iniciarlos por separado.

ISIScan Nova recopilará e incluirá los resultados de ambas secuencias en su tratamiento matemático avanzado, para garantizar la calibración óptima del instrumento, en términos de precisión de longitud de onda, e intensidad.



### Calibración de longitud de onda

El NIRS DS2500 utiliza un método innovador de calibración de la longitud de onda, para asegurar la coherencia entre instrumentos. Un estándar de longitud de onda, basado en materiales con posiciones pico estables y conocidas, se usa para calibrar la escala de longitud de onda de cada instrumento.

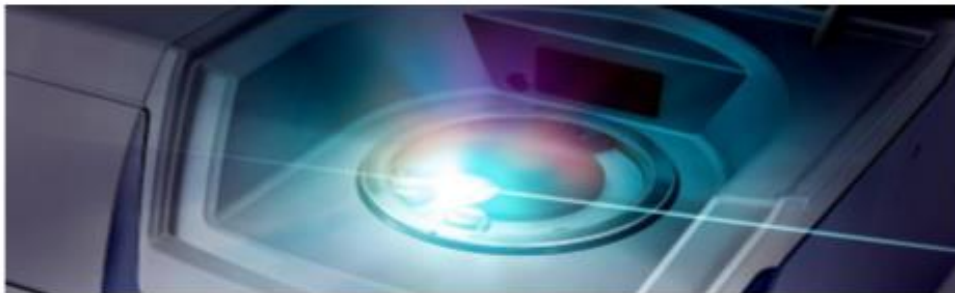
El estándar de referencia de longitud de onda externo e interno se crea con los mismos materiales. En FOSS estos estándares de longitud de onda se calibran con un instrumento maestro controlado y se normalizan con respecto al estándar SRM-1920a de NIST. Esto asegura que el registro de la longitud de onda de cada instrumento se puede trazar hasta un estándar conocido. Cada estándar tiene sus propios factores únicos que se usan para asegurar un vínculo preciso y trazable con el estándar SRM-1920a de NIST.

Esto asegura que el registro de la longitud de onda de cada instrumento se puede trazar hasta un estándar conocido. Cada estándar tiene sus propios factores únicos que se usan para asegurar un vínculo preciso y trazable con el estándar SRM-1920a de NIST. Los valores nominales de calibración del estándar externo se entregan en una unidad USB junto con la cubeta EWC. Los valores nominales de calibración del estándar de longitud de onda interno se almacenan en el software interno del instrumento.

Para el funcionamiento rutinario del dispositivo, se recomienda utilizar el estándar de longitud de onda interno a la hora de realizar la calibración del instrumento. Únicamente tendrá que utilizar el estándar de longitud de onda interno a la hora de realizar la calibración el instrumento de la misma forma.

No suele ser necesario utilizar la referencia de onda externa donde la calibración del instrumento, ya que el estándar de onda interno calibrará el instrumento de la misma forma.

Obviamente, deberá utilizar la referencia de longitud externa si sus políticas de control de calidad locales exigen el uso de un estándar externo. La cubeta EWC no se incluye con la compra del NIRS.



## Software

Este capítulo incluye una introducción a los 2 programas utilizados para el funcionamiento y la gestión de redes NIRS DS2500.

- ISIScan Nova
- Mosaic

### ISIScan Nova

Es el software operativo del NIRS DS2500 contiene todas las funciones necesarias para las rutinas de análisis normales.

- ✓ Seleccionar el producto y comenzar el análisis.
- ✓ Introducir la información de ID de la muestra y de otros campos de información relacionados con la muestra.
- ✓ Presentar los resultados en la pantalla.
- ✓ Vistas detalladas de las muestras actuales o históricas.
- ✓ Generar informes sobre resultado o diagnóstico.
- ✓ Realizar diagnósticos y calibrar instrumentos.
- ✓ Crear copias de seguridad de base de datos.
- ✓ Configuración d generación de información de transferencia de datos y notas de copias de seguridad.
- ✓ Configuración y comandos para la comunicación con el servidor MOSAIC.
- ✓ Iniciar sesión de asistencia remota a través de internet.

### MOSAIC

Se utiliza para la configuración de la interfaz de usuario o de ISIScan Nova y determina qué esta disponible para las operaciones de análisis rutinarias.

- ✓ Productos y calibraciones activas.
- ✓ Perfiles de funcionamiento
- ✓ Parámetros calculados
- ✓ Iconos, nombre de parámetro y unidades
- ✓ Campos de información sobre la muestra obligatorios y opcionales.
- ✓ Plantillas de informe.
- ✓ Configuración de pendiente e interceptación y compensación de humedad.

Las configuraciones de los instrumentos se gestionan localmente con el software MOSAIC.

El operador maneja el NIRS DS2500 mediante el software ISIScan Nova.

Se usa un PC para ISIScan Nova y el software MOSAIC, se usa para realizar las copias de seguridad de los datos y configurar los parámetros.

MOSAIC solo se conecta a un solo instrumento.

### Cuidado del equipo.

Antes de empezar a utilizar el equipo, se debe inspeccionar ambas partes del equipo, el slurry cup quartz, y la tapa con lámina de oro.



Imagen 1. Slurry cup Quartz.



Imagen 2. Tapa con lámina de oro.

Esto se hace con el fin de prevenir y evitar su mal uso, ya que, al dañarse el cristal de cuarzo o la lámina de oro, el resultado no será el correcto, debido a la forma en la que el equipo lee las muestras.

### Llenado de la copa de cuarzo.

Para el llenado de la copa de cuarzo, se utiliza una pipeta de transferencia de 2.5 ml, esto para evitar un mal llenado de la celda de cuarzo, extendiéndose desde una de las orillas de la celda hasta completar el círculo de cuarzo con aceite.

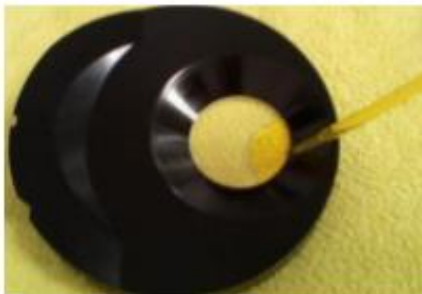


Imagen 3. Llenado del slurry cup quartz.

### Llenado de la copa de cuarzo.

Para el llenado de la copa de cuarzo, se utiliza una pipeta de transferencia de 2.5 ml, esto para evitar un mal llenado de la celda de cuarzo, extendiéndose desde una de las orillas de la celda hasta completar el círculo de cuarzo con aceite.

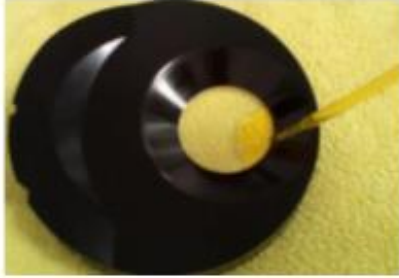


Imagen 3. Llenado del slurry cup quartz.

### Cerrado de la copa de cuarzo correctamente con la tapa de lámina de oro.

La manera correcta de sellar el cuarzo con el aceite se debe hacer desde la orilla del cuarzo deslizando hasta tapar completamente el aceite.



Imagen 4. Se coloca desde la orilla del Slurry cup quartz.



Imagen 5. Se desliza lentamente.

**Cerrado de la copa de cuarzo correctamente con la tapa de lámina de oro.**

La manera correcta de sellar el cuarzo con el aceite se debe hacer desde la orilla del cuarzo deslizando hasta tapar completamente el aceite.



Imagen 4. Se coloca desde la orilla del Slurry cup quartz.



Imagen 5. Se desliza lentamente



Imagen 6. La tapa con baño de oro tapa el aceite.

**Checar la muestra.**

Posteriormente se verifica que la muestra no tenga burbujas o materia extraña.

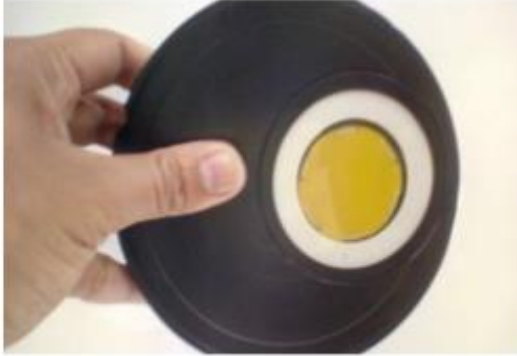


Imagen 6. Se verifica la muestra.

### Análisis del aceite en el equipo NIRS DS2500.

En el programa ISIScan Nova, definimos el tipo de aceite que se va a analizar, se inicia el análisis del aceite, se presiona en el botón naranja.

id	Producto	Fecha	Número de muestra	Clase	PERO	HUM	INDICE	AGL (%)	PROL	PROAP	FOSFORO [ppm]
15	ACE...	05/04/2018 10:37 a.m.	RS111		1.314	0.85	-0.304	175.57	0.340	0.064	0.67
16	ACE...	05/04/2018 10:33 a.m.	RS111		1.328	0.83	-0.291	175.95	1.587	0.064	0.56
17	ACE...	26/05/2018 08:38 a.m.	RS130		0.956	0.70	-0.184	156.47	2.347	0.150	0.75
18	ACE...	26/05/2018 08:38 a.m.	RS20		7.618	0.95	-0.098	94.96	1.240	0.328	-0.59
19	ACE...	26/05/2018 09:23 a.m.	RS79		7.213	0.92	-0.091	95.55	1.363	0.240	-0.56
20	ACE...	26/05/2018 09:20 a.m.	RS78		7.344	0.88	-0.125	95.34	1.302	0.274	0.58
21	ACE...	26/05/2018 09:16 a.m.	RS77		7.098	0.80	-0.125	95.25	1.479	0.257	-0.55
22	ACE...	26/05/2018 09:12 a.m.	RS76		7.319	0.76	-0.143	95.02	1.205	0.271	-0.55
23	ACE...	26/05/2018 09:08 a.m.	RS75		7.614	0.88	-0.108	94.95	1.218	0.281	-0.56
24	ACE...	26/05/2018 09:02 a.m.	RS74		7.230	1.07	-0.125	95.57	1.385	0.363	-0.56
25	ACE...	26/05/2018 08:57 a.m.	RS109		1.064	0.83	-0.081	158.95	2.171	0.306	0.80
26	ACE...	26/05/2018 08:53 a.m.	RS108		1.176	0.85	-0.258	175.37	0.880	0.220	-0.81
27	ACE...	26/05/2018 08:49 a.m.	RS107		1.289	0.41	-0.141	175.00	2.301	0.311	-0.83
28	ACE...	26/05/2018 08:45 a.m.	RS106		1.197	0.69	-0.076	175.24	1.682	0.234	0.79
29	ACE...	26/05/2018 08:36 a.m.	RS105		1.126	0.46	-0.092	175.11	1.854	0.274	-0.78
30	ACE...	26/05/2018 08:33 a.m.	RS104		1.303	0.71	-0.081	174.95	2.233	0.370	-0.88
31	ACE...	26/05/2018 08:28 a.m.	RS103		0.794	0.45	-0.136	175.68	1.923	0.377	0.18

Imagen 8. Programa ISIScan Nova.

Se procede a poner etiqueta a la muestra para tener un registro sobre las muestras de aceite analizadas.

Imagen 9. Se etiqueta la muestra a analizar.

Al analizar la muestra se lleva a cabo la lectura de la muestra por medio de la luz óptica NIRS en un rango de onda de de 400 a 2500 nm.

Produ.	Hora	Número de muestra	Clas.	PERC.	NUM.	INDICE	AGRI [%]	INSOL.	NSAP	FOSFORD [ppm]
ACE...	05/04/2018 10:41 a.m.	RS113								
ACE...	05/04/2018 10:37 a.m.	RS112		1.114	0.85	-0.304	113.32	0.140	0.068	-0.67
ACE...	05/04/2018 10:33 a.m.	RS111		1.128	0.83	-0.191	115.95	1.597	0.068	-0.56
ACE...	28/03/2018 08:33 a.m.	RS110		0.956	0.70	-0.184	118.81	2.147	0.190	-0.75
ACE...	28/03/2018 08:28 a.m.	RC80		7.658	0.95	-0.098	94.96	1.260	0.328	-0.58
ACE...	26/03/2018 09:23 a.m.	RC79		7.252	0.92	-0.091	95.55	1.363	0.290	-0.56
ACE...	26/03/2018 09:20 a.m.	RC78		7.344	0.88	-0.125	95.34	1.302	0.274	-0.59
ACE...	26/03/2018 09:16 a.m.	RC77		7.098	0.90	-0.121	95.25	1.470	0.297	-0.55
ACE...	26/03/2018 09:12 a.m.	RC76		7.219	0.76	-0.143	95.02	1.203	0.271	-0.59
ACE...	26/03/2018 09:08 a.m.	RC75		7.414	0.66	-0.108	94.95	1.238	0.291	-0.56
ACE...	26/03/2018 09:02 a.m.	RC74		7.130	1.07	-0.125	95.57	1.385	0.162	-0.56
ACE...	26/03/2018 08:57 a.m.	RS109		1.064	0.63	-0.081	118.88	2.171	0.306	-0.80
ACE...	26/03/2018 08:53 a.m.	RS108		1.176	0.85	-0.210	115.35	1.980	0.220	-0.81
ACE...	26/03/2018 08:49 a.m.	RS107		1.289	0.63	-0.181	115.01	2.201	0.313	-0.83
ACE...	26/03/2018 08:45 a.m.	RS106		1.197	0.69	-0.076	113.16	1.682		
ACE...	26/03/2018 08:38 a.m.	RS105		1.126	0.48	-0.092	115.11	1.654		
ACE...	26/03/2018 08:33 a.m.	RS104		1.387	0.71	-0.090	114.66	2.211	0.370	-0.88

Errores relacionados con el valor analizado para NSAP/FOSFORD

Imagen 10. Equipo NIRS analizando aceite.



Alimentar el equipo con los resultados arrojados en química húmeda.

Ya finalizado el análisis se toman los resultados arrojados en química húmeda para introducirlos al histórico del equipo, esto para ayudar a mejorar la curva del equipo y que los resultados que este arroje sean lo más cercano a lo real.

La manera correcta de alimentar el equipo es la siguiente.

The screenshot shows the FOSS software interface with a table of data. A context menu is open over the first row of the table. The table has columns: Fecha, Hora, Número de muestra, Clase, PERD., HUM., INDECE., AGI [mg], INSOL., INSAP., FOSFORO [ppm]. The context menu options are: Introducir valores de referencia, Exportar a formato CSV, Exportar a formato Excel, Exp. a formato CSV avanzado, Exp. a formato Excel avanzado, Exportar a formato BIR, Exportar a formato CAL, and Borrar.

Fecha	Hora	Número de muestra	Clase	PERD.	HUM.	INDECE.	AGI [mg]	INSOL.	INSAP.	FOSFORO [ppm]	
05/04/2018	10:40			0.88	-0.158	115.80	0.750	0.277	-0.18	90.80	
05/04/2018	10:41			0.99	-0.164	116.79	0.504	0.303	-0.80	41.03	
05/04/2018	10:37			0.85	-0.204	115.52	0.340	0.068	-0.67	5.10	
05/04/2018	10:33			0.83	-0.191	115.95	1.957	0.068	-0.16	45.24	
26/03/2018	08:33			0.70	-0.184	236.42	2.147	0.190	-0.75	48.66	
26/03/2018	08:28			0.95	-0.098	94.96	1.260	0.128	-0.55	-72.71	
26/03/2018	09:23			0.91	-0.091	95.55	1.363	0.260	-0.56	-111.31	
26/03/2018	09:20			0.93	-0.123	95.34	1.300	0.274	-0.58	-81.23	
26/03/2018	09:18			0.80	-0.121	95.25	1.470	0.297	-0.55	-49.96	
26/03/2018	09:17			0.76	-0.143	95.60	1.200	0.271	-0.55	-130.05	
26/03/2018	09:09			0.84	-0.108	94.95	1.238	0.281	-0.54	-93.50	
26/03/2018	09:07			1.07	-0.125	95.57	1.385	0.162	-0.54	-87.60	
26/03/2018	08:57		R0106	1.064	0.61	-0.081	114.95	2.171	0.906	-0.80	57.03
26/03/2018	08:53		R1008	1.176	0.85	-0.230	115.70	1.980	0.220	-0.81	55.71
26/03/2018	08:49		R1017	1.285	0.61	-0.161	115.03	2.201	0.313	-0.81	12.55
26/03/2018	08:45		R1016	1.197	0.69	-0.076	115.58	1.682	0.236	-0.79	60.90
26/03/2018	08:36		R1015	1.126	0.86	-0.091	115.12	1.656	0.274	-0.78	55.50

Imagen 11. Alimentación del equipo con los resultados de química húmeda 1.

The screenshot shows the FOSS software interface with a dialog box titled 'Introducir valores de referencia' open. The dialog box has a 'Parámetros' section with checkboxes for: Clasifica, PERDIDO, HUMEDAD, INDECE DE YODO, AGI, INSOLUBLES, INSAPONIFICABLE, and FOSFORO. Below this, there is a table with columns: Fecha, Hora, Número de muestra, Clasifica [ppm], Clasifica Ref. PERDIDO [ppm]. The table contains one row: 05/04/2018 10:40:36 a. m., R0114, 1.455, 0.86. The dialog box has 'Importar', 'OK', and 'Cancelar' buttons.

Fecha	Hora	Número de muestra	Clasifica [ppm]	Clasifica Ref. PERDIDO [ppm]
05/04/2018	10:40:36 a. m.	R0114	1.455	0.86

Imagen 12. Alimentación del equipo con los resultados de química húmeda 2.

Se alimenta al equipo con el resultado obtenido por química húmeda.

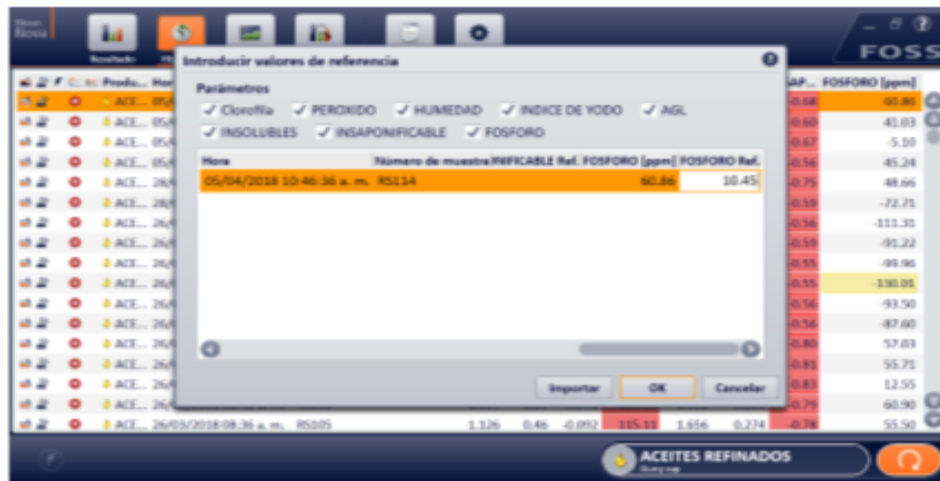


Imagen 12. Alimentación del equipo con los resultados de química húmeda 2.

### **Sustitución de una lámpara.**

El instrumento deberá limpiarse bien antes de sustituir una lámpara para evitar que el polvo dañe el reflector, la sustitución deberá realizarse en un entorno limpio.

Recuerde llevar a cabo la calibración del instrumento después de cambiar la lámpara y de haber calentado durante dos horas.

#### **Superficie caliente:**

La lámpara puede calentarse mucho es imprescindible utilizar guantes de algodón para cambiar la lámpara con el fin de evitar lesiones por calor.

#### **Precaución:**

No toque el cristal de la lámpara ni el reflector, ni deje que ninguna superficie rugosa entre en contacto con el cristal de la lámpara. Un arañazo microscópico en el cristal podría llegar a causar que la lámpara estallar.

#### **Precaución:**

La lámpara podría resultar dañada por marcas de dedos o residuos oleaginosos. Es imprescindible utilizar guantes de algodón para cambiar la lámpara para evitar cualquier daño.

### **Sustitución del halógeno de la siguiente manera.**

1. Apague el instrumento. Desconéctelo de la corriente.
2. Abra la tapa frontal.
3. Afloje los 4 tornillos que fijan la tapa de cubierta con la llave Allen de 4 mm suministrada.
4. Gire con cuidado el conjunto de la lámpara y suéltelo del instrumento.
5. Use el destornillador de punta plana proporcionado para aflojar los 2 tornillos que fijan los cables de la lámpara.
6. Coloque la nueva lámpara y realice el montaje en orden inverso.

## Especificaciones técnicas.

### Datos técnicos.

NIRS DS2500	
Dimensiones (ancho x largo x alto)	375 x 490 x 300 mm
Peso	27 kg
Fusible	5A
Contacto eléctrico	105 VA
Nivel de ruido	<70 dB (A)
Enfriamiento	Texaco Havoline x LC PG agualil (Enfriamiento lámpara)
Grado de protección	IP 65

### Requisitos para la instalación

NIRS DS2500	
Suministro eléctrico	100-240 V CA *) Frecuencia 50-60 Hz clase 1, conexión a tierra.
Temperatura del ambiente	5-40°
Temperatura de almacenamiento	De -20°C a 70° C
Entorno CEM	Uso de laboratorio, requisitos del sector
Funcionamiento	Uso en interiores
Altitud	Hasta 2000 mm
Sobrecarga transitoria	Conforme a la categoría II
Contaminación	Grado 2
Humedad ambiental	<93%
Entorno mecánico	Fijo y móvil en ocasiones
Vibraciones aleatorias (dos espectros distintos)	0.19 grms a 10-15 Hz conforme a espectros de la norma CEI 60068-2-64. 0.19 grms a 10-1250 Hz conforme a los espectros internos ed FOSS.

\*) Las fluctuaciones en el voltaje del suministro eléctrico no pueden ser superiores a +/- 10% de voltaje nominal.

Datos del rendimiento.

NIRS DS2500	
Modo de medición	Reflexión o transflexión (para líquido)
Rango de longitud de onda	400-2500 nm
Detector	Silicona 400-1.100 nm. Sulfuro de plomo 1.100-2.500 nm
Ancho de banda óptica	8.75 +/- 0.1 nm
Número de puntos de datos	4.2 CO (3.300 para el NIRS DS2500)
Rango de absorbancia	Hasta 2 AU
Número de submuestras	Valor predeterminado 7 para análisis en cubeta pequeña, 8 para análisis en cubeta grande (ajustable)
Tiempo de análisis	1 minuto por cada 8 muestras
Autocomprobación	12 minutos
Resolución espectral	0.5 nm
Precisión de la longitud de onda	< 0.05 nm
Precisión de la longitud de onda entre instrumentos (basado en un grupo de analizadores)	<0.02nm
Ruido fotométrico *)	400-1.100 nm <200 1100-2500 <200
*)Ruido= Valor RMS normalizado temporalmente expresado como: $\mu\text{AU} \cdot \sqrt{S}$	

## 4.2 Trabajos Futuros

Debido a que el equipo de laboratorio NIRS DS2500 necesita una mayor alimentación de los diferentes tipos de aceite para un mejor resultado, se debe seguir con el estudio metódico de los análisis por química húmeda y con ello alimentar la curva del equipo, para posteriormente realizar la siguiente calibración y con ello obtener un mejor resultado en el equipo

## 4.3 Recomendaciones

Mantener el equipo en buen estado, ya que al no necesitar reactivos se debe tener especial cuidado con los artefactos para su calibración y uso dentro del laboratorio.

## **ANEXOS**

Los siguientes anexos son normas y métodos oficiales para realizar los análisis por química húmeda dentro del laboratorio de Industrial Patrona S.A. de C.V.

**Norma Oficial para la determinación de ácidos grasos libres.**



### **NORMA MEXICANA**

#### **NMX-F-101-SCFI-2012**

#### **ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES – DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS LIBRES - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-F-101-SCFI-2006)**

**FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS –  
DETERMINATION OF FREE FATTY ACIDS - TEST METHOD**

#### **4 APARATOS Y EQUIPO**

- 4.1 Balanza analítica con sensibilidad de 0,0001 g.
- 4.2 Baño de vapor de reflujo o similar.
- 4.3 Parrilla eléctrica o similar.
- 4.4 Material común de laboratorio.

#### **5 MATERIALES Y REACTIVOS**

Los reactivos que a continuación se mencionan, serán grado analítico, a menos que se indique otra cosa; cuando se hable de agua, esta será agua destilada.

- 5.1 Solución de hidróxido de sodio exactamente valorada (según tabla 1).
- 5.2 Alcohol etílico de 95 ° (v/v) neutralizado en el momento de usarse con hidróxido de sodio 0,1 N. utilizando como indicador fenolftaleína.
- 5.3 Solución alcohólica indicadora de fenolftaleína al 1,0 %.

#### **6 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA**

La cantidad de muestra empleada para esta determinación debe estar de acuerdo con la siguiente tabla:

**TABLA 1.- Cantidad de muestra**

<b>Porcentaje de Ácidos Libres</b>	<b>Muestra en gramos</b>	<b>en Mililitros de alcohol</b>	<b>Normalidad de la solución.</b>
0,0 a 0,2	56,4 ± 0,2	50,0	0,1
0,2 a 1,0	28,2 ± 0,2	50,0	0,1
1,0 a 30,0	7,05 ± 0,05	75,0	0,25
30,0 a 50,0	7,05 ± 0,05	100,0	0,25 ó 1,0
50,0 a 100,0	3,525 ± 0,001	100,0	1,0



A la muestra determinada en gramos, seca, fundida y filtrada, contenida en un matraz Erlenmeyer de 300 ml, se le agregan tantos mililitros de alcohol etílico (véase 11A.1) como lo indica la tabla anterior, previamente neutralizado; si la disolución de los ácidos grasos libres no es completa en frío, caliente suavemente el matraz en baño de vapor a reflujo hasta disolución completa, y después se agrega 2 ml de fenolftaleína; se titula la mezcla con la solución de hidróxido de sodio valorada, agitando frecuentemente hasta que una coloración rosada persista durante 30 segundos.

## 8 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El porcentaje de ácidos grasos libres en la mayoría de grasas y aceites son calculados como ácido oleico, sin embargo en aceites de coco son frecuentemente expresados como ácido láurico y en aceite de palma en términos de ácido palmítico.

$$\text{Ácidos Grasos Libres como Oleico, en \%} = \frac{VxNx 28,2}{pm}.$$

$$\text{Ácidos Grasos Libres como Láurico, en \%} = \frac{VxNx 20,0}{pm}.$$

$$\text{Ácidos Grasos Libres como Palmítico, en \%} = \frac{VxNx 25,6}{pm}.$$

En donde:

*meq* es el miliequivalente químico del ácido graso de referencia (*Oleico 0,282, Láurico 0,200 y Palmítico 0,256*);

*N* es la normalidad de la solución de hidróxido de sodio;

*V* son los mililitros de solución valorada de hidróxido de sodio gastados en la titulación de la muestra.

*pm* es la masa de la muestra en gramos.

Los ácidos grasos libres son expresados frecuentemente en términos de Valor Acido o Índice de Acidéz, en vez de por ciento de ácidos grasos libres. El valor

ácido es definido como el número de miligramos de KOH necesario para neutralizar un gramo de muestra. Para convertir el porcentaje de ácidos grasos (como oleíco) a valor ácido, se multiplica el porcentaje de ácidos grasos por 1,99

## **9 REPETIBILIDAD**

El procedimiento debe efectuarse por duplicado y el valor no debe tener una variación mayor de  $\pm 0,25$  %; siendo el resultado final la media aritmética de ambas determinaciones.

## **10 REPRODUCIBILIDAD**

La diferencia entre el resultado obtenido por un analista y el promedio de una serie de determinaciones efectuadas en el mismo material de prueba, por diferentes analistas, en diferentes laboratorios; no debe ser mayor de 1 %.

## **11 APÉNDICE NORMATIVO A**

**11A.1** En el caso de las grasas se recomienda la mezcla al 50 % de alcohol/éter.

## **12 VIGENCIA**

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

Normatividad para la determinación de índice de peróxido.

**NORMA MEXICANA**

**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**

### **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. Está 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. Acido 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 a3 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 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.

## **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.

# Método para la determinación de clorofilas.

## METODO OFICIAL AOCS Ak 2-92

### DETERMINACION DE CONTENIDO DE CLOROFILA EN SEMILLAS DE COLZA/CANOLA POR ESPECTROMETRIA

#### DEFINICION.

Este método, adaptado del ISO 10519 (Referencia 1), define el contenido de clorofila como el total de las sustancias que contribuyen a la banda de absorción cerca de 665 nm, según lo determinado en las condiciones de operación especificadas en este método, medidas como clorofila y expresadas en miligramos por kilogramo (mg/Kg) del producto tal como se recibe.

El contenido de clorofila de la semilla colza/canola se determina por extracción de una porción de muestra en un aparato adecuado con una solución de etanol e iso-octano, o 2-propanol metanol e iso-octano seguida por la determinación espectrométrica de la clorofila contenida en la solución de extracción.

#### ALCANCE.

Este método especifica un análisis espectrométrico para la determinación del contenido de clorofila de semilla de colza/canola utilizada como materia prima industrial.

#### EQUIPOS.

Material común de laboratorio y en particular lo descrito a continuación:

1. Balanza analítica.
2. Molino mecánico- Tipo cuchilla o aspa o molino para granos de café o equivalente.
3. Micro triturador mecánico con tubos de acero inoxidable de aprox. 50 ml de volumen y que puedan ser tapados con seguridad, esferas de acero inoxidable (16 mm de diámetro) y un equipo para agitar los tubos bien tapados horizontalmente en una frecuencia de  $240 \text{ min}^{-1}$ , con un desplazamiento horizontal de 3.5 cm, o por ejemplo, un molino de esferas Dangoumau. (Ver notas 1).
4. Papel filtro-Velocidad media, doblado en V.
5. Espectrómetro-Adecuado para llevar a cabo medidas entre 600 y 700 nm, con una banda espectral de 2 nm. Si el espectrómetro no es capaz de lograr una banda espectral de 2 nm, es necesario llevar a cabo una calibración con clorofila tal como se describe en nota 2.
6. Celdas ópticas- Tener una longitud de trayectoria de al menos 1 cm.
7. Pipetas - Capacidad 30 ml, clase A, o un dispensador repetitivo con una capacidad de dispensar 30 ml con una precisión menor del 1%.

8. Tubos de cultivo-20 ml de capacidad, con su respectiva tapa.

#### REACTIVOS.

Los reactivos utilizados para la preparación del solvente de extracción deberán ser de grado analítico a menos que se indique lo contrario.

1. Solvente de extracción- Preparado como se indica a continuación:  
Transferir a un vaso de precipitados de 500 ml  
a) \*100 ml de etanol anhidro, ó -  
b) 50 ml de 2-propanol anhidro y 50 ml de metanol anhidro.
2. Adicionar al contenido del matraz 300 ml de iso-octano anhidro (2,2,5-trimetilpentano), o n-heptano técnico, o éter de petróleo (esencialmente compuesto de C7 hidrocarburos, con un rango de ebullición entre 90 y 100 ° C).

#### PROCEDIMIENTO.

1. El muestreo para obtener la muestra de laboratorio y la reducción de la misma (Tal como se recibe o después de la separación de impurezas) para la muestra de prueba, se deberá llevar a cabo de acuerdo con técnicas estandarizadas y con cualquier acuerdo actual a normas.



2. Las semillas con un contenido de humedad mayor de 10% (w/w) deberán ser secadas por 12 hrs a 45° C para reducir el nivel de humedad a 10% (w/w) o menos sin romper o descomponer los pigmentos de clorofila.
3. Transferir 50 gramos de la muestra prueba al molino mecánico y moler hasta producir una capa uniforme de la semilla. Si un pequeño molino como para café es utilizado, moler varias porciones y luego mezclarlas profundamente.
4. Para la porción de prueba, pesar con una precisión de 1 mg, 2 gr de la muestra prueba dentro del tubo de acero inoxidable, o del recipiente de extracción del molino de esferas Dangoumau.
5. Para la extracción de la porción de prueba adicionar, usando una pipeta, 30 ml del solvente de extracción al tubo o recipiente. Si esta utilizando un tubo, adicionar 3 esferas de acero inoxidable al tubo y agitar por una hora. Para molino de esferas Dangoumau, adicionar esferas de acero (al menos 4 de tamaño mediano) al recipiente y extraer por 20 min.
6. Dejar al extracto asentar por 10 minutos y luego decantar un volumen suficiente del extracto a través de papel filtro dentro de un tubo de cultivo para llenar una celda óptica. Tapar el tubo tan pronto como sea posible para minimizar la evaporación.

Nota:

La presencia de más de una fase en el extracto indica la presencia de exceso de humedad, ya sea en la muestra (la cual debe de tener menos del 10% de humedad) o en el solvente (el cual debe ser anhidro).

7. Transferir el extracto filtrado a la celda y determinar la absorbancia a 665, 705, y 625 nm (las lecturas a 705 y 625 nm son utilizadas para calcular una línea de base de corrección).

#### CALCULOS.

1. El contenido de clorofila, en miligramos por kilogramo (mg/kg) del producto tal como se recibe es expresado por la siguiente fórmula:

$$\text{Contenido de clorofila, mg/Kg} = \frac{k * A_{\text{CORR}} * V}{m * l}$$

Donde:

$$A_{\text{CORR}} (\text{Absorbancia corregida}) = A_{665} - [(A_{705} + A_{625}) / 2]$$

A<sub>665</sub> = Absorbancia a 665 nm

A<sub>705</sub> = Absorbancia a 705 nm

A<sub>625</sub> = Absorbancia a 625 nm

k = 13

l = Longitud de trayecto de la celda óptica, en cm.

m = Peso de la porción de prueba, en gr.

V = Volumen del solvente adicionado al tubo, en ml. Si se desea expresar el contenido de clorofila para el producto seco, tener en cuenta en el cálculo, el contenido de agua de la muestra, determinada en acuerdo con ISO 665.

#### PRECISION.

1. Repetibilidad.

La diferencia absoluta entre 2 resultados de prueba únicos e independientes, obtenidos usando el mismo método con material de prueba idéntico en el mismo laboratorio por el mismo analista utilizando el mismo equipo dentro de un intervalo corto de tiempo, no debe ser mayor que los siguientes valores:

- a) Contenido de clorofila entre 10 mg/Kg y 20 mg/Kg, mg/Kg = 2
- b) Contenido de clorofila entre 20 mg/Kg y 30 mg/Kg, mg/Kg = 3

Nota: Estos valores no son fijos para contenidos de clorofila por debajo de 10 mg/Kg porque la industria acepta un contenido arriba de 25 mg/Kg.

2. Reproducibilidad.

La diferencia absoluta entre 2 resultados de prueba únicos e independientes, obtenidos usando el mismo método, en material de prueba idéntico, en

diferentes laboratorios con diferentes analistas usando diferentes equipos, no debe ser mayor que los siguientes valores:

- a) Contenido de clorofila entre 10 mg/Kg y 20 mg/Kg, mg/Kg = 3
- b) Contenido de clorofila entre 20 mg/Kg y 30 mg/Kg, mg/Kg = 6

Nota: Estos valores no son fijos para contenidos de clorofila por debajo de 10 mg/Kg porque la industria acepta un contenido arriba de 25 mg/Kg.

#### REPORTE DE PRUEBA.

1. El reporte de prueba debe especificar el método utilizado y el resultado obtenido. Además debe hacer mención de todas las condiciones de operación no especificadas en el método, o consideradas como opcionales, junto con los detalles de cualquier incidente el cual pueda tener influencia en los resultados.
2. El reporte de prueba debe incluir toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra.

#### NOTAS.

##### Precaución.

Los solventes utilizados en este método son líquidos inflamables con bajo punto de inflamación. Estos solventes pueden reseca o irritar la piel, ojos y membranas mucosas. Consultar las hojas de seguridad para cada reactivo.

Cuando se manejen solventes, usar protección para los ojos, guantes y cofia libre de estática, (no poliéster). Manejar los solventes en un área muy bien ventilada, (preferentemente utilizar una campana de extracción) lejos del calor, chispas y llamas.

Realizar transferencias masivas de los solventes en una campana de extracción. Tener cuidado durante la transferencia, como los líquidos no son conductores pueden generar una carga estática.

Almacenar grandes volúmenes de solventes en área fría y ventilada. Separar de materiales oxidantes. Aislar de otros materiales combustibles.

El dietil éter puede formar peróxidos orgánicos durante el almacenamiento. Todos los

peróxidos orgánicos son extremadamente inflamables e inestables (explosivos). Estos son peligrosos porque son extremadamente sensibles al calor, fricción, golpes y luz, así como a oxidantes fuertes y agentes reductores.

Almacenar el dietil éter lejos del calor y luz en recipientes cerrados, preferentemente en contenedores proporcionados por el proveedor. Los contenedores de éter deben ser etiquetados con fecha en que se recibe, cuando se abren y fecha de caducidad. El contenido debe ser utilizado dentro de 1 mes después de abierto. Si el contenedor tiene varios años o si se observa cualquier sólido visible alrededor de la tapa, entonces no deberá intentar abrirlo. Los solventes utilizados deben ser almacenados y dispuestos de acuerdo con las regulaciones locales.

#### NOTAS NUMERADAS.

1. El molino de esferas Dangoumau es un ejemplo de un equipo adecuado y disponible en el mercado. Esta información se proporciona para criterio del usuario de éste método y no constituye una aprobación por parte de la AOCS.
2. Operación de rutina para calibración de espectrómetro incapaz de lograr una banda espectral de 2 nm, requiere la preparación de soluciones de clorofila pura a, seguido de la determinación, usando estas soluciones, de la pendiente de la curva de calibración para el espectrómetro.

##### Reactivos.

- a) Dietil éter- Solo de grado analítico.
- b) Clorofila – Solución estándar (Sigma Chemicals, St. Louis, MO,USA). Colocar cerca de 1 mg de clorofila cristalina de por lo menos 95% de pureza en un matraz volumétrico de 10 ml, disolver en dietil-éter y aforar con el mismo.

#### APARATOS.

- a) Espectrómetro. Que no sea el que será calibrado, adecuado para llevar a cabo medidas de absorbancia entre 600 y 700 nm y con una banda espectral menor de 2nm. Este instrumentación es requerido para determinar la concentración de clorofila a, en la solución estándar.

- b) Micro pipetas – Capaz de tomar mínimas cantidades como 0.200 ml, 0.400 ml, 0.600 ml, 0.800 ml y 1.000 ml.
- c) Matraz volumétrico de 10 ml de capacidad.
- d) Espectrómetro de trabajo, es decir, otro espectrómetro que no sea el especificado en Notas 2 aparatos a), para la calibración que se desea.

9.93 y 0.777 de esta fuente son ajustados por una dilución de 10 veces.

#### CALIBRACION.

- a) Para determinar el contenido de clorofila en la solución estándar, transferir 1.0 ml de la solución estándar de la clorofila a, al matraz volumétrico de 10 ml y diluir hasta la marca con dietil-éter. Medir la absorbancia de esta solución usando el espectrómetro a 660 nm (pico de longitud de onda) y 642.5 nm, usando una celda de 1.0 cm y una banda espectral de 2 nm.
- b) Calcular la concentración de la clorofila a, mg/L, en la solución estándar usando la fórmula:

$$\text{Clorofila a (mg/L)} = (99.3 * A_{660}) - (7.8 * A_{642.5})$$

Donde:

A<sub>660</sub>= Absorbancia de la solución estándar de clorofila a 660 nm.

A<sub>642.5</sub>=Absorbancia de la solución estándar de clorofila a 642.5 nm.

Nota: Los factores utilizados para la determinación de clorofila a (99.3 y 7.8) son derivados de los factores publicados en Referencias 2. Los factores

#### PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION.

- a) A una serie de 5 matraces volumétricos de 10 ml, adicionar 0.200, 0.400, 0.600, 0.800 y 1.000 ml de la solución estándar de clorofila a, la concentración de la que se calculó en Notas 2 calibración b). Aforar con el solvente de extracción.

Nota: Las pequeñas cantidades de dietil éter en esta solución no interfieren significativamente con la determinación.

- b) Medir la absorbancia corregida A<sub>CORR</sub> de estas soluciones de calibración y trazar contra la concentración de la clorofila a en las soluciones. La pendiente de la curva así trazada es la constante K, en mg/L, por absorbancia corregida.

#### REFERENCIAS.

1. Rapeseed-Determination of chlorophyll content-Spectrometric method, International Organization for Standardization, Geneva, 1992, ISO 10519:1992(E).
2. Official Methods of Analysis, AOAC International, 16<sup>th</sup> ed., Vol. I, Gaithersburg, MD, 1995, Chapt. 3, p. 27, Method 942.04.

## Método para la determinación de fosforo.



### DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN ACEITES USANDO UNA BOMBA DE OXIGENO (CALCINACIÓN).

Cuando los tiempos de análisis para un grupo de muestras son similares, el procedimiento de calcinación al aire es más económico porque el analista puede hacer otro trabajo mientras el aceite se está calcinando. El procedimiento de la bomba de oxígeno requiere de una atención completa del analista. Ambos métodos son bastante insensibles a las variaciones de otros factores.

La presencia de ZnO es esencial para una combustión completa del aceite. Sin embargo, la cantidad actual de ZnO no es importante mientras que no exceda los 0,02 g. El volumen del ácido nítrico diluido que es usado para disolver la ceniza, no es crítico arriba de 6 ml. Excediendo este volumen, decrementa la absorbancia. La libertad en la concentración del ácido demuestra que el control de pH exacto es innecesario.

El método de la bomba de oxígeno ha sido utilizado por más de un año en este laboratorio y ha sido aceptable para velocidad y exactitud en la determinación de fósforo en aceites. Cuando el número de muestras implica un tiempo largo, el procedimiento de calcinación al aire, descrito en este reporte, trabaja igualmente bien.

Tabla I.

Comparación entre molibdeno azul y reactivo molibdovanadato.

OIL	FÓSFORO ( $\mu\text{g} / \text{g}$ )	
	MOLIBDENO AZUL	MOLIBDOVANADATO
Crudo de soya	134	132
Refinado de colza	5,2	7,2
Crudo de colza	228	225
Mezcla de varios aceites	28	31
Mezcla de varios aceites 2	84	80



## DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN ACEITES USANDO UNA BOMBA DE OXIGENO (CALCINACIÓN).

### RESUMEN.

Se describe un método rápido para la determinación de fósforo en aceites. El principio de este método es similar al método AOCS, con la diferencia en la calcinación del aceite, la cual es acelerada usando una bomba de oxígeno.

Además, se utiliza molibdovanadato, el cual es utilizado para colorimetría y reacciona rápidamente, en preferencia al molibdeno azul especificado en el método AOCS. Los resultados con el procedimiento de calcinación por aire, en promedio, son menores del 5%, cuando es arriba de 10  $\mu$ /g. El límite de detección es dentro del orden de 1-2  $\mu$ /g.

### INTRODUCCIÓN.

El método oficial de la sociedad americana química de aceite para la determinación de fósforo en aceite ha sido utilizado por muchos años.

La medición colorimétrica de fosfato con molibdeno azul, es con frecuencia reemplazado por el más estable, fosfato molibdovanadato amarillo complejo, el cual es más tolerante para variaciones de pH y tiene menos interferencias aniónicas. Además, el procedimiento del molibdovanadato es más rápido y tiene menos pasos. Aunque la sensibilidad no es completamente tan alta como la del procedimiento del molibdeno azul, es adecuado para más aplicaciones.

La combinación de parrilla/mufla, continúa siendo aún, el procedimiento más común de calcinación. La mayor desventaja de este método es el tiempo de calcinación.

Existen intentos para aumentar la velocidad de calcinación por digestión con ácido nítrico y perclórico, pero no son populares por los riesgos de calentar estos ácidos en presencia de aceite.

También se han generado propuestas de métodos físicos como posibles formas para llevar a cabo el análisis más rápido. Estos se han desarrollado por varios investigadores, entre ellos, Prevot, que obtuvo una sensibilidad dentro del rango 1  $\mu$ /g usando un espectrofotómetro de absorción atómica con horno de atomización de grafito.

Belcher y compañeros desarrollaron una técnica llamada análisis de cavidad de emisión molecular (MECA) para estudiar la emisión molecular usando una cámara especial para muestra.

Ambos métodos son relativamente rápidos porque pueden requerir o no una pequeña preparación de la muestra. Sin embargo, todavía no están desarrollados lo suficientemente para usarlos de rutina.

La parte de calcinación del aceite del método oficial AOCS es la que consume más tiempo, cualquier mejora será benéfica en términos de velocidad de análisis. Una bomba de oxígeno puede ser utilizada para acelerar de sobremanera la calcinación del aceite.

La muestra es encendida en un vaso a presión llenado con oxígeno a 22-25 atmósferas, con la fusión de un delgado alambre con una corriente eléctrica. La bomba de oxígeno reduce el tiempo de calcinación desde un día en la parrilla/mufla a 15 minutos.

La combinación de la bomba de oxígeno y el reactivo molibdovanadato, se ha encontrado factible para proporcionar un método rápido y simple para la determinación de fósforo en aceite.

## ANÁLISIS.

## EQUIPOS.

La bomba de oxígeno usada en este estudio fue la modelo 1901 Parr Instrument Co. Las cápsulas de acero inoxidable suministradas con el equipo se utilizaron como porta muestras.

Cualquier espectrofotómetro, capaz de medir la absorbancia a 0,001 unidades convenientemente.

## REACTIVOS Y SOLUCIONES.

- Oxido de zinc (ZnO) grado reactivo, como auxiliar para calcinación.
- Acido nítrico diluido: Adicionar 1 volumen de ácido nítrico concentrado (70%) a 9 volúmenes de agua destilada.
- Solución estándar de fosfato de reserva conteniendo 2500  $\mu\text{g}$  / ml. Preparada por disolución de 10,984 gr de fosfato de potasio anhidro di-hidrogenado grado reactivo, ( $[\text{KH}_2\text{PO}_4]$  secado a 105 ° C por 4 hrs.) en agua destilada, y diluir a 1 lt. Diluyendo 5 ml del estándar de reserva a 500 ml, se obtiene un estándar de trabajo conteniendo 25  $\mu\text{g}$  / ml.
- El reactivo molibdovanadato (reactivo de color) se prepara en 3 pasos.
  1. 15 gr de molibdato de amonio grado reactivo,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , disuelto en 200 ml de agua destilada con un ligero calentamiento.
  2. Por separado, disolver 1 gr de metavanadato de amonio grado reactivo  $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , en 200 ml de agua destilada con ligero calentamiento. Esta solución se enfrió antes lentamente adicionando 200 ml de ácido perclórico (70%).
  3. Mezclar bien y enfriar a temperatura ambiente.

Las precauciones normales para el manejo de ácido perclórico, si este se derrama, deben seguirse al pie de la letra. La solución de molibdato se adicionó lentamente a la solución de vanadato, agitando frecuentemente. La solución combinada se diluye a 1 lt.

## PROCEDIMIENTO.

- Pesar una muestra de aceite lo más cercano a 0,1 mg dentro de una cápsula limpia y seca. Las cápsulas de acero inoxidable se limpiaron por calentamiento a 500 ° C, enjuagándose con ácido nítrico diluido seguido de agua destilada, posteriormente, secar.
- El tamaño de la muestra es de 0,4 gr, si el fósforo esta por encima de 100  $\mu\text{g}/\text{gr}$ , y 0,8 gr, si es menos de 100  $\mu\text{g}/\text{gr}$ . No mas de 0,8 gr de aceite puede ser calcinado de una sola vez o el límite de presión de la bomba de oxígeno puede ser excedido. Utilizar pinzas o tenazas para manipular la cápsula.
- El óxido de zinc ( 0,02 – 0,1 gr ) se adicionó como un auxiliar de calcinación para asegurar una combustión completa.
- La cápsula se calienta en una parrilla brevemente para dispersar el ZnO. Un alambre de plomo de 10 cm de largo (suministrado con la bomba) se sujetó a los electrodos torciendo el alambre tanto que este cuelga en forma de U.

- Colocar la cápsula sobre el recodo del electrodo y posicionar el alambre 1-3 mm por encima del aceite.
- Adicionar 2 ml de agua destilada al fondo de la bomba.
- Cerrar la bomba y llenarla con oxígeno a 22-25 atmósferas.
- Después de la ignición, enfriar la bomba en un contenedor de agua fría.
- Liberar la presión de la bomba antes de abrir.
- Remover la cápsula de la bomba y enjuagarla por fuera con un chorrito muy fino de agua destilada. Este enjuague debe realizarse muy escasamente para evitar un sobrellenado del matraz de 25 ml.
- Enjuagar la entrada de la bomba y los electrodos permitiendo que este lavado caiga dentro de la misma.
- Adicionar a la cápsula 1 ml de ácido nítrico diluido para disolver el residuo.
- Filtrar la solución a través de papel whatman # 1 dentro de un matraz volumétrico de 25 ml, incluir el enjuague de la cápsula y la bomba. Aforar con agua destilada.

### **DESARROLLO DEL COLOR.**

Este paso es muy simple. Para aceites con nivel de fósforo arriba de 100  $\mu\text{g/g}$ :

- Pipetear una alícuota de 5 ml de la solución muestra dentro del matraz volumétrico de 25 ml.
- Adicionar 5 ml de reactivo de color y llenar el matraz a volumen con agua destilada.
- Permitir que se desarrolle el color por 10 minutos.
- Medir la absorbancia en 400 nm.

Para aceites debajo de 100  $\mu\text{g/g}$  :

- Adicionar 5 ml de reactivo de color a un matraz volumétrico de 25 ml limpio y seco.
- Llenar el matraz a volumen con la solución muestra, es decir, una alícuota de 20 ml.
- La absorbancia fue medida como ya se describió.

Generar una curva de calibración de absorbancia vs.  $\mu\text{g}$  fósforo midiendo las absorbancias de 3 diferentes cantidades de fósforo.

- Pipetear alícuotas de 0, 1 y 3 ml de la solución estándar de trabajo por separado en matraces de 25 ml.
- Adicionar 5 ml de reactivo de color a cada matraz.
- Diluir a volumen las soluciones y medir la absorbancia como se describe anteriormente.

Estas estándares corresponden a 0,25 y 75  $\mu\text{g}$  de fósforo. Los valores típicos de absorbancia para 0 y 75  $\mu\text{g}$  son 0,028 y 0,290 respectivamente, usando por centímetro lo largo de la curva.

La cantidad de fósforo en la alícuota de una muestra desconocida, fue cualquiera de las 2 lecturas de la gráfica, o calculada de la pendiente e intersección de la línea recta más apta de 3 puntos estándar.

Si el fósforo en la alícuota es  $Y \mu\text{g}$  (después de la corrección para la calcinación de blancos), la concentración ( $\mu\text{g/g}$ ) en el aceite es  $25 Y/VW$  donde  $V$  es el volumen de la alícuota y  $W$  es el peso del aceite.

Llevar a cabo una calcinación de blanco con el procedimiento completo. La corrección del blanco, la cual es dependiente de la pureza de los reactivos si la contaminación del material y el ambiente del laboratorio es controlado, será constante, promediando 1 µg de fósforo para una alícuota de 20 ml.

El ácido nítrico es usado en lugar de ácido clorhídrico para disolver la ceniza porque el HCl \_\_\_\_\_ el fósforo de la cápsula de acero inoxidable.

En el límite de detección, el blanco puede incrementar al 50 % del total de fósforo presente.

### **CALCINACIÓN AL AIRE.**

- Pesar de 1 a 3 gr de aceite y 0,1 gr de ZnO, en un crisol de porcelana.
- Colocarla en una parrilla hasta carbonizar.
- Introducir a una mufla a 500 ° C durante toda la noche.
- Disolver el residuo con 2 ml de ácido nítrico diluido
- Filtrar a través de papel whatman # 1 en un matraz volumétrico de 25 ml y llenar a volumen.
- Pipetear una alícuota adecuada dentro de una matraz de 25 ml y llevar a cabo el mismo procedimiento del desarrollo de color como en la bomba de oxígeno.

### **RESULTADOS.**

Para confirmar que el reactivo molibdovanadato ofrece resultados comparables al procedimiento del AOCS con molibdeno azul, varias muestras de aceites fueron analizadas usando ambos métodos.

Se analizaron alícuotas iguales de la misma solución de ceniza disuelta para evitar los pequeños errores en los pasos de calcinación y pesaje. Los resultados, tabulados en la tabla 1, están en óptimos resultados.

Los resultados para la comparación de la bomba de oxígeno y calcinación al aire, usando el reactivo molibdovanadato para ambos procedimientos, son tabulados en la tabla II. Estos aceites son analizados sobre un periodo de 9 meses usando varios baños de reactivo de color, demostrando que se pueden obtener resultados constantes en base a un periodo largo.

Por arriba de 10 µg/g, la diferencia entre los 2 métodos en promedio es de 3,8 % para este set de datos. También se obtiene un resultado similar para una rutina de análisis. Debajo de 10 µg/g, usualmente el resultado está dentro de 2 µg/g. El límite de detección mas bajo es entre 1-2 µg/g.

El resultado entre la bomba de oxígeno y el procedimiento de calcinación al aire es adecuado, sin embargo, una característica destacada del procedimiento de la bomba es su velocidad de análisis. Una muestra de aceite puede ser calcinada y estar lista para el procedimiento colorimétrico en 15 min. aproximadamente.

En las aplicaciones del control del proceso, el análisis de una o 2 muestras en menos de 1 hora puede ser muy útil. Si más de 15 muestras deben ser analizadas, el tiempo de análisis será parecido al de la calcinación al aire. La razón es que la bomba de oxígeno calcina las muestras en secuencia, mientras que la parrilla calcina las muestras concurrentemente.



Tabla II.

Comparación entre calcinación al aire y calcinación con bomba de oxígeno.

OIL	FÓSFORO ( $\mu\text{g} / \text{g}$ )		
	Calcinación al aire	Con bomba de oxígeno	Diferencia ( % )
Crudo de soya	112	118	+5,4
Crudo de colza	231	229	-0,9
Crudo de maíz	880	857	-2,6
Mezcla de varios aceites	13	14	+7,7
	24	25	+4,2
	38	40	+5,3
Crudo de colza	245	246	+0,4
Crudo de soya	130	123	-5,4
Crudo de colza	242	237	-2,1
Refinado de maíz	6,6	5,9	
Refinado de maíz	3,5	4,3	
Refinado de soya	5,4	6,2	
	1,2	2,1	
	2,8	4,1	
Mezcla de varios aceites	8,6	8,4	
	8,0	7,2	

#### Referencias.

- + Reimpreso de THE JOURNAL OF THE AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. Vol. 57, No. 10, pages 359-361.
- + "Official and Tentative Methods of the American Oil Chemists' Society" 3rd Edition. AOCS, Champaign, IL. 1973, Method Ca 12-55.

## Normatividad para el análisis de humedad y materia volátil.

METODO OFICIAL AOCS Da 2a - 48

### HUMEDAD Y MATERIA VOLATIL, METODO DE HORNO

#### DEFINICION.

Este método determina la humedad y cualquier materia volátil bajo las condiciones del análisis.

#### ALCANCE.

Este método es aplicable a los jabones y productos de jabón. No se aplica a productos que contengan una cantidad apreciable de silicato de sodio, mas de 1% de glicerol, y jabones producidos de aceite, tales como aceite de linaza, que tienden a oxidarse fácilmente. Para estos productos debe ser usado el método de destilación. Reemplaza Da 2a - 42.

#### APARATOS.

1. Horno de aire – manteniendo a una temperatura de  $105 \pm 2$  °C, especificación AOCS H 3 – 45.
2. Cápsula o vasos de porcelana – 60 a 80 mm de diámetro y 20 a 40 de profundidad.

#### PROCEDIMIENTO.

1. Pesar  $5.0 \pm 0.01$  gr de la muestra dentro de la cápsula tarada, la cual ha sido previamente secada por una hora a  $105 \pm 2$ °C y enfriada a temperatura ambiente en un desecador.
2. Secar la muestra hasta peso constante en el horno a  $105 \pm 2$ °C, enfriar a temperatura ambiente en el desecador y pesar.
3. El peso constante es alcanzado cuando entre los periodos de una hora se muestra una perdida o ganancia no mayor de 0.1 %.

#### CALCULOS.

$$\% \text{ Humedad y materia volátil} = \frac{\text{Pérdida en masa, gr} \times 100}{\text{Masa, gr de la muestra}}$$

#### NOTA.

Si el bicarbonato de sodio esta presente, se someterá a la descomposición parcial en agua y CO<sub>2</sub> bajo las condiciones de prueba de este método.

Normatividad para la determinación de índice de yodo por el método de ciclohexano.

## **NORMA MEXICANA**

### **NMX-F-152-SCFI-2011**

#### **ALIMENTOS - ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES - DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE YODO POR EL MÉTODO CICLOHEXANO – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-F-152-SCFI-2005).**

FOODS-VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS-  
DETERMINATION OF IODINE VALUE BY THE CICLOHEXANE-  
METHOD- TEST METHOD

---

#### **0 INTRODUCCIÓN**

Esta norma mexicana establece el procedimiento para determinar el Índice de Yodo de aceites y grasas vegetales o animales, con base en los últimos avances en la metodología y técnicas analíticas vigentes al momento de incorporarla dentro de las normas mexicanas.

#### **1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta norma mexicana establece el procedimiento para determinar el Índice de Yodo de aceites y grasas vegetales o animales en valores de 15 a 70 y que no contengan dobles enlaces conjugados (véase 8.1).

## **2 DEFINICIONES**

Para Los efectos de esta norma, se establece la siguiente definición:

### **2.1 Índice de Yodo:**

Es la medida de la insaturación de las grasas y aceites y se expresa en términos del número de centigramos de yodo absorbido por gramo de muestra (% de Yodo absorbido).

## **3 FUNDAMENTO**

Este método se basa en la reacción del monocloruro de yodo con los ácidos grasos, y en medir la cantidad de yodo que está presente en 2/8 forma libre. En función de este se determina el grado de insaturación del aceite.

## **4 EQUIPO Y MATERIALES**

- 4.1** Matraces para Índices de Yodo de 500 mL con tapón de vidrio.
- 4.2** Matraces volumétricos de 1000 mL con tapón de vidrio, para preparar soluciones estándar.
- 4.3** Pipeta de 25 mL, con divisiones de 1 mL para adicionar exactamente 25,0 mL de solución Wijs.
- 4.4** Pipeta volumétrica de 25 mL, con divisiones de 1 mL para solución al 15 % de Yoduro de potasio (KI).
- 4.5** Pipeta volumétrica de 2 mL, con división de 1 mL. Para solución de almidón.
- 4.6** Pipeta volumétrica de 50 mL, con divisiones de 1 mL, para agua destilada.
- 4.7** Pipeta de realimentación con matraz de llenado, de 20 mL, para ciclohexano.
- 4.8** Balanza analítica con precisión de  $\pm 0,0001$  g.
- 4.9** Agitador magnético
- 4.10** Papel filtro Whatman N° 41H, o equivalente.
- 4.11** Vasos de precipitados de 50 mL.
- 4.12** Horno de aire caliente
- 4.13** Reloj o medidor de tiempo (Timer)

## 6 PROCEDIMIENTO

- 6.1** Fundir la muestra de prueba, si no está en estado líquido (la temperatura durante la fusión no debe exceder 10 °C arriba del punto de fusión) y filtrarla a través de 2 piezas de papel filtro, para eliminar cualquier tipo de impureza sólida y cualquier traza de humedad. La filtración puede hacerse en un horno a 80 °C - 85 °C, pero debe completarse dentro de un tiempo de 5 h 30 min. La muestra debe estar completamente seca, así como todo el equipo de vidrio.
- 6.2** Después de la filtración, permita que la muestra filtrada alcance una temperatura de 68 °C - 71 °C, antes de pesar la porción de prueba.
- 6.3** Una vez que la muestra ha alcanzado la temperatura de 68 °C - 71 °C ± 1 °C, inmediatamente pese la porción de prueba

en un matraz de Índice de Yodo de 500 mL, usando los pesos y exactitud detallados en la siguiente tabla: (véase 8.6)

### PESOS DE LA MUESTRA DE PRUEBA

Índice de yodo	Pesos de muestra de prueba		Exactitud del peso
	100 % exceso	150 % exceso	
	g	g	g
< 3	10	10	± 0.001
3	10.576	8.4613	0.005
5	6.346	5.0770	0.0005
10	3.1730	2.5384	0.0002
20	1.5865	1.2720	0.0002
40	0.7935	0.6346	0.0002
60	0.5288	0.4231	0.0002
80	0.3966	0.3173	0.0001
100	0.3173	0.2538	0.0001
120	0.2644	0.2115	0.0001
140	0.2266	0.1813	0.0001
160	0.1983	0.1587	0.0001
180	0.1762	0.1410	0.0001
200	0.1586	0.1269	0.001

- 6.4** Agregar 20 mL de Ciclohexano sobre la muestra y agite para asegurar que la muestra de prueba está completamente disuelta.
- 6.5** Agregar 25 mL de solución Wijs, usando la pipeta de 25 mL, dentro del matraz que contiene la muestra de prueba. Tapar el matraz y agitar para asegurar una mezcla íntima. Inmediatamente ajustar el reloj (Timer) para 1 h o 2 h, dependiendo del Índice de Yodo de la muestra  $IY < 150$ , 1h,  $IY \geq 150$  2h.
- 6.6** Inmediatamente guarde los matraces en un lugar oscuro, por el tiempo requerido de reacción, a una temperatura de  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  (véase 8.7)
- 6.7** Preparar y conducir al menos una determinación de un blanco con cada grupo simultáneo de prueba, similar en todos aspectos a la porción de prueba.
- 6.8** Sacar los matraces del lugar oscuro y adicionar 20 mL de solución de Yoduro de Potasio, seguida de 100 mL de agua destilada (véase 8.8)
- 6.9** Titular con solución de Tiosulfato 0.1M, adicionándolo gradualmente y con constante y vigorosa agitación (véase notas 11), Continúe la agitación hasta que ya casi el color amarillo desaparezca. Agregar 1 mL - 2 mL de solución de almidón y continúe la titulación hasta que justamente el color azul desaparezca.

## **7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS**

$$\text{Índice de Yodo} = \frac{(B - S) \times M \times 12.69}{\text{masa, g de porción de prueba}}$$

Donde:

- B** es el volumen de solución tituladora, en mL, del blanco.  
**S** es el volumen de solución tituladora, en mL, de la muestra  
**M** es la Molaridad de la solución del Tiosulfato de Sodio.

## **8 APÉNDICE NORMATIVO**

### **8.1 Aplicabilidad a aceites con enlaces conjugados.**

Cuando el Índice de Yodo se determina en aceites que contienen enlaces conjugados, el resultado no es una medida de la insaturación sino un valor empírico indicativo de la insaturación presente y que puede ser útil para fines comparativos.

### **8.2 Preparación de solución Wijs**

Debido a que la preparación de la Solución Wijs consume tiempo e involucra 2 reactivos químicos tóxicos y peligrosos, esta solución puede ser comprada con un proveedor de reactivos químicos. Las soluciones que pueden ser utilizadas no deben contener tetracloruro de carbono. Todas las soluciones son sensibles a la temperatura, la humedad y la luz. Almacenar la solución Wijs en un lugar oscuro y frío y nunca llevarla a temperaturas arriba de 25 °C - 30 °C.

#### **8.2.1 Preparación de la solución de Wijs.**

La solución de Wijs se prepara usando monoclóruo de yodo comercial de la siguiente forma:

##### **8.2.1.1 Solución patrón**

Añada  $317 \pm 0,1$  g de monoclóruo de yodo a 1 litro de ácido acético glacial y filtre a través de papel filtro Whatman No. 41H o equivalente, dentro de un frasco de vidrio para reactivo limpio y seco. Filtre rápidamente para prevenir contaminación con humedad y almacene en un lugar frío. Descarte la solución si se forma un precipitado.

##### **8.2.1.2 Solución de Wijs**

Usando una probeta graduada, vierta  $117,0 \pm 0,1$  mL de la solución patrón en una botella estándar de 5 libras (2,270 Kg) de ácido acético glacial y mezcle bien agitándolo. La relación de Yodo a Cloro de la solución Wijs deberá estar dentro de los límites de  $1,10 \pm 0,1$ . El procedimiento para determinar esta relación es el siguiente:

##### **8.2.1.2.1 Contenido de yodo (A)**

Vierta 150 mL de agua saturada con Cloro en un matraz Erlenmeyer de 500 mL, agregue unas pocas esferas de vidrio y agregue 5 mL de solución de Wijs con una pipeta dentro del matraz que contiene el agua saturada de cloro. Agite, y caliente hasta ebullición. Hierva vigorosamente por 10 minutos, enfríe y agregue 30 mL de ácido sulfúrico al 2 % y 15 mL de solución de yoduro de potasio al 15 %. Mezcle bien e inmediatamente titule con solución 0,1 N de tiosulfato de sodio hasta el punto final usando solución de almidón como indicador.

### 8.2.1.2.2 Contenido total de halógeno(B)

Vierta 150 mL. de agua destilada recientemente hervida dentro de un matraz Erlenmeyer de 500 mL. limpio y seco. Agregue 15 mL. de solución al 15 % de yoduro de potasio. Con una pipeta agregue 20 mL. de solución de Wijs dentro del matraz y mezcle bien. Titule con solución 0,1 N de tiosulfato de sodio hasta el punto final usando solución de almidón como indicador.

Calculo de la relación de halógeno:

$$\text{Relación de halógeno} = \frac{2A}{3B - 2A}$$

Donde:

A es el volumen de tiosulfato de sodio 0,1 N en mL; contenido de yodo como mL. de tiosulfato de sodio.

B es el volumen de tiosulfato de sodio 0,1 N en mL; contenido total de halógeno como mL. de tiosulfato de sodio.

### 8.3 Solución de almidón al 1 %

La solución de almidón al 1 % puede ser comprada a un proveedor confiable de reactivos químicos. Es recomendable el almidón de papa para Yodometría, porque este almidón produce un azul intenso en presencia del ion Yodo. El "almidón soluble" no se recomienda porque puede no desarrollar un azul intenso consistente cuando algunos almidones solubles interactúan con el ion Yodo. Se recomiendan los siguientes almidones solubles:

Almidón soluble para Yodometría, Fisher S516-100

Almidón soluble de papa Sigma S26-30

Almidón soluble de papa, para Yodometría J.T.Baker 4006-04.

### 8.4 Ciclohexano

El Ciclohexano debe usarse fresco. Pueden obtenerse resultados erróneos si se usa Ciclohexano viejo. Cuando se usa ciclohexano solo como solvente, los 30 min de tiempo de reacción especificados en las versiones anteriores del método de Wijs, no son suficientes para muestras de prueba que tienen un índice de yodo mayor a 100, especialmente para aceites de pescado.



**8.5** Estandarización de solución de tiosulfato de sodio 0.1M

**8.5.1** Preparación de solución de tiosulfato de sodio 0.1 M.

Pesar 248 g de Tiosulfato de Sodio y disolver en un litro de agua deionizada en un matraz volumétrico.

**8.5.2** Estandarización de solución de tiosulfato de sodio 0.1M

Pesar 0.16 g - 0.22 g de Dicromato de Potasio, finamente molido y secado en un matraz de 500 mL. por diferencia de peso en el frasco de pesado. Disolver en 25 mL. de agua, adicionar 5 mL de ácido clorhídrico concentrado y 20 mL de solución de yoduro de potasio y agite rotando para mezclar. Dejar reposar por

5 min y entonces adicionar 100 mL de agua deionizada. Titular con solución de tiosulfato de sodio y agitar continuamente hasta casi la desaparición del color amarillo. Adicionar 1 mL - 2 mL de indicador de almidón y continuar la titulación. Adicionar la solución de tiosulfato lentamente hasta el momento preciso en que el color azul desaparezca. La concentración de la solución del Tiosulfato es expresada en términos de molaridad.

$$\text{Molaridad de solución de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{20.394 \times \text{peso de K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7, \text{g}}{\text{Volumen, mL de solución de tiosulfato}}$$

**8.6** El peso de la porción de prueba debe de ser tal que haya un exceso de solución de Wijs de 50 % - 60 % de la cantidad agregada; por ejemplo 100 % - 150 % de la cantidad absorbida.

**8.7** Si la reacción no se termina dentro de los 3 min después del término, la porción de prueba debe de ser descartada.

**8.8** La porción de prueba debe de ser titulada dentro de los 30 min del término de la reacción, después de los cuales el análisis no es válido.

## **9 NOTAS DE PRECAUCIÓN**

- 9.1** El Ciclohexano es flamable y un riesgo peligroso de fuego, es moderadamente tóxico por inhalación y por contacto con la piel. El TLV en el aire es de 300 ppm.
- 9.2** La solución Wijs causa severas quemaduras y puede causar daños a los ojos y a los pulmones. El uso de mascarilla es recomendado. La solución Wijs sin tetracloruro de carbono está disponible comercialmente.
- 9.3** El ácido Clorhídrico es un ácido fuerte y puede causar severas quemaduras. Se debe usar ropa protectora cuando se trabaje con este ácido. Es tóxico por ingestión e inhalación y es fuertemente irritante para ojos y piel. Se recomienda el uso de una apropiada mascarilla. Cuando diluya el ácido, siempre adicione el ácido al agua, nunca al revés.
- 9.4** Dicromato de Potasio, es tóxico por ingestión e inhalación. Hay suficiente evidencia en humanos de la cancerogenicidad del cromo (+6), en particular cáncer de pulmón. Es un fuerte agente oxidante y un peligroso riesgo de fuego cuando entra en contacto con químicos orgánicos.

## **10 VIGENCIA**

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

## **Normatividad para el análisis de impurezas insolubles.**

### **NMX-F-215-SCFI-2006**

#### **ALIMENTOS - ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES - DETERMINACIÓN DE IMPUREZAS INSOLUBLES - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-F-215-1987)**

#### **FOODS - VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS - INSOLUBLE IMPURITIES DETERMINATION - TEST METHOD**

### **1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta norma mexicana establece el procedimiento para la determinación de sustancias extrañas insolubles en keroseno y éter de petróleo en aceites y grasas normales de origen vegetal o animal.

### **2 REFERENCIAS**

Para la correcta aplicación de la presente norma se debe consultar la siguiente norma mexicana vigente o la que la sustituya:

NMX-F-211-SCFI-2006

Alimentos - Aceites y grasas vegetales o animales  
- Determinación de humedad y materia volátil -  
Método de prueba.

### **3 FUNDAMENTO**

El fundamento está basado en la separación de las materias insolubles por medio de un disolvente.

### **4 APARATOS Y EQUIPO**

- 4.1 Crisol tipo Gooch, preparado con un filtro de fibra de vidrio sin relleno orgánico. Lave el filtro con agua, alcohol y éter. Seque a peso constante a  $101^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ . Enfríe en un desecador a temperatura ambiente y pese.
- 4.2 Matraz de filtración de tamaño conveniente y adaptador para el crisol Gooch.
- 4.3 Bomba para vacío.
- 4.4 Estufa.
- 4.5 Material común de laboratorio.

### **5 REACTIVOS Y MATERIALES**

- 5.1 Eter de petróleo. Grado analítico.
- 5.2 Keroseno—destilado de petróleo refinado con un punto de flama no menor de  $23^{\circ}\text{C}$  ( $75^{\circ}\text{F}$ ) (ver inciso 10.5). El keroseno deberá de filtrarse a través de un crisol Gooch, preparado como en 4.1, antes de usarlo.

### **6 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA**

- 6.1 La muestra o muestras deberán de mezclarse vigorosamente. De ser necesario, suavícelas con un ligero calentamiento (no funda) y mézclelas vigorosamente con un mezclador eficiente.

## 7 PROCEDIMIENTO

- 7.1 Use como muestra el producto del residuo de la determinación de humedad y materia volátil, de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-F-211-SCFI (ver 2 Referencias), o prepare la muestra siguiendo el procedimiento descrito en dicha norma.
- 7.2 Agregue 50 ml de keroseno al residuo y caliente en baño maría para disolver la grasa.
- 7.3 Filtre a través del Crisol Gooch preparado con la ayuda de vacío. Lave con 5 porciones de 10 ml de keroseno caliente, permitiendo que cada porción drene completamente antes de agregar la siguiente.
- 7.4 Lave perfectamente con éter de petróleo para remover todo el keroseno. Seque el crisol y su contenido a peso constante a  $101^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ , enfríe a temperatura ambiente en un desecador y pese.

## 8 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

$$\text{Impurezas insolubles en \%} = \frac{M1 - M2}{M3} \times 100$$

donde:

M1 = Masa del crisol con el residuo

M2 = Masa del crisol

M3 = Masa de la muestra original antes de la determinación de humedad y materia volátil.

**NOTA DE PRECAUCION:** El éter de petróleo y el keroseno son solventes peligrosos e inflamables. Se deberá usar una campana siempre cuando se trabaje con estos solventes.

**Normatividad para la el análisis de materia insaponificable.**

**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES  
– DETERMINACIÓN DE MATERIA INSAPONIFICABLE –  
MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-K-306-1972)**

**FOODS – VEGETABLE AND ANIMAL FATS AND OILS –  
DETERMINATION OF UNSAPONIFIABLE MATTER – TEST  
METHOD**

**1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta Norma Mexicana establece el procedimiento para determinar materia insaponificable en los aceites y grasas vegetales o animales normales.

Esta Norma Mexicana no es aplicable a grasas y aceites que contengan una cantidad excesiva de materia insaponificable tal como los aceites marinos. Este método no aplica a grasas del tipo y grado para usarse en alimentos para animales.

**2 DEFINICIÓN**

La materia insaponificable incluye aquellas sustancias que se encuentran frecuentemente disueltas en grasas y aceites y las cuales no pueden ser saponificadas por el tratamiento cáustico normal, pero que son solubles en solventes de aceites y grasas. Incluidas en este grupo de compuestos están los alcoholes alifáticos de cadena larga, esteroides, pigmentos e hidrocarburos.

### **3 APARATOS**

- 3.1 Cilindro de extracción graduado, con tapón de vidrio esmerilado, capacidad aproximada de 200 mL (ver nota 1);
- 3.2 Matraces Erlenmeyer o matraces de Soxhlet 100 mL a 200 mL de capacidad;
- 3.3 Embudos de separación de 500 mL;
- 3.4 Sifón de vidrio (ver inciso 5.3 y notas, I), y
- 3.5 Material común de laboratorio.

### **4 REACTIVOS**

- 4.1 Alcohol etílico al 95% grado reactivo (ver inciso 7.1.1).
- 4.2 Solución acuosa de hidróxido de potasio (KOH) al 50% por peso, preparado por la disolución de 60 g de KOH grado reactivo en 40 mL de agua destilada con enfriamiento (ver inciso 7.1.2);
- 4.3 Éter de petróleo grado reactivo (ver inciso 7.1.3);
- 4.4 Solución de hidróxido de sodio (NaOH), 0,02 N—cuidadosamente estandarizada, y
- 4.5 Solución indicadora de fenolftaleína –1,0% en alcohol etílico al 95%.

### **5 PROCEDIMIENTO**

- 5.1 Cuidadosamente pese aproximadamente  $5 \text{ g} \pm 0.1 \text{ mg}$  de muestra bien mezclada dentro de un matraz Erlenmeyer o Soxhlet. Adicione 30 mL de alcohol etílico al 95 % y 5 mL de la solución de KOH al 50 %. Hierva suavemente, pero continuamente, bajo reflujo por 1 h o hasta que la muestra esté totalmente saponificada. Una completa saponificación es esencial.
- 5.2 Transfiera al cilindro de extracción (ver 7.2.1) y lave hasta la marca de 40 mL con alcohol etílico al 95%. Complete la transferencia con agua destilada tibia y fría hasta que el volumen total sea de 80 mL. Lave el matraz con un pequeño volumen (5 mL) de éter de petróleo y añádalos al cilindro. Enfríe el contenido del cilindro a temperatura ambiente (20°C-25°C) y entonces agregue 50 mL de éter de petróleo.

- 5.3 Tape el cilindro con el tapón esmerilado, agite vigorosamente por lo menos 1 min y permita que se asiente hasta que las dos capas formadas estén claras. Use un sifón de vidrio para remover la capa superior tan completamente como sea posible sin incluir nada de la capa inferior (ver inciso 7.2.1)
- 5.4 Las fracciones de éter de petróleo se combinan en un embudo de separación de 500 mL.
- 5.5 Repita la extracción por lo menos 6 veces, usando porciones de 50 mL de éter de petróleo cada vez y agitando vigorosamente en cada extracción (ver inciso 7.2.2).
- 5.6 Lave los extractos combinados en el embudo de separación tres veces, usando porciones de 25 mL de alcohol etílico al 10% en agua destilada, agitando vigorosamente y sacando la capa de alcohol acuoso después de cada extracción. Evite remover parte de la capa de éter de petróleo. Continúe el lavado con la solución al 10% de alcohol etílico hasta que la solución de lavado ya no dé un color rosa después de la adición de una gota de solución de fenolftaleína (reactivo 4.5) (ver inciso 7.2.3).
- 5.7 Transfiera el extracto de éter de petróleo a un vaso de precipitado tarado y evapore a sequedad en un baño de agua, usando una corriente de nitrógeno limpio y seco. Después de que todo el solvente se ha evaporado, complete el secado a peso constante en una estufa al vacío a 75°C-80°C y una presión interna de no más de 200 mm de mercurio. Enfríe en un desecador y pese. El resultado de la diferencia entre el peso inicial y el final es el peso del residuo y se le llamará "A".
- 5.8 Después del pesado, agregue el residuo a 50 mL de alcohol al 95% tibio (50°C) en un matraz o vaso de precipitado y que contenga indicador de fenolftaleína y previamente neutralizado al punto final del indicador de fenolftaleína. Titule con NaOH 0,02 N al mismo color final. Corrija el peso del residuo (ver inciso 7.2.3) por su contenido de ácidos grasos libres, usando la siguiente relación:

1 mL de NaOH 0,02 N es equivalente a 0,005 6 g de ácido oleico.

Los gramos de ácidos grasos determinados por esta titulación se les llamará "B" para determinar el % de materia insaponificable (ver inciso 7.2.3). Una corrección corriendo un blanco de testigo deberá ser también determinada.



- 5.9 La corrección para el blanco de testigo se hace corriendo el procedimiento de materia insaponificable sin ninguna cantidad de aceite o grasa. El blanco determinado por este procedimiento se le llamará "C" en la expresión de resultados (ver 6 Expresión de resultados).

## 6 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

$$\%Materia\ insaponificable = \frac{A - (B + C)}{Masa\ muestra\ g} \times 100$$

Donde:

- A es la masa de residuo, g;
- B es la masa de ácidos grasos, g, y
- C es la masa del blanco, g,

Normatividad para la determinación de materia insaponificable.



**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES  
– DETERMINACIÓN DE MATERIA INSAPONIFICABLE –  
MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-K-306-1972)**

**FOODS – VEGETABLE AND ANIMAL FATS AND OILS –  
DETERMINATION OF UNSAPONIFIABLE MATTER – TEST  
METHOD**

**1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta Norma Mexicana establece el procedimiento para determinar materia insaponificable en los aceites y grasas vegetales o animales normales.

Esta Norma Mexicana no es aplicable a grasas y aceites que contengan una cantidad excesiva de materia insaponificable tal como los aceites marinos. Este método no aplica a grasas del tipo y grado para usarse en alimentos para animales.

**2 DEFINICIÓN**

La materia insaponificable incluye aquellas sustancias que se encuentran frecuentemente disueltas en grasas y aceites y las cuales no pueden ser saponificadas por el tratamiento cáustico normal, pero que son solubles en solventes de aceites y grasas. Incluidas en este grupo de compuestos están los alcoholes alifáticos de cadena larga, esteroides, pigmentos e hidrocarburos.

### 3 APARATOS

- 3.1 Cilindro de extracción graduado, con tapón de vidrio esmerilado, capacidad aproximada de 200 mL (ver nota 1);
- 3.2 Matraces Erlenmeyer o matraces de Soxhlet 100 mL a 200 mL de capacidad;
- 3.3 Embudos de separación de 500 mL;
- 3.4 Sifón de vidrio (ver inciso 5.3 y notas, I), y
- 3.5 Material común de laboratorio.

### 4 REACTIVOS

- 4.1 Alcohol etílico al 95% grado reactivo (ver inciso 7.1.1).
- 4.2 Solución acuosa de hidróxido de potasio (KOH) al 50% por peso, preparado por la disolución de 60 g de KOH grado reactivo en 40 mL de agua destilada con enfriamiento (ver inciso 7.1.2);
- 4.3 Éter de petróleo grado reactivo (ver inciso 7.1.3);
- 4.4 Solución de hidróxido de sodio (NaOH), 0,02 N—cuidadosamente estandarizada, y
- 4.5 Solución indicadora de fenolftaleína –1,0% en alcohol etílico al 95%.

### 5 PROCEDIMIENTO

- 5.1 Cuidadosamente pese aproximadamente  $5 \text{ g} \pm 0.1 \text{ mg}$  de muestra bien mezclada dentro de un matraz Erlenmeyer o Soxhlet. Adicione 30 mL de alcohol etílico al 95 % y 5 mL de la solución de KOH al 50 %. Hierva suavemente, pero continuamente, bajo reflujo por 1 h o hasta que la muestra esté totalmente saponificada. Una completa saponificación es esencial.
- 5.2 Transfiera al cilindro de extracción (ver 7.2.1) y lave hasta la marca de 40 mL con alcohol etílico al 95%. Complete la transferencia con agua destilada tibia y fría hasta que el volumen total sea de 80 mL. Lave el matraz con un pequeño volumen (5 mL) de éter de petróleo y añádalos al cilindro. Enfríe el contenido del cilindro a temperatura ambiente (20°C-25°C) y entonces agregue 50 mL de éter de petróleo.

- 5.3 Tape el cilindro con el tapón esmerilado, agite vigorosamente por lo menos 1 min y permita que se asiente hasta que las dos capas formadas estén claras. Use un sifón de vidrio para remover la capa superior tan completamente como sea posible sin incluir nada de la capa inferior (ver inciso 7.2.1)
- 5.4 Las fracciones de éter de petróleo se combinan en un embudo de separación de 500 mL.
- 5.5 Repita la extracción por lo menos 6 veces, usando porciones de 50 mL de éter de petróleo cada vez y agitando vigorosamente en cada extracción (ver inciso 7.2.2).
- 5.6 Lave los extractos combinados en el embudo de separación tres veces, usando porciones de 25 mL de alcohol etílico al 10% en agua destilada, agitando vigorosamente y sacando la capa de alcohol acuoso después de cada extracción. Evite remover parte de la capa de éter de petróleo. Continúe el lavado con la solución al 10% de alcohol etílico hasta que la solución de lavado ya no dé un color rosa después de la adición de una gota de solución de fenolftaleína (reactivo 4.5) (ver inciso 7.2.3).
- 5.7 Transfiera el extracto de éter de petróleo a un vaso de precipitado tarado y evapore a sequedad en un baño de agua, usando una corriente de nitrógeno limpio y seco. Después de que todo el solvente se ha evaporado, complete el secado a peso constante en una estufa al vacío a 75°C-80°C y una presión interna de no más de 200 mm de mercurio. Enfríe en un desecador y pese. El resultado de la diferencia entre el peso inicial y el final es el peso del residuo y se le llamará "A".
- 5.8 Después del pesado, agregue el residuo a 50 mL de alcohol al 95% tibio (50°C) en un matraz o vaso de precipitado y que contenga indicador de fenolftaleína y previamente neutralizado al punto final del indicador de fenolftaleína. Titule con NaOH 0,02 N al mismo color final. Corrija el peso del residuo (ver inciso 7.2.3) por su contenido de ácidos grasos libres, usando la siguiente relación:

1 mL de NaOH 0,02 N es equivalente a 0,005 6 g de ácido oleico.

Los gramos de ácidos grasos determinados por esta titulación se les llamará "B" para determinar el % de materia insaponificable (ver inciso 7.2.3). Una corrección corriendo un blanco de testigo deberá ser también determinada.

- 5.9 La corrección para el blanco de testigo se hace corriendo el procedimiento de materia insaponificable sin ninguna cantidad de aceite o grasa. El blanco determinado por este procedimiento se le llamará "C" en la expresión de resultados (ver 6 Expresión de resultados).

## 6 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

$$\% \text{Materia insaponificable} = \frac{A - (B + C)}{\text{Masa muestra g}} \times 100$$

Donde:

- A es la masa de residuo, g;  
B es la masa de ácidos grasos, g, y  
C es la masa del blanco, g,

## 7 NOTAS

### 7.1 Notas de Precaución

- 7.1.1 El alcohol etílico es inflamable. Use una campana adecuada cuando caliente o evapore este solvente.

- 7.1.2 El hidróxido de potasio (KOH), al igual que todos los álcalis, puede quemar la piel, los ojos y el tracto respiratorio severamente. Use guantes de hule gruesos y careta de protección para protegerse de los álcalis líquidos concentrados. Use un extractor de humos efectivo o mascarera para gases para protegerse el tracto respiratorio contra los polvos o vapores. Trabaje en una campana adecuada de ser ello posible. Cuando trabaje con materiales extremadamente cáusticos tal como el hidróxido de potasio, siempre agregue los gránulos al agua y no al contrario. Los álcalis son extremadamente exotérmicos cuando se mezclan con agua. Tome precauciones para contener la solución cáustica en el caso que el recipiente que la contenga se rompa por el calor extremo generado. Se recomienda usar la solución alcohólica de KOH recientemente preparada.

El éter de petróleo es extremadamente inflamable. Evite la electricidad estática. Los límites explosivos el aire son 1-6 %. Una campana adecuada deberá usarse siempre cuando se trabaje con éter de petróleo.

#### Otras notas

Alternativamente al cilindro de extracción, un embudo de separación de 500 mL puede usarse, eliminando la necesidad de usar un sifón de vidrio. Si se usa el embudo de separación, saque la fase acuosa de abajo en otro embudo de separación, reteniendo el extracto de éter de petróleo en el primer embudo. Repita la extracción de la fase acuosa con éter de petróleo como se explica en los puntos 5.2 y 5.3, combinando todos los extractos de éter de petróleo en el primer embudo de separación.

Hay algunos casos en los cuales siete extracciones pueden no ser suficientes. Esto se puede juzgar, haciendo otra extracción y separadamente evaporando este extracto como se indica en Procedimiento 5.7. No deberá haber materia insaponificable en este extracto. Si la hubiera, disuelva en un pequeño volumen de éter de petróleo y vuélvalo a agregar a los extractos combinados. Continúe con la extracción hasta que no haya nada de materia insaponificable en el extracto.

La corrección por titulación para los ácidos grasos libres y otras impurezas insaponificables extractables (reportadas como ácido oleico) tenderán a aumentar conforme el aceite o grasa sea más crudo. Por ejemplo, las grasas de alta energía usadas para alimento animal, otras grasas para alimentos animales, el "tall oil" y otras grasas de residuos de las refinerías, se espera que den una titulación más alta que las de los aceites puros refinados, blanqueados y deodorizados (RBD).

#### BIBLIOGRAFÍA

NOM-008-SCFI-2002      Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.

- |     |                       |  |
|-----|-----------------------|--|
| 8.2 | NMX-K-306-1972        | Método de prueba para la determinación de materia insaponificable en aceites y grasas vegetales o animales. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 16 de diciembre de 1972. |
| 8.3 | NMX-Z-013/1-1977      | Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.                                |
| 8.4 | Firestone, D. Editor; | "Official and Tentative Methods of the American Oil Chemist's Society"; Method (AOCS) Cc 6a – 40; AOCS Press, 1998   |

## 9 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México D.F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO**  
DIRECTOR GENERAL

## **BIBLIOGRAFÍA**

M. Ortega Nieblas \* y L. Vázquez Moreno (1993) **Centro de Investigaciones Científicas y Tecnológicas de la Universidad de Sonora.**

Laboratorio Profeco Informa, (2010, octubre) La sartén por el mango (pag 36-48)

<http://www.colpos.mx/bancodenormas/nmexicanas/NMX-FF-027-1995.PDF>

<http://www.patrona.com.mx/nosotros.html>

<http://foss.com.mx/industry-solution/products/nirs-ds2500-feed-analyzer/>

<http://aniame.com/mx/wp-content/uploads/Normatividad/CTNNIAGS/NMX-F-101-SCFI-2012.pdf>