



NORMA MEXICANA

NMX-F-012-SCFI-2010

**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O
ANIMALES – DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE
ESTABILIDAD OSI – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A
LA NMX-F-012-SCFI-2005).**

**EDIBLE HUMAN FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND
OILS – DETERMINATION OF OSI OIL STABILITY INDEX –
TEST METHOD**



NMX-F-012-SCFI-2010

PREFACIO

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

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



ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	DEFINICIÓN	2
3	FUNDAMENTO	2
4	EQUIPO Y MATERIALES	3
5	REACTIVOS	6
6	MUESTREO	6
7	CALIBRACIÓN DE LA TEMPERATURA	7
8	PROCEDIMIENTO	7
9	LIMPIEZA DE LOS TUBOS DE REACCIÓN DE LAS MUESTRAS	9
10	NOTAS	10
11	VIGENCIA	11
12	BIBLIOGRAFÍA	12
13	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	12



NORMA MEXICANA

NMX-F-012-SCFI-2010

ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES – DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE ESTABILIDAD OSI – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-F-012-SCFI-2005).

EDIBLE HUMAN FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS – DETERMINATION OF OSI OIL STABILITY INDEX – TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

Todos los aceites y grasas tienen una resistencia a la oxidación la cual depende del grado de saturación, antioxidantes naturales o añadidos, pro-oxidantes o abuso anterior. La oxidación es lenta hasta que se vence la resistencia, momento en el cual se acelera la oxidación y se lleva a cabo rápidamente. La duración del periodo antes de que se dé esta oxidación acelerada es la medida de la resistencia a la oxidación y se conoce comúnmente como "periodo de inducción".

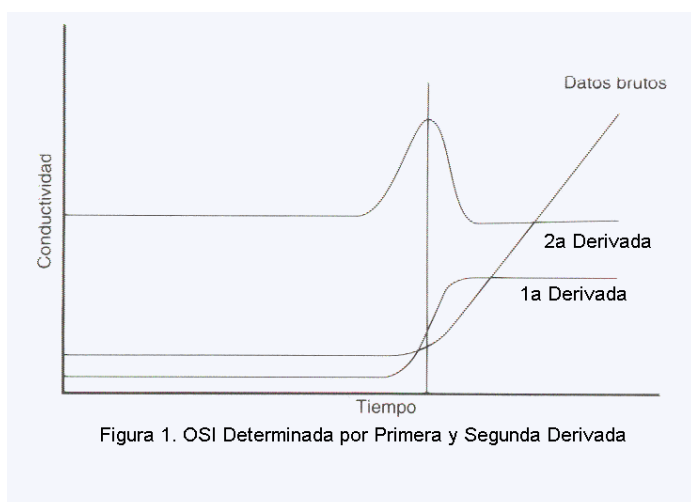
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el procedimiento para determinar el índice de estabilidad y es aplicable en general a todas las grasas y aceites. Pero puede usarse para analizar aceites crudos u otro tipo de aceites que tienen la tendencia a formar espuma, si a estos se le añade una gota de antiespumante de silicón antes de su análisis. Este análisis es un reemplazo del método de oxígeno activo (AOM) para estabilidad de grasas.

2 DEFINICIONES

2.1 Índice de estabilidad de aceites (OSI):

Es el punto de cambio máximo de la tasa de oxidación, o, matemáticamente como el máximo de la segunda derivada de la conductividad con respecto al tiempo (véase figura 1).

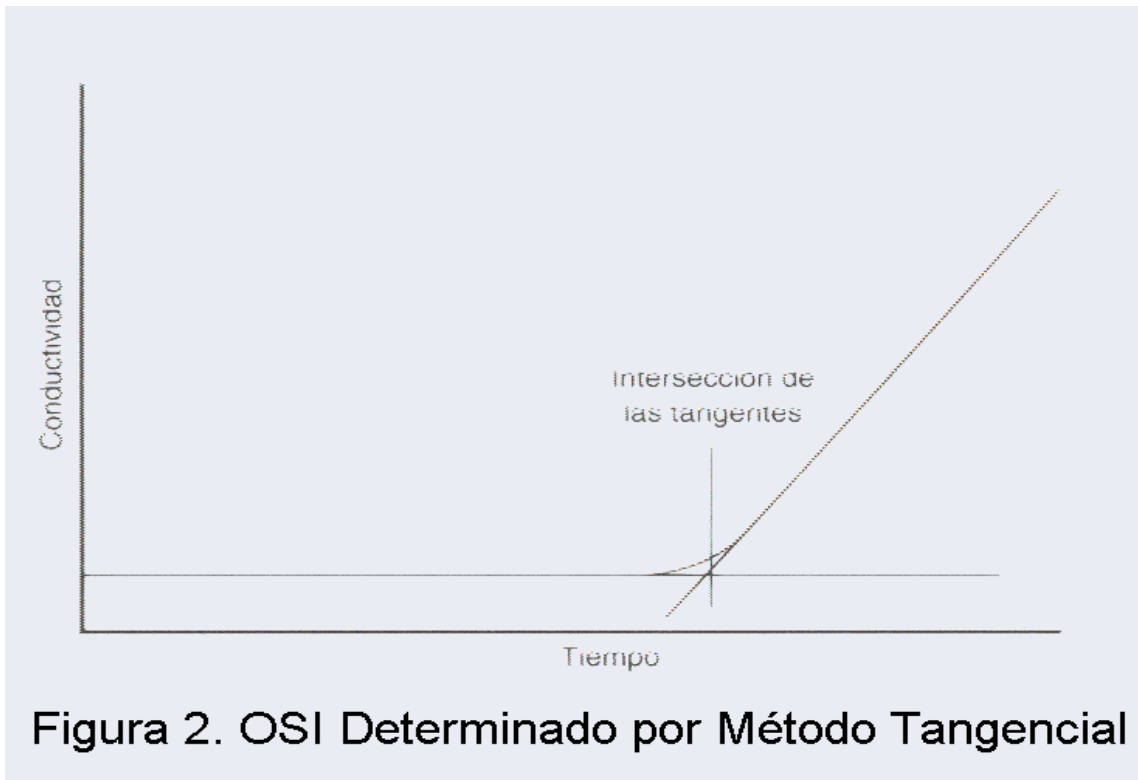


3 FUNDAMENTO

En este método para determinar el período de inducción se hace pasar una corriente de aire purificado a través de una muestra de aceite o grasa que tiene un baño con termostato. El aire saliente de la muestra de aceite o grasa se hace pasar por un recipiente que contiene agua desionizada. Se monitorea continuamente la conductividad del agua conforme se lleva a cabo la oxidación.

El ácido orgánico que se forma predominantemente es el ácido fórmico. La conductividad del agua se monitorea por medio de una computadora o de un polígrafo. Este punto terminal basado en el tiempo puede determinarse por computadora al calcularse el máximo de la segunda derivada con respecto al tiempo, o por un algoritmo de cambio de la pendiente, lo cual es similar a detectar el comienzo de los picos para la integración de los cromatogramas GLC.

El punto terminal puede calcularse aproximadamente por medio de otros métodos. Una aproximación comúnmente usada es el método gráfico en el cual las tangentes se trazan manualmente (véase figura 2). El OSI puede hacerse a temperaturas de 100 °C, 110 °C, 120 °C, 130 °C y 140 °C. Debido a que por su naturaleza este análisis tiene flexibilidad en temperatura, todos los resultados de OSI deberán especificar el tiempo de OSI e inmediatamente después deberá reportarse la temperatura de análisis (por ejemplo: "OSI 11.7 horas a 110 °C").



4 EQUIPO Y MATERIALES

- 4.1 El equipo necesario para este análisis consta de dos instrumentos Instrumento de estabilidad oxidativa y Rancimat que se pueden conseguir comercialmente.

- 4.2** Baño de temperatura constante para mantener todas las muestras a la \pm temperatura deseada con una variación de $\pm 0,1$ °C.
- 4.3** Distribución múltiple de aire construido ya sea de acero inoxidable, plástico, aluminio o vidrio. El flujo de aire entre los canales de la muestra deberá calibrarse para que haya el mismo flujo de aire con una variación máxima del 10 %. Esto puede lograrse usando ya sea, tubos capilares pareados o válvulas de aguja y medidores de flujo.
- 4.4** Una fuente de aire comprimido, limpio, sin aceite y de baja presión (véase 10 Notas) 10 libras por pulgada cuadrada (PSI) es suficiente para proveer de aire a 24 tubos de muestra. El aire puede purificarse con el sistema que se describe a continuación:
- 4.4.1** Un tubo de entrada de aire de una fuente de aire comprimido equipada con una válvula de aguja de acero inoxidable o regulador de presión.
- 4.4.2** Un secador de gas y un eliminador de trazas de hidrocarburo o su equivalente.
- 4.4.3** Puede emplearse aire embotellado, siempre y cuando tenga niveles bajos e CO_2 (<2 ppm CO_2).
- 4.5** Un termómetro Calibrado con exactitud de ± 0.1 °C. Para operaciones de OSI, se requiere un termómetro con trazabilidad a patrones nacionales. Se recomienda termómetros con un rango de temperatura de 95 °C – 150 °C con intervalos de lectura de 0,1°C, 76 mm inmersión. Para una calibración del analizador Rancimat, se requiere un termómetro digital calibrado con resistencia de platino (Detector de la Temperatura de la Resistencia "RTD") con puntos de calibración en 100 °C, 110 °C, 130 °C y 140 °C. Se requiere una sonda de prueba de 3 alambres, hecha a la medida de 2 mm x 7 mm para calibración de la temperatura de las muestras cuando está fluyendo el aire por la muestra.



- NOTA 1:** Todos los instrumentos de medición que se indiquen **calibrados** deben contar con la calibración de un laboratorio de calibración acreditado, o en su defecto, del Centro Nacional de Metrología. En el caso de que lo anterior no sea posible, se permite que los instrumentos de medición tengan trazabilidad a patrones de otros países, siempre y cuando se cuente con la autorización correspondiente, de conformidad con lo dispuesto por la Ley Federal sobre Metrología y Normalización (Vrg. NIST "National Institute of Standards and Technology").
- 4.6** Medidor del flujo de gas.- ya sea de tipo rotámetro o de burbuja de jabón. El flujo de aire debe ser medido en cada tubo bajo las condiciones de prueba y deberá ser ajustado a $2,5 \text{ ml/s} \pm 0,1 \text{ ml/s}$.
- 4.7** Tubos para reacción de las muestras.- de vidrio de sodash de 25 mm x 200 mm. Cada tubo requiere de un tapón con dos horadaciones y un tubo de aereación. Un ensamble completamente de vidrio, es satisfactorio.
- 4.8** Sonda y tubo para medir la conductividad.- El tubo debe tener una capacidad de 50 ml de tal manera que una profundidad de 5 cm o más cubra la punta del tubo de aereación para proveer tiempo de contacto con el agua. Esto es necesario para que los ácidos orgánicos volátiles se disuelvan. La sonda de conductividad deberá tener una escala completa de sensibilidad de $300 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ - $500 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$.
- 4.9** Instrumentación para detectar la conductividad y los medios para registrar y evaluar el punto terminal. Puede usarse una computadora o un polígrafo de canales múltiples para monitorear la conductividad de cada sonda del instrumento.
- 4.10** Baño para limpieza de los tubos, que consta de un lavabo de acero inoxidable, calentando ya sea por espirales de vapor (**no usar tubería de cobre**) o gas, y de área suficiente para poder acostar el número requerido de tubos de aereación y tubos de ensaye en el fondo.
- 4.11** Cepillo para lavar los tubos de ensaye con punta de abanico y de nylon.



4.12 Tenazas de acero inoxidable o con chapa de níquel adecuados como para el manejo de los tubos en una solución caliente de detergente.

4.13 Campana de extracción.

5 REACTIVOS

5.1 Agua desionizada o destilada (conductividad $<5 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$).

5.2 1,1,1- tricloroetano, de grado purificado (véase 10.1).

5.3 Acetona Grado ACS (véase 10.2).

5.4 Detergente para limpiar el material de vidrio sin dejar residuos contaminantes.

5.5 Antiespumante de silicón. Se añade una gota a los aceites que tienen tendencia a formar espuma.

6 MUESTREO

Puesto que este procedimiento es una medida de la estabilidad del aceite, debe evitarse cualquier cosa que vaya a afectar de manera negativa la estabilidad de la muestra. Las muestras deben conservarse en un lugar fresco y oscuro. Si las grasas están empaquetadas, la muestra debe estar en un paquete sin abrir, si es posible. Si no es posible, las muestras deben ser tomadas de los grandes recipientes o del equipo de procesamiento con dispositivos de muestreo limpios, ya sea de acero inoxidable, aluminio, níquel o vidrio. Las muestras de grasas sólidas deben tomarse, cuando menos, a 2,5 cm de las paredes de los recipientes pequeños. Si el aceite líquido se vacía del recipiente, la boca del recipiente debe limpiarse minuciosamente antes utilizando una tela limpia humedecida con acetona. Después de sacar las muestras de los paquetes o de tomarlas del equipo de procesamiento, deben ser transportadas y almacenadas en recipientes limpios de vidrio o de plástico. Deben proteger las muestras del contacto con el calor, luz y aire lo más posible. Las muestras deben almacenarse con poco o ningún espacio libre al colocar la tapa del recipiente; si es inevitable que haya espacio, se debe purgar este espacio con nitrógeno.



7 CALIBRACIÓN DE LA TEMPERATURA

Debido a que las variaciones en la temperatura son potencialmente la fuente más seria de error, la calibración de la temperatura del instrumento es un paso crítico, el cual debe seguir las indicaciones que se mencionan a continuación:

- 7.1 La muestra de aceite debe ser añadida al tubo de reacción al nivel equivalente a 5 gramos para la OSI e instrumentos Rancimat sin un inserto, y 2,5 gramos para instrumentos Rancimat equipados con insertos desechables. El flujo de aire se ajusta como se indica (véase 4 Equipo y Materiales) en el aceite de tal manera que no toque las paredes del tubo de reacción.
- 7.2 Permitir que la temperatura se calibre durante 15 minutos antes de leer el termómetro. Al tomar la lectura de la temperatura, no debe moverse hacia arriba ni hacia abajo el termómetro.
- 7.3 Ajustar el control de la temperatura tope para compensar por cualquier cosa la diferencia. La temperatura tope debe estar a lo sumo con una variación de $\pm 0,1$ °C de la temperatura deseada (p.e., para 110 °C en el rango de 109,9 °C a 110,1 °C; para 130 °C en el rango del 129,9 °C a 130,1 °C).
- 7.4 Después de que se hayan hecho los ajustes, esperar a que el controlador esté mostrando la nueva temperatura y luego permitir que el aceite se equilibre durante 15 min. Registrar la temperatura y repetir los pasos 7.2 y 7.4 de calibración hasta que alcance la temperatura deseada.
- 7.5 Revisar periódicamente la temperatura para asegurar la precisión.

8 PROCEDIMIENTO

- 8.1 Llenar los tubos de conductividad con 50 ml de agua desionizada y añadir las sondas. Verificar que la conductividad del agua en el tubo sea de 25 $\mu\text{S-cm}^{-1}$ o menos y que la conductividad sea constante.

- 8.2** A menos que ya esté completamente en estado líquido, la muestra debe ser derretida con una temperatura de no más de 10 °C por arriba de su punto de fusión. El tamaño de la muestra es de $5,0 \pm 0,2$ g para OSI e instrumentos Rancimat sin inserto, ó $2,5 \pm 0,2$ g para instrumentos Rancimat equipados con insertos desechables. Colocar cuidadosamente la muestra directamente en el fondo del tubo de reacción. Se ha visto que se obtiene mejor precisión si la muestra no se coloca en la pared del tubo. Como se indico en el procedimiento de muestreo, evitar la contaminación durante la transferencia.
- 8.3** En los estudios todas las determinaciones se hicieron a 110 °C y 130 °C. Se debe seleccionar la temperatura de tal manera que no se permita que el tiempo OSI sea menor a 4 horas ni mayor de 15 horas. Un tiempo menor a 4 horas resultará en una variación más amplia en la determinación del punto terminal. La temperatura de la muestra debe revisarse periódicamente para asegurar que los controles de temperatura no se hayan desviado.
- 8.4** Conectar el tubo múltiple de aire al tubo de medición de conductividad y ajustar los tubos de aereación a 5 mm, máximo, del fondo de los tubos de reacción y de conductividad. Medir el flujo de aire, ajustándolo a $2,5 \pm 0,2$ ml/s (véase 10 Notas). Se recomienda el uso de una campana de extracción para la eliminación de sustancias volátiles nocivas que resultan de las reacciones de oxidación.
- 8.5** Se debe usar una computadora o polígrafo de múltiples canales para monitorear la conductividad de cada sonda del instrumento. Analizar el trazo obtenido de la conductividad del agua vs tiempo, y se determina el punto de inflexión OSI, ya sea con un algoritmo de pendiente/cambio calculado con un microprocesador o el máximo de la segunda derivada, por el método tangencial (véase figura 2).



9 LIMPIEZA DE LOS TUBOS DE REACCIÓN DE LAS MUESTRAS

Los procedimientos a continuación son para instrumentos que no utilizan material de vidrio desechable, o para la limpieza de precaución de material de vidrio desechable.

9.1 Limpieza inicial

La limpieza inicial debe hacerse inmediatamente después de la determinación que precedió. Derretir y escurrir la mayor cantidad posible de grasa del tubo de la muestra. Eliminar por medio del lavado la grasa que queda, utilizando un solvente adecuado. El 1,1,1-tricloroetano es un solvente de grasas y aceites satisfactorio.

9.2 La limpieza de los tubos

Preparar una solución al 1% de detergente (véase 5 Reactivos) y calentar casi al punto de ebullición dentro del baño de limpieza. Enjuagar cada tubo con la solución caliente de detergente, cepillando brevemente con el cepillo de nylon (véase 4 Equipo y Materiales). Luego, colocar los tubos en una solución caliente de detergente que esté en el baño caliente de limpieza (véase 4 Equipo y Materiales) de tal manera que no queden atrapadas burbujas de aire dentro de los tubos. Hervir enérgicamente durante 30 min. Cepillar cada tubo vigorosamente con un cepillo de nylon y enjuagar con una solución caliente de detergente. Enjuagar muy bien con agua de la llave, seguido por un enjuague con agua desionizada y colocar boca arriba en un porta tubos. Llenar con agua desionizada y dejar remojando durante, cuando menos una hora. Al final del período de remojo, enjuague los tubos una vez más con agua desionizada fresca, escurrir sobre papel filtro limpio y secar. Almacenar en un lugar libre de polvo.

9.3 La limpieza de los tubos, procedimiento alterno

Agregar hidróxido de potasio (KOH) en exceso a una solución de alcohol isopropílico/agua (90:10, v/v) y mezclar hasta que haya ocurrido la saturación. Llenar a la mitad los tubos con esta solución y calentar en un baño de agua hasta ebullición durante varias horas, moviendo ocasionalmente. Por último, enjuagar con agua desionizada. Si quedan trazas de aceite, debe repetirse la saponificación. Cuando se haya limpiado los tubos de esta manera, deberán ser sumergidos en una solución de detergente al 1 % a >80 °C durante 1 hora. Por último, enjuagar todo el material de vidrio con agua desionizada y secar.



9.4 Limpieza de los tubos de conductividad y sondas

Para limpiar los tubos de conductividad y las sondas primero enjuagar con etanol desnaturalizado para quitar los productos de reacción. La solución caliente de detergente debe utilizarse entonces para remojar, o con la ayuda de un cepillo, cepillar las sondas de conductividad, que sean lo suficientemente rígidos como para aguantar este procedimiento. Enjuagar repetitivamente con agua desionizada, y remojar los tubos y sondas en agua desionizada, cuando menos 1 hora. Cuando se requiera reusar, llenar los tubos con agua desionizada y conectar la sonda al medidor de conductividad. Después de 30 minutos y si la conductividad del agua es menor de 25 uS-cm^{-1} y no está cambiando, entonces está listo el tubo de conductividad para ser reusado. Si la conductividad del agua es demasiado alta (p.e., $>25 \text{ uS-cm}^{-1}$), la sonda deberá ser limpiada de nuevo.

10 NOTAS

- 10.1** El tricloroetano es un irritante para los ojos y la piel. El Valor Umbral Límite (TLV) es 350 ppm en el aire.
- 10.2** La acetona es altamente inflamable y forma peróxidos explosivos con agentes oxidantes. Utilizar dispositivo para eliminar las emanaciones. No mezclar con cloroformo. Los límites explosivos en el aire son 2.6 % - 12.8 %. El TLV es 750 ppm. En concentraciones altas es un narcótico y es moderadamente tóxico por ingestión e inhalación.
- 10.3** El análisis OSI puede ser usado para analizar muchos tipos de aceites y grasas; Las grasas extremadamente estables pueden ser analizadas acelerando la reacción elevando la temperatura a la cual se oxida el aceite (p.e., a $140 \text{ }^\circ\text{C}$). El análisis de estos aceites y grasas altamente estables puede llevarse a cabo si la pérdida de la conductividad del agua en la celda se mantiene a un mínimo por enfriamiento, o si se mantiene a un volumen constante añadiendo periódicamente agua para compensar por alguna pérdida. Se ha encontrado que la estabilidad de los ácidos grasos libres es demasiado baja como para permitir su análisis a $110 \text{ }^\circ\text{C}$, pero sí se puede hacer el análisis a temperatura más baja. Se han



analizado exitosamente los aceites de pescado y de linaza a 80°C, pero en general, presenta una curva de oxidación larga y con pendiente en vez de una curva bien definida de rápida ascensión. Las margarinas y las mayonesas pueden ser analizadas después de separar y secar el aceite con sulfato de magnesio anhidro ($MgSO_4$).

- 10.4** La presencia o ausencia de humedad en el aire puede tener un efecto en la estabilidad de oxidación de ciertos oxidantes. Por lo que es aconsejable colocar una torre de secado que contenga un agente secante adecuado en el tren de aire al analizar grasas que contengan antioxidantes susceptibles a la humedad.
- 10.5** Si el aceite recubre la pared del tubo de reacción disminuye la precisión. Si el flujo de aire requerido causa que la muestra salpique las paredes del tubo de reacción, puede ser de utilidad el reducir el tamaño del orificio por donde sale aire.
- 10.6** Una contaminación del material de vidrio con trazas de metal causará una oxidación acelerada. Debido a la dificultad en eliminar las trazas finales de cromo de la superficie del vidrio, no deben usarse soluciones para limpieza que contengan cromato. Sólo detergentes sin surfactantes activos en la superficie deberán emplearse para limpieza. Aún después de un enjuague muy riguroso con agua desionizada quedan adheridos a la superficie del vidrio agentes activos en la superficie. El agua que se utilice para enjuagar debe revisarse puesto a que puede ser una fuente potencial de contaminación de trazas de metal.
- 10.7** Un control inapropiado de temperatura es la fuente más probable de error. Debe calibrarse la temperatura revisando la temperatura real de la muestra en el baño. La temperatura debe mantenerse con una variación máxima de $\pm 0,1$ °C. La temperatura del agua en la trampa del efluente no deberá exceder 25 °C, lo cual minimizará la pérdida de ácido fórmico.

11 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**.



12

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.
- 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.
- Firestone, D.; Editor; "Official Methods and Recommended Practices of the AOCS Fifth Edition; American Oil Chemists' Society 1998. Método Oficial AOCS Cd 12b-92 (Reaprobado 1997).

13

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

El Director General, **CHRISTIAN TURÉGANO ROLDÁN**.- Rúbrica.