



NORMA MEXICANA

NMX-F-017-SCFI-2011

**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS - DETERMINACIÓN
DE LA COMPOSICIÓN DE ACIDOS GRASOS POR
CROMATOGRAFÍA DE GASES EN COLUMNA EMPACADA –
MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-F-017-SCFI-2005).**

**FOODS – FATS AND OILS FATTY ACID COMPOSITION BY
PACKED COLUMN GAS CHROMATOGRAPHY-TEST METHOD**



PREFACIO

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

- AARHUS KARLSHAM MEXICO, S.A. DE C.V.
- ASOCIACION NACIONAL DE INDUSTRIALES DE ACEITES Y MANTECAS COMESTIBLES, A.C.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES, A.C.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES, GRASAS, JABONES Y DETERGENTES, A.C.
- CAMARA DE ACEITES Y PROTEINAS DE OCCIDENTE, A.C.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES Y SIMILARES
- CORAL INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- DANISCO MEXICANA, S.A. DE C.V.
- ENERGY, J.H., S.A. DE C.V.
- FABRICA DE JABON LA CORONA, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL PATRONA, S.A. DE C.V.
- LACTEOS FINOS DE CALIDAD, S.A. DE C.V.
- RAGASA INDUSTRIAS, S.A. DE C.V.
- SIGMA ALIMENTOS, S.A. DE C. V.
- TEAM FOODS MEXICO, S.A. DE C.V.



ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	FUNDAMENTO	2
3	APARATOS	2
4	REACTIVOS	4
5	PREPARACIÓN DE LOS ESTERES METILICOS	4
6	PROCEDIMIENTO PARA ANALISIS CROMATOGRAFICO	7
7	EXPRESIÓN DE RESULTADOS	11
8	PRECISIÓN	14
9	APÉNDICE NORMATIVO	14
10	VIGENCIA	15
11	BIBLIOGRAFÍA	15
12	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	16



NORMA MEXICANA

NMX-F-017-SCFI-2011

ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS - DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN DE ACIDOS GRASOS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES EN COLUMNA EMPACADA – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-F-017-SCFI-2005).

**FOODS – FATS AND OILS FATTY ACID COMPOSITION BY
PACKED COLUMN GAS CHROMATOGRAPHY-TEST METHOD**

0 INTRODUCCIÓN

Los ésteres metílicos de ácidos grasos se preparan a partir de las grasas y aceites por analizar y se separan y determinan cuantitativamente por Cromatografía de Gases usando columnas empacadas o capilares.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana tiene como objetivo el determinar la composición de ácidos grasos de un aceite o grasa para su identificación con fines de investigación y comerciales o industriales. El método es aplicable a los ésteres metílicos de ácidos grasos que tengan de 8 a 24 átomos de carbono y que provengan de aceites vegetales y grasas animales en cualquier etapa de su refinación. El método permite la separación cuantitativa de mezclas que contienen ésteres metílicos saturados o insaturados. Este método no es aplicable a ácidos grasos oxidados, polimerizados o epoxidados.



2 FUNDAMENTO

Este método se basa en los principios de la cromatografía de gases, y consiste en la introducción al puerto de inyección de un cromatógrafo de gases, de los ésteres metílicos de los ácidos grasos presentes en los aceites y grasas. Estos se vaporizan y transportan por un gas inerte a través de una columna empacada o capilar, con un líquido de reparto que presenta solubilidad selectiva con los componentes de la muestra ocasionando su separación.

Los componentes que eluyen de la columna pasan uno a uno por el detector, el cual genera una señal eléctrica proporcional, la que es transformada por el integrador en una gráfica de la señal obtenida contra tiempo llamada cromatograma.

3 APARATOS

- 3.1 Un cromatógrafo de gases, que sea comercialmente disponible y con al menos las siguientes características:
 - 3.1.1 Horno de columna – capaz de calentar la columna por lo menos hasta 220 °C y de mantener la temperatura deseada en un intervalo de ± 1 °C.
 - 3.1.2 Puerto de entrada de muestra – con un espacio libre mínimo, con calentamiento independiente a una temperatura 20 °C - 50 °C superior a la temperatura de la columna.
 - 3.1.3 Detectores – de conductividad térmica (CT) o de ionización de flama (DIF), separadamente provistos con termostatos, los cuales pueden mantener la temperatura al nivel o superior a la temperatura de la columna.
- 3.2 Registrador – Si la curva del registrador se va a usar para calcular la composición de la mezcla analizada, se requiere un registrador electrónico de alta precisión. Las características del registrador deben de ser las siguientes:

- 3.2.1** Velocidad de respuesta - debajo de 1,0 s, velocidad de respuesta es el tiempo que tarda la pluma registradora para pasar de 0 % a 90 % siguiendo la introducción momentánea de una señal al 100 %).
- 3.2.2** Papel de registro – ancho 25 cm mínimo
- 3.2.3** Velocidad de registro - 25 cm/h – 100 cm/h
- 3.3** Integrador o calculador (opcional) - se puede realizar un cálculo rápido y exacto con la ayuda de un integrador electrónico o calculador. Este debe dar una respuesta lineal con la sensibilidad adecuada y la corrección de las líneas de base deberá ser consistente con una buena práctica cromatográfica. Las correcciones horizontales, no horizontales y tangenciales deberán ser controladas por una lógica de picos electrónicos seleccionable.
- 3.4** Jeringa con capacidad máxima de 10 μ L, graduada en 0,1 μ L.
- 3.5** Columna cromatográfica.
 - 3.5.1** La columna debe de estar construida de un material inerte a las sustancias que vayan a ser analizadas vidrio, o si no se tiene, acero inoxidable (véase Apéndice normativo), con un largo de 1 m – 3 m y de 2 mm a 4 mm de diámetro interno.
 - 3.5.2** Soporte del empaque - tierra diatomácea lavada con ácido o silanizada, u otro soporte inerte adecuado con un rango estrecho (25 μ m) de tamaño de partícula entre los límites de mallas 60-120 (125 μ m - 250 μ m).
 - 3.5.3** Fase estacionaria - tipo poliéster de un líquido polar (polisuccinato de dietilen glicol, polisuccinato de butanodiol, poliadipato de etilén glicol), o cualquier líquido), que reúnan los requerimientos señalados abajo. La fase estacionaria deberá ser de 5 % a 20 % del empaque. Para la separación de materiales totalmente saturados, se puede usar una fase estacionaria no polar, tal como el metil silicón, fluido o como goma.



4 REACTIVOS

4.1 Gases

4.1.1 Gas acarreador para el detector de conductividad térmica (CT)-helio, pureza mínima 99.95 mol %; para detector de ionización de flama (DIF), helio, nitrógeno o argón, pureza mínima de 99,95 % mol.

4.1.2 DIF—hidrógeno con pureza mínima de 99,95 %; aire, seco (punto de rocío -59 °C máximo) y libre de hidrocarburos (menos de 2 µg/g de hidrocarburos equivalentes a CH₄).

4.2 Estándares de referencia. Mezcla de ésteres metílicos, o los ésteres metílicos de un aceite de composición conocida, preferentemente similar a la de la materia grasa que va a ser analizada.

5 PREPARACIÓN DE LOS ESTERES METILICOS

5.1 Aparatos

5.1.1 Matraces – 50 mL y 125 mL; matraces de fondo plano para ebullición o matraces Erlenmeyer con cuellos exteriores T24/40

5.1.2 Condensadores enfriados por agua

5.1.3 Embudos de separación de 250 mL

5.1.4 Matraz para ebullición - 200 mL, para eliminar solvente

5.1.5 Perlas de ebullición libres de grasa

5.2 Reactivos

- 5.2.1** Reactivo BF_3 en metanol, 12 % a 15 %, disponible comercialmente como solución al 14 % o al 50 % (125 g BF_3 por litro de metanol) (véase 5.4).
- 5.2.2** Hidróxido de sodio (NaOH) 0,5 N en metanol
- 5.2.3** Cloruro de sodio (NaCl) solución saturada en agua
- 5.2.4** Éter de petróleo redestilado, punto de ebullición 30 °C – 60 °C (véase 5.4)
- 5.2.5** Heptano líquido cromatográficamente limpio (véase 5.4)
- 5.2.6** Sulfato de sodio (Na_2SO_4) anhidro, grado reactivo.
- 5.2.7** Indicador de rojo de metilo 0,1 % en etanol al 60 %.
- 5.2.8** Gas nitrógeno de alta pureza.
- 5.3** Procedimiento

- 5.3.1** No es necesario un pesado muy exacto. El tamaño de la muestra se necesita saber solamente para determinar el tamaño del matraz y la cantidad de reactivos que deberán ser usados de acuerdo a la siguiente tabla:

Muestra, mg	Matraz, mL	NaOH 0,5 N, mL	Reactivo BF_3 en etanol, mL
100-250	50	4	5
250-500	50	6	7
500-750	125	8	9
750-1000	125	10	12

- 5.3.2** Introduzca la grasa en el matraz de reacción de 50 mL o 125 mL. Agregue la cantidad especificada de la solución de NaOH 0,5 N en etanol y agregue una perla de ebullición. Conecte un condensador y caliente la mezcla en un baño de vapor hasta que los glóbulos de grasa entren en solución. Este paso debe de tomar de 5 min a 10 min.

- 5.3.3** Agregue la cantidad especificada del reactivo BF_3 en metanol a través del condensador y mantenga en ebullición durante 2 min (véase 5.5.1). Agregue 2 mL - 5 mL de heptano a través del condensador y mantenga a ebullición por un minuto más. Remueva del baño de vapor, desconecte el condensador y agregue aproximadamente 15 mL de solución saturada de cloruro de sodio. Tape el matraz y agite vigorosamente por 15 s mientras la solución está aún tibia. Agregue suficiente solución saturada de cloruro de sodio para que la solución de heptano con los ésteres metílicos flote en el cuello del matraz. Transfiera aproximadamente 1 mL de la solución de heptano dentro de un tubo de ensayo y agregue una pequeña cantidad de sulfato de sodio anhidro. La solución de heptano seca se inyecta directamente al cromatógrafo de gases (véase 5.5.2).
- 5.3.4** Para recobrar los ésteres metílicos secos, transfiera las fases de sal y de heptano a un embudo de separación de 250 mL. Extraiga dos veces con porciones de 50 mL de éter de petróleo redestilado (punto de ebullición $30\text{ }^\circ\text{C}$ - $60\text{ }^\circ\text{C}$). Lave los extractos combinados con porciones de 20 ml de agua hasta que esté libre de ácidos (compruebe el agua con indicador de rojo de metilo), seque con sulfato de sodio y evapore el solvente sobre una corriente de nitrógeno en un baño de vapor (véase 5.5.3 y 5.5.4).

5.4 Notas de Precaución

El éter de petróleo, hexano y heptano son extremadamente flamables. Use una campana adecuada para su manejo y uso.

Evite la electricidad estática.

El reactivo de trifluoruro de boro en metanol tiene una vida de anaquel limitada aún cuando se refrigere y el uso de soluciones viejas o demasiado concentradas puede producir otros químicos y pérdidas de cantidades apreciables de ácidos grasos poli-insaturados. El BF_3 es venenoso, razón por la cual no es recomendable que el analista lo prepare. Se deben de tomar precauciones para la protección de ojos y el peligro de quemadas químicas corrosivas.



5.5 Otras Notas

- 5.5.1** El tiempo de reacción requerido parece incrementarse con el aumento del largo de la cadena y del grado de insaturación. Generalmente, para cadenas de ácidos grasos más largas y más insaturadas, se debe permitir que la reacción continúe hasta que no haya evidencia de glóbulos de aceite en la mezcla de reacción.
- 5.5.2** Se recomienda que todos los ésteres metílicos se laven con agua (hasta la desaparición del color del indicador de rojo de metilo) antes de ser inyectados.
- 5.5.3** Existe el peligro de perder parte de los ésteres metílicos más volátiles si la etapa de remoción de solvente se prolonga, o si se emplea una corriente de nitrógeno muy fuerte.
- 5.5.4** Los ésteres metílicos deberán ser analizados tan pronto como sea posible. Pueden ser conservados en un vial con tapa de rosca y con atmósfera de nitrógeno a 2 °C por 24 h. Para almacenamiento por mayor tiempo deberán ser sellados en una ampula de vidrio a la que se le haya hecho vacío y luego rellena con nitrógeno y almacenada a -20 °C en un congelador por no más de 6 meses.
- 5.5.5** La solución de BF₃ solamente deberá ser preparada si es absolutamente necesario usando BF₃ gas y metanol (125g de BF₃, por litro de metanol) en una campana ventilada y tomando todas las precauciones para una operación segura.

6 PROCEDIMIENTO PARA ANALISIS CROMATOGRAFICO

6.1 Acondicionamiento

Acondicione una columna nueva estando desconectada del detector manteniéndola aproximadamente 10 °C arriba de su temperatura de operación con flujo de gas inerte de 20 mL/min - 60 mL/min por aproximadamente 16 h y 2 h adicionales a 20 °C arriba de su temperatura de operación. En ningún caso exceda la temperatura máxima recomendada por el fabricante.

6.2 Determine las condiciones de operación óptimas

6.2.1 Al seleccionar las condiciones de prueba, se deben tomar en cuenta las siguientes variables: largo y diámetro de la columna, temperatura de la columna, flujo del gas acarreador, resolución requerida, tamaño de la muestra para análisis y tiempo de análisis. El tamaño de la muestra deberá seleccionarse de tal forma que el ensamble del detector y el electrómetro den una respuesta lineal. Como una regla, los siguientes datos guiarán a los resultados deseados, por lo menos 2,000 platos teóricos para el estearato de metilo y su elusión de aproximadamente 15 min.

<u>Diámetro interno columna mm</u>	<u>Flujo gas transportador, mL/min</u>
2	15 - 25
3	20 - 40
4	40 - 60

<u>Concentración de fase estacionaria %</u>	<u>Temperatura °C</u>
5	175
10	180
15	185
20	185

6.2.2 El puerto de inyección deberá estar a una temperatura de aproximadamente 250 °C – 275 °C y el detector a una temperatura igual a, o mayor a la temperatura de la columna.

6.2.3 El flujo de hidrógeno al detector de ionización de flama es, como una regla, aproximadamente 0,5—1 veces la del gas acarreador, mientras que el flujo de aire aproximadamente 5—10 veces superior al del hidrógeno.

6.3 Determinación de la eficiencia y la resolución

- 6.3.1** Realice el análisis de una mezcla de estearato de metilo y oleato de metilo en proporciones similares (por ejemplo, ésteres metílicos de manteca de cacao). Elija el tamaño de la muestra, la temperatura de la columna y el flujo del gas acarreador de tal forma que el máximo del pico del estearato de metilo se registre aproximadamente 15 minutos después del pico del solvente y que se eleve a las tres cuartas partes de la escala total. Calcule el número de platos teóricos N (eficiencia) por la fórmula:

$$N = 16(dR_1/w_1)^2$$

y la resolución R , por la fórmula

$$R = 2\Delta/(w_1 + w_2)$$

Donde:

dR_1 es la distancia de retención, medida en mm, del inicio al máximo del pico máximo de estearato de metilo.

w_1 es el ancho del pico en mm para el estearato de metilo, medido entre los puntos de intersección de las tangentes de los puntos de inflexión de la curva con la línea de base.

w_2 es el ancho en mm del pico del oleato de metilo, medido entre los puntos de intersección de las tangentes de los puntos de inflexión de la curva con la línea de base.

Δ es la distancia entre los máximos de los picos correspondientes al estearato de metilo y el oleato de metilo.

- 6.3.2** Las condiciones de operación seleccionadas deben permitir por lo menos 2,000 platos teóricos para el estearato de metilo y una resolución de por lo menos 1,25 entre el estearato de metilo y el oleato de metilo. Además, el éster del ácido linolénico (C18:3) deberá resolverse bien del éster del ácido araquídico (C20:0) y del éster del ácido gadoléico (C20:1).

- 6.3.3** Como una regla, las condiciones de operación deberán ser las que se definieron arriba. No obstante, es posible trabajar con una temperatura de columna más baja si se requiere la determinación de ácidos grasos menores de C12 ó a temperaturas mayores cuando se determinen ácidos grasos mayores de C20.
- 6.3.4** Calentamiento programado En ocasiones es posible emplear programación de temperaturas para ambos casos citados en 6.3.3. Por ejemplo, si la muestra contiene ésteres metílicos de ácidos grasos inferiores a C12, inyecte la muestra a una temperatura de columna de 100 °C e inmediatamente después aumente la temperatura a una velocidad de 4 °C/min - 8 °C/min hasta la temperatura óptima. En algunos casos, los dos procedimientos pueden combinarse. Después del calentamiento programado, continúe la elusión a una temperatura constante hasta que todos los componentes se hayan eluído. Si el instrumento no emplea calentamiento programado trabaje a dos temperaturas fijas entre 100 °C y 195 °C. Las características de la fase líquida determinarán la temperatura inicial o la temperatura más alta si el análisis se realiza isotérmicamente.
- 6.4** Análisis
- 6.4.1** El volumen de la muestra para análisis deberá ser 0,1 - 0,2µL de la disolución de ésteres metílicos obtenida en 6.3 (3). En el caso de ésteres que no estén en solución, prepare una solución aproximadamente al 1 % - 10 % e inyecte 0,1 µL de esta solución.
- 6.4.2** Si el objetivo es determinar componentes presentes solo en trazas, el tamaño de la muestra puede aumentarse (hasta diez veces).



7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

7.1 Identificación de picos

Analice la muestra de referencia, de composición conocida en las mismas condiciones de operación que las empleadas para la muestra, y mida las distancias de retención (o tiempos de retención) para cada componente.

7.2 Análisis cuantitativo

7.2.1 Salvo en casos excepcionales, suponga que el total de componentes de la muestra están representados en el cromatograma, de tal forma que el total de las áreas bajo las curvas representa el 100 % de los componentes (elución total).

7.2.2 Si el equipo incluye un integrador, use los resultados del mismo. Si no, determine el área de cada pico multiplicando la altura por el ancho a la mitad de la altura del pico y, cuando sea necesario, tomando en cuenta las diferentes atenuaciones usadas durante el registro.

7.2.3 Para el caso general, en el cual se presentan cantidades no significativas de componentes inferiores a C12, calcule el contenido de un componente en particular (expresado como porcentaje de los ésteres metílicos) por la determinación del porcentaje representado por el área del pico correspondiente, en relación a la suma de las áreas de todos los picos.

El % de área del componente *i* expresado como ésteres metílicos es:

$$\frac{A_i}{\sum A_i} \times 100$$

Donde:

A_i es el área del pico correspondiente al componente *i*
 $\sum A_i$ es la suma de las áreas de todos los picos

7.2.4 Factores de corrección: Se deben usar particularmente cuando se tienen ácidos grasos inferiores a C12 con grupos secundarios, o cuando se use un detector de conductividad térmica (CT), esto con el fin de convertir el porcentaje de las áreas de los picos a porcentaje de masas de los componentes. Determine los factores de corrección con la ayuda de un cromatograma derivado del análisis de una mezcla de referencia de ésteres metílicos de composición conocida bajo condiciones de operación idénticas a las que se usen para la muestra:

$$\text{masa \% (m/m) de componente } i = \frac{B_i}{\sum B_i} \times 100$$

Donde:

B_i es la masa de componente i en la mezcla de referencia
 $\sum B_i$ es el total de las masas de los diversos componentes de la mezcla de referencia.

Del cromatograma de la mezcla de referencia, se puede calcular:

$$\text{Porcentaje de área de componente } i = \frac{C_i}{\sum C_i} \times 100$$

Donde:

C_i es el área del pico correspondiente a componente i y
 $\sum C_i$ es la suma del área de todos los picos

De lo cual:

$$\text{Factor de corrección } K_i = \frac{B_i \times \sum C_i}{C_i \times \sum B_i}$$



Comúnmente, los factores de corrección se hacen relativos a K_{C16} de tal forma que los factores relativos son:

$$K'_i = \frac{K_i}{K_{C16}}$$

De donde el contenido de cada componente en la mezcla es determinado por:

Masa % (m/m) de componente i, expresado como ésteres metílicos =

$$\frac{(K'_i \times A_i)}{\sum(K'_i \times A_i)} \times 100$$

7.2.5 Use un estándar interno, sobre todo en determinaciones en donde no todos los ácidos grasos eluyen. El estándar interno puede ser el éster metílico del ácido graso C13. El factor de corrección para el estándar interno deberá ser determinado como:

masa % (m/m) del componente i, expresado como ésteres metílicos =

$$\frac{m_{C13} \times K'_i \times A_i}{m \times K'_{C13} \times A_{C13}} \times 100$$

Donde:

m_{C13} es la masa del estándar interno agregado a la muestra, mg
 m es la masa de la muestra, mg
 $*K'_{C13}$ es el factor de corrección para el estándar interno relativo a K_{C16}
 A_{C13} es el área del pico correspondiente al estándar interno,
 A_i es el área del pico correspondiente al componente i, y
 K'_i es igual al factor de corrección del componente i relativo a K_{C16}

$$*K'_{C13} = \frac{K_{C13}}{K_{C16}}$$

* Determinado por la adición de una cantidad conocida de ésteres metílicos C_{13} a la mezcla de referencia y siguiendo entonces el procedimiento arriba descrito para determinar K'_i .



7.2.6 Expresión de los resultados

Redondee los resultados a tres cifras significativas para contenidos arriba del 10 %, a dos cifras significativas para contenidos del 1 % al 10 %, una cifra significativa para contenidos inferiores al 1 %, con una cifra abajo del punto decimal en cada caso.

8 PRECISIÓN

8.1 Repetibilidad

Para dos determinaciones llevadas a cabo en el mismo día, por el mismo operador, usando el mismo equipo para las mismas muestras y para componentes presentes en un porcentaje superior al 5 %, la diferencia entre los resultados no deberá exceder una cifra relativa al 3 % del valor determinado con un máximo absoluto de 1%. Para componentes presentes en cantidades menores al 5 %, la repetibilidad en términos relativos disminuye progresivamente conforme el contenido se reduce.

8.2 Reproducibilidad

La diferencia entre los resultados obtenidos en dos laboratorios diferentes para componentes con concentraciones superiores al 5 %, no deberá exceder una cifra relativa del 10 % con respecto al valor determinado con un máximo absoluto de 3 %. Para componentes presentes en cantidades inferiores al 5 %, la reproducibilidad en términos relativos disminuye.

9 APENDICE NORMATIVO

- 9.1 Si hay componentes poli-insaturados con más de tres dobles enlaces, estos se pueden descomponer en una columna de acero inoxidable.
- 9.2 Se recomienda consultar los incisos 11.4, 11.5 y 11.6 de la bibliografía.
- 9.3 En 1990 varios laboratorios reportaron lo siguiente:



- 9.3.1** Cuando se usa un empaque de polaridad media en una columna de 2,44 m de largo y 6,3 mm de diámetro interno se obtiene una mejor separación especialmente para los ácidos grasos C18:3 y C20:1.
- 9.3.2** La temperatura inicial de la columna parece afectar el resultado final más que cualquier otra variable de temperatura.
- 9.3.3** Las condiciones de operación deberán ajustarse para obtener una separación satisfactoria y la recuperación de un material de referencia adecuado de ácidos grasos.

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**.

11 BIBLIOGRAFÍA

- 11.1** NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de unidades de Medida. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
- 11.2** NMX-F-017-SCFI-2005 Alimentos - Aceites y Grasas – Determinación de la composición de ácidos grasos por cromatografía de gases. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 11 de abril de 2005.
- 11.3** Firestone, D. Editor; "Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society"; Sixth Edition, 2009 Methods: AOCS Ce 1 - 62 "Fatty Acid Composition by Packed Column Gas Chromatography" AOCS Ce 2 – 66 "Preparation of Methyl Esters of Fatty Acids".



- | | | |
|-------------|---------------------|--|
| 11.4 | ASTM E260-96 (2006) | "Standard Practice for Packed Column Gas Chromatography". |
| 11.5 | ASTM E355-96 (2007) | "Standard Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships". |
| 11.6 | ASTM E594-96 (2006) | Standard Practice for Testing Flame Ionization Detectors Used in Gas or Supercritical Fluid Chromatography". |

12 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.