



NORMA MEXICANA

NMX-F-042-SCFI-2011

**ALIMENTOS – GRASAS VEGETALES O ANIMALES -
DETERMINACION DE CONTENIDO
DE SOLIDOS GRASOS - METODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-F-042-SCFI-2006)**

**FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS – SOLIDS CONTENT
DETERMINATION – 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, 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.
- CARGILL DE MÉXICO, S. A. DE C. V.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES Y SIMILARES
- CORAL INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- DANISCO MEXICANA, S.A. DE C.V.
- FABRICA DE JABON LA CORONA, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL PATRONA, S.A. DE C.V.
- LACTEOS FINOS DE CALIDAD, S.A. DE C.V.
- RAGASA INDUSTRIAS, S.A. DE C.V.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo		Página
1	OBJETIVO CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	FUNDAMENTO	1
3	TERMINOLOGIA	2
4	APARATOS	2
5	MÉTODOS DE ANÁLISIS	6
6	OTROS MÉTODOS	11
7	PROCESAMIENTO DE DATOS	12
8	EXPRESIÓN DE RESULTADOS	13
9	PRECISIÓN	14
10	REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD	14
11	NOTAS DE PRECAUCIÓN	15
12	NOTAS GENERALES	15
13	VIGENCIA	18
14	BIBLIOGRAFÍA	19
15	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	19



NORMA MEXICANA

NMX-F-042-SCFI-2011

ALIMENTOS – GRASAS VEGETALES O ANIMALES - DETERMINACION DE CONTENIDO DE SOLIDOS GRASOS - METODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-F-042-SCFI-2006)

FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS – SOLIDS CONTENT DETERMINATION – TEST METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el procedimiento para la determinación del contenido de sólidos grasos en grasas vegetales o animales a diferentes temperaturas para obtener una curva que permita definir las características de la grasa a una temperatura definida o en un rango de temperaturas y que permita evaluar su aplicación para diferentes usos en la Industria Alimentaria o en aplicaciones en usos domésticos.

2 FUNDAMENTO

Los métodos expuestos en esta Norma describen los procedimientos para la determinación del contenido de sólidos grasos por Resonancia Magnética Nuclear (**RMN**) de baja resolución. Este método determina que porcentaje de todos los núcleos de hidrógeno (protones) en la muestra, compuesta de núcleos de hidrógeno en las fases tanto líquidas como sólidas, se debe a los núcleos de hidrógeno en la fase sólida. A este porcentaje se le llama el contenido de sólidos grasos o en forma abreviada (**CSG**).

3 TERMINOLOGIA

3.1 Método Directo

En el método directo, las señales de **Resonancia Magnética Nuclear (RMN)** de las fases sólidas y líquidas se miden y comparan. En este método el **CSG** se define como la relación, expresada como un porcentaje, entre la respuesta **RMN** obtenida de los núcleos de hidrógeno de la fase sólida de la muestra y la respuesta **RMN** obtenida de los núcleos de hidrógeno tanto en la fase sólida como líquida de la muestra.

3.2 Método Indirecto

En el método indirecto la señal **RMN** de la fase líquida de la muestra se compara con la señal de la misma muestra cuando está totalmente fundida. En este método el **CSG** se define como 1 menos la relación entre la respuesta **RMN** obtenida de los núcleos de hidrógeno de la muestra totalmente fundida, corregida por diferencias **RMN** a las sensibilidades a la temperatura. El resultado se convierte generalmente a un porcentaje.

El método indirecto se basa solamente en las medidas **RMN** de la fase líquida de la muestra de grasa. Para eliminar efectos de la temperatura en la señal **RMN**, un aceite líquido de referencia también se mide a todas las temperaturas de medición.

4 APARATOS

4.1 Instrumento **RMN**

4.1.1 Método Directo

Medidas directas de los sólidos **RMN** pueden ser realizadas por cualquier instrumento **RMN** de pulsos y de baja resolución que sea capaz de medir la señal de la parte sólida de la muestra. En la práctica, esto significa cualquier instrumento de pulsos de 20 MHz o mayor frecuencia de operación que cumpla las especificaciones en relación a exactitud y reproducibilidad que se indican en el capítulo 9 **Precisión**. El instrumento debe de tener una banda de tiempo muerto más pulsación de 10 ms o menos. El instrumento debe de permitir un factor (conocido como el Factor – “F”) que pueda fijarse, con un valor entre 1 y 2, para corregir mediciones por el tiempo muerto del instrumento. El

instrumento debe de tener también un retardador entre pulsos (también conocido como tiempo de detonación).

NOTA 1: De acuerdo a la NOM-008-SCFI (véase 12 Bibliografía):
min = minutos, h = hora, s = segundo

4.1.2 Método indirecto

Medidas indirectas de sólidos por **RMN** pueden ser realizadas por cualquier instrumento **RMN** de baja resolución que sea capaz de medir la señal de la parte líquida de la muestra.

4.1.3 Ambos métodos

Los siguientes requerimientos también deben de cumplirse:

4.1.3.1 Un magneto con un campo que sea suficientemente homogéneo para asegurar que las mediciones son reproducibles y llenan todos los requerimientos de precisión.

4.1.3.2 El tiempo de vida media de la magnetización de una muestra de aceite de referencia debe de ser mayor de 1000 μ s.

4.1.3.3 La temperatura del magneto y del puerto de prueba debe de ser estable y consistente.

4.1.3.4 Un microswitch debe de ser instalado para iniciar la medición automáticamente cuando se inserte el tubo de muestra.

4.1.3.5 La entrada del puerto de prueba en el magneto deberá ser adecuado para tubos de muestra con un diámetro de 10 mm.

4.1.3.6 Un instrumento de cálculo deberá de proveerse para que dé una lectura directa del porcentaje de sólidos.

Para mayores detalles ver las notas generales 11.1, 11.2, 11.9 y 11.10.

4.2 Tubos de muestra

4.2.1 Diámetro exterior 10,0 mm \pm 0,25 mm

4.2.2 Espesor de pared 0,6 mm

4.2.3 Largo 150 mm mínimo

4.2.4 Material Vidrio

4.3 Altura de llenado de la muestra

La altura de la muestra no es crítica para mediciones directas. Se recomienda una altura de llenado de 4cm, pero el analista debe asegurarse de que el nivel de la muestra está, por lo menos 5 mm debajo de la superficie exterior de los blocks de aluminio de templado.

En el caso de mediciones indirectas el volumen total de la muestra debe ajustarse dentro de la bobina del puerto de entrada del **RMN**. La altura de la bobina en varios instrumentos es de 1,5 cm a 2,0 cm. Se recomienda una altura de llenado de 1 cm para asegurar que toda la muestra permanece dentro del volumen sensible de la bobina del puerto de entrada aún cuando la muestra se expanda a temperaturas más altas.

En suma se recomienda lo siguiente:

4.3.1 Mediciones indirectas 1,0 cm \pm 0,2 cm de altura de llenado

4.3.2 Mediciones directas 4 cm \pm 1 cm de altura de llenado

4.4 Horno mantenido a 100 °C \pm 2 °C

4.5 Baños de temperatura constante de agua o blocks sólidos de calentamiento – Capaces de conservar la temperatura del líquido a cualquier temperatura fija entre 10 °C y 60 °C \pm 0,1 °C.

4.5.1 Baños de temperatura constante, uno para cada temperatura de medición, provistos con control termostático y equipados con un sistema eficiente de agitación mecánica y un termómetro calibrado sensible hasta 0,05 °C.

4.5.2 Alternativamente, se pueden usar blocks de calentamiento, uno para cada temperatura de medición.

4.6 Blocks metálicos con perforaciones para los tubos de muestra
Dimensiones de las perforaciones:

- | | | |
|-------|--|-------------------------|
| 4.6.1 | Diámetro interno | 10,35 mm ± 0,05 mm |
| 4.6.2 | Profundidad | 70 mm |
| 4.6.3 | Distancia entre perforaciones | 17 mm (centro a centro) |
| 4.6.4 | Espesor de material bajo perforaciones | 10 mm |
| 4.6.5 | Profundidad de inmersión en baño de agua | 60 mm |
| 4.7 | Baño de 0 °C ± 0,1 °C | |

Una unidad de enfriamiento mantenida a 0 °C, llenada con un líquido apropiado (por ejemplo 20% etilén glicol en agua) es esencial. El baño de 0 °C también puede consistir de un block de aluminio controlado electrónicamente y capaz de conservar una temperatura de $0 \pm 0,1$ °C. Un baño de agua con hielo **no debe de usarse**.

4.8 Muestras de Calibración

4.8.1 Método directo

Estándares primarios que consisten de tres mezclas preparadas de trioleína y tristearina en las proporciones de:

- 4.8.1.1 0 % tristearina, 100 % trioleína
- 4.8.1.2 30 % ± 2 % tristearina, 70 % ± 2 % trioleína
- 4.8.1.3 70 % ± 2 % tristearina, 30 % ± 2 % trioleína

Obtenidas de una fuente confiable e independiente y certificada. Estándares secundarios provistos por los fabricantes de instrumentos que consisten de una varilla de plástico rodeada por aceite mineral, se usan en una base diaria para ajustes finos.

Los estándares secundarios deben de ser reemplazados o recalibrados de los estándares primarios a intervalos de seis meses. Se deben conservar registros de los Factores- F derivados de los estándares secundarios y los estándares deben de ser cambiados si se observan variaciones significantes.

4.8.2 Método indirecto

En el método indirecto, la muestra en sí misma en su condición totalmente fundida (0% sólidos) se usa para calibración. Además, una muestra de cualquier aceite o grasa que permanezca totalmente líquida a todas las temperaturas de medición (por ejemplo aceite de oliva winterizado) se necesita para compensar por la sensibilidad del **RMN** a diferentes temperaturas de medición. Esta muestra de compensación no se necesita en el método directo ya que las señales de las fases sólidas y líquidas se afectan igualmente en la variación en sensibilidad de la temperatura y la relación permanece constante.

5 MÉTODOS DE ANÁLISIS

El número de diferentes combinaciones de **tipo de grasa/templado/Métodos RMN** son como se indica a continuación:

Tipo de grasa	Método de templado	Método de medición RMN
No requiere estabilización	Paralelo	Directo
No requiere estabilización	Paralelo	Indirecto
Requiere estabilización	Paralelo	Directo
Requiere estabilización	Paralelo	Indirecto

De estas combinaciones el método directo en paralelo se recomienda ya que este método ha mostrado los mejores resultados estadísticos (véase inciso 12.3). La más importante metodología, el método directo usando mediciones paralelas y aplicado a grasas que requieran o no requieran estabilización se describe en la siguiente sección.

5.1 Método I – Grasas y aceites que no requieren estabilización

5.1.1 Campo de aplicación

Este método es aplicable a margarinas y aceites y grasas convencionales (también denominados aceites que no requieren estabilización), a grasas para freído y panadería y a grasas especiales que no requieren estabilización como los substitutos de manteca de cacao. Estas grasas no necesitan estabilización polimórfica adicional como se menciona en el método II descrito posteriormente.

Este método I solamente se aplica a grasas y aceites para los cuales la cristalización se completa dentro de un período de cristalización de una hora a 0 °C. Grasas y aceites de cristalización más lenta requerirán un período más largo de cristalización (véase inciso 11.6).

5.1.2 Método directo-Mediciones paralelas

5.1.2.1 Verificación de la calibración del instrumento

Esta verificación debe de hacerse al inicio de cada período de trabajo para detectar posibles fallas en el instrumento y de acuerdo a los métodos descritos en el manual del instrumento.

5.1.2.2 Procedimiento de estabilización y templado

El procedimiento de estabilización y templado para todas las grasas que no necesitan estabilización polimórfica adicional es como sigue:

5.1.2.2.1 Funda la muestra a 100 °C \pm 0,1 °C y consérvela a esta temperatura por 15 min.

5.1.2.2.2 Manténgala a 60 °C \pm 0,1 °C por lo menos 5 min.

5.1.2.2.3 Manténgala a 0 °C \pm 0,1 °C por 60 min. \pm 2 min.

5.1.2.2.4 30 min – 35 min a cada temperatura de medición seleccionada. Las temperaturas adecuadas de medición son 10 °C, 15 °C, 20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C, 50 °C, 55 °C, y 60 °C (\pm 0,1 °C). Normalmente las temperaturas seleccionadas con más frecuencia son 10 °C, 20 °C, 30 °C, 35 °C y 40 °C. El requerimiento para medir el contenido de sólidos después de estabilizar por 30min -35min determina el número de tubos de muestra que pueden ser manejados en una corrida, y esto es aproximadamente 20 tubos. Si más tubos tienen que ser medidos, una segunda corrida de no más de 20 tubos puede iniciarse desde el baño de 60 °C, 10 min después de la primera corrida.

5.1.2.3 Procedimiento de manejo y medición

- 5.1.2.3.1 Caliente la grasa por lo menos a $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ y consérvela a esta temperatura por 15 min. Filtre a través de papel filtro de poro fino si la muestra presenta turbidez y vuelva a calentar a $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.1.2.3.2 Homogenice la muestra vigorosamente y llene un tubo de muestra a una profundidad de $4\text{ cm} \pm 1\text{ cm}$. No pese y no elimine el aire. El exterior de los tubos de muestra debe de estar limpio y seco.
- 5.1.2.3.3 Llene un tubo de muestra para cada temperatura de medición.
- 5.1.2.3.4 Coloque los tubos de muestra conteniendo la muestra totalmente fundida después del recalentamiento a $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ en una gradilla dentro del baño a $60\text{ }^{\circ}\text{C}$. El baño puede ser de agua o sólido. Consérvelos ahí por lo menos 5 min pero no más de 15 min.
- 5.1.2.3.5 Coloque los tubos después del templado a $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ en una gradilla en el baño de $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Consérvelos ahí por $60\text{ min} \pm 2\text{ min}$.
- 5.1.2.3.6 Remueva los tubos de muestra del baño de $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$; asegúrese que estén secos y colóquelos en los blocks (los orificios deben de estar limpios y secos) de los baños a las temperaturas de medición deseadas. Use un tubo para cada temperatura.
- 5.1.2.3.7 Remueva el tubo del block 30 min – 35 min después de haberlo puesto en el block y transfíralo tan rápido como sea posible dentro del orificio de muestras del instrumento **RMN** (magneto) asegurándose que el tubo toca el fondo del orificio.
- 5.1.2.3.8 Un tiempo de repetición de pulsos (demora reciclada (DR) o tiempo de detonación) de 2 s, 4 pulsos (usados para promediar las señales) y el Factor F encontrado durante la calibración de rutina, se deben de usar.
- 5.1.2.3.9 Lea el contenido de sólidos grasos (**CSG**) de acuerdo a las instrucciones en el manual del instrumento.
- 5.1.2.3.10 Registre el **CSG** observado a la temperatura $T\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.1.2.3.11 Remueva el tubo del instrumento.

5.1.2.3.12 Repita el procedimiento completo hasta que se hayan analizado y medido todas las muestras.

5.2 Método II – Estabilización de grasas para confitería

5.2.1 Rango de aplicación

Este método es adecuado para estabilizar grasas para confitería tales como manteca de cacao y grasas especiales, las cuales contengan cantidades apreciables de 2-oleico-glicéridos disaturados. Con estas grasas la forma polimórfica debe de ser estabilizada antes de que se obtengan resultados de **CSG** reproducibles y por esta razón se usa un período de 40 h de templado a 26 °C. (véase inciso 11.7).

Sin embargo, otra distinción adicional entre grasas que se deben o no estabilizar ocurre cuando el contenido de sólidos se mide por **RMN** de pulsos. Esto es porque los protones en el cristal de la forma beta estable se recuperan relativamente en forma lenta del pulso de radio frecuencia aplicado y un tiempo diferente de pulso de repetición de 6 s combinado con un solo pulso debe de ser usado para compensar por este efecto (véase inciso 11.8).

5.2.2 Método directo-Mediciones paralelas

5.2.2.1 Verificación de la calibración del instrumento.

Similar al método I (véase inciso 5.1.2.1).

5.2.2.2 Procedimiento de estabilización y templado.

5.2.2.2.1 Funda y conserve 15 min a 100°C ± 0,1°C

5.2.2.2.2 Conserve a 60°C ± 0,1°C por lo menos 5 min.

5.2.2.2.3 90 min ± 5 min a 0°C ± 0,1°C

5.2.2.2.4 40 min ± 30 min a 26°C ± 0,1°C

5.2.2.2.5 90 min ± 5 min a 0°C ± 0,1°C

5.2.2.2.6 60 min – 65 min a cada temperatura de medición seleccionada.

Las temperaturas de medición adecuadas son 20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C y cada 5 °C hasta 60 °C, ($\pm 0,1$ °C), como se necesite. El requerimiento para medir los sólidos después de la estabilización por 60 min – 65 min determina el número de tubos de muestra que se pueden manejar en una corrida y esto es aproximadamente 20 tubos. Si más tubos tienen que ser medidos una segunda corrida de no más de 20 tubos puede ser iniciada desde el baño de 26 °C $\pm 0,1$ °C, 10 min después de la primera corrida.

Alternativamente, los tubos se pueden iniciar desde el baño de 26 °C a intervalos de 15 s y progresivamente transferidos a través del baño de 0 °C a los blocks en los baños de agua a las temperaturas de medición a intervalos de 15 s. Este refinamiento del procedimiento es útil cuando se puede introducir convenientemente, y no está sujeto a la limitación de 20 tubos por corrida. En ambos casos, sin embargo, el número total de tubos que puede manejarse está limitado por la capacidad de las gradillas en los baños de 0 °C y 26 °C.

5.2.3 Procedimiento de manejo y medición

- 5.2.3.1 Caliente la grasa por lo menos hasta 100 °C $\pm 0,1$ °C en un baño de agua o en una estufa y consérvela por 15 min a esta temperatura. Si la muestra no está clara, fíltrela a través de papel filtro de poro fino y recaliente a 100 °C $\pm 0,1$ °C
- 5.2.3.2 Homogenice la muestra vigorosamente y llene un tubo de muestra a una profundidad de 4 cm ± 1 cm. No pese ni elimine el aire del tubo. La superficie exterior del tubo debe de estar limpia y seca.
- 5.2.3.3 Llene un tubo de muestra para cada temperatura de medición y recaliente a 100 °C $\pm 0,1$ °C.
- 5.2.3.4 Coloque los tubos de prueba conteniendo la grasa totalmente fundida después de recalentar a 100°C $\pm 0,1$ °C en una gradilla en el baño de agua a 60 °C $\pm 0,1$ °C y consérvelos ahí por lo menos 5 min, pero no más de 15 min.
- 5.2.3.5 Coloque los tubos después del templado a 60°C $\pm 0,1$ °C en una gradilla en el baño a 0 °C $\pm 0,1$ °C. Manténgalos ahí por 90 min ± 5 min.
- 5.2.3.6 Transfiera los tubos (opcionalmente junto con la gradilla) al baño de 25 °C $\pm 0,1$ °C y manténgalos ahí por 40 h $\pm 0,5$ h (véase inciso 11.2).

- 5.2.3.7** Transfiera los tubos (opcionalmente junto con la gradilla) otra vez al baño de $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ y consérvelos ahí por $90\text{min} \pm 5\text{ min}$.
- 5.2.3.8** Remueva los tubos de muestra del baño de 0°C , séquelos rápidamente para evitar que se calienten y colóquelos en los blocks (los orificios deben de estar limpios y secos) de los baños de agua a las temperaturas de medición deseadas. Use un tubo para cada temperatura.
- 5.2.3.9** Retire el tubo del block 60 min – 65 min después de haberlo puesto en el block y transfíralo tan rápido como sea posible dentro del orificio de muestras del instrumento RMN, asegurándose que el tubo toca el fondo del orificio.
- 5.2.3.10** Un tiempo de repetición de pulsos (demora reciclada (DR) o tiempo de detonación) de 6 s, se usa 1 pulso y el Factor F encontrado durante la calibración de rutina.
- 5.2.3.11** Lea el **CSG** de acuerdo a las instrucciones en el manual del instrumento.
- 5.2.3.12** Registre el valor del **CSG** observado a $T\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.2.3.13** Saque el tubo del instrumento
- 5.2.3.14** Repita el procedimiento completo hasta que todas las muestras han sido analizadas.

6 OTROS MÉTODOS

6.1 Método indirecto-Mediciones paralelas

Un aceite líquido de referencia se mide a las mismas temperaturas de medición de la grasa de muestra después de terminar su templado. Use aceite de oliva winterizado y refinado como un aceite de referencia. La señal del líquido a $70\text{ }\mu\text{s}$ se imprime y registra para cálculos adicionales (véase 8 Expresión de Resultados).

El aceite de referencia se incluye para ajustar la intensidad de la señal por el efecto de la temperatura y es solamente necesario para medir un aceite de referencia una vez a cada temperatura. Para poder calcular el **CSG** de la muestra por la señal **RMN** usando el método indirecto es necesario medir la muestra en su condición totalmente fundida a $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ y también medir la temperatura de compensación de la muestra a la temperatura apropiada.

Se recomienda medir estas dos muestras conservadas a $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$, antes de que el procedimiento de templado se inicie. Haciendo esto, toda la información necesaria puede estar disponible para calcular el **CSG** para cada muestra conforme esta es medida.

Todas la demás operaciones son similares a las del Método Directo Procedimiento de Mediciones Paralelas.

7 PROCESAMIENTO DE DATOS

7.1 Presentación de los datos

El contenido de sólidos de una grasa deberá reportarse en % con una cifra decimal. La temperatura a la cual esta fracción de sólidos es medida también debe darse, por ejemplo:

7.1.1 El contenido de sólidos de 75,3 % de una muestra a $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ se debe de designar de la siguiente forma: N10= 75,3 %.

7.1.2 El contenido de sólidos de 44.1 % de una muestra a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ se debe de designar de la siguiente forma: N20 = 44,1 %.

7.1.3 El contenido de sólidos de 20,7 % de una muestra a 30°C se debe designar de la siguiente forma: N30 = 20,7 % Junto con los datos, el modo exacto de operación y el procedimiento de templado debe de reportarse siempre.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de sólidos grasos (**CSG**) se calcula usando las ecuaciones que se Muestran a continuación. Para el método directo el **CSG** es calculado por el instrumento. Para mayor explicación sobre las formas de cálculo, refiérase al manual del fabricante del instrumento.

8.1 Método directo-Contenido de sólidos grasos (**CSG**) a T °C

$$NT = \frac{[(E11 - E70) \times F]}{E70 + [(E11 - E70) \times F] + D}$$

En donde:

- E11 es la señal RMN medida a 11 μ s después del pulso;
E70 es la señal RMN medida a 70 μ s después del pulso;
F es un factor empírico, el cual corrige por el tiempo muerto del receptor (calculado de los estándares de calibración);
D es el factor de compensación digital, para corregir el efecto de no linealidad o fuera de línea del detector (calculado de los estándares de calibración). Para aquellos instrumentos sin detectores a diodo, omita el factor D en la fórmula, y (E11-E70), representa la señal de los sólidos después de 11 μ s y E70 representa la señal de los líquidos después de 70 μ s.

8.2 Método indirecto-(Contenido de sólidos grasos (**CSG**) a T °C

$$NT = 100 - \frac{[R_{60} \times S_T \times 100]}{(S_{60} \times R_T)}$$

En donde:

- R₆₀ es la señal de intensidad del aceite de referencia a 60 °C;
S₆₀ es la señal de intensidad de la muestra a 60 °C;
R_T es la señal de intensidad del aceite de referencia a T °C y
S_T es la señal de intensidad de muestra a T °C

La relación R₆₀/R_T expresa el factor de corrección por la dependencia de la temperatura de la señal RMN a T °C.

9 PRECISIÓN

Para la precisión del método, los resultados fueron usados de un estudio en colaboración internacional organizado por la AOCS (American Oil Chemists' Society) y la Empresa Unilever. En este estudio participaron 24 Empresas.

El estudio fue planeado para un diseño de doble división vertical usando cuatro diferentes tipos de muestras: Una grasa para margarina, aceite de palma, grasa de soya y un sustituto de manteca de cacao. Cada tipo consistió de 2 cargas ligeramente diferentes las cuales fueron ofrecidas en duplicados (muestras ciegas), 16 muestras en total. Cada muestra se analizó a 6 diferentes temperaturas.

De acuerdo al procedimiento estadístico, las pruebas para encontrar datos fuera de línea y valores dudosos se llevaron a cabo en los datos encontrados. Los datos fuera de línea se definieron como datos que se encontraron fuera de la distribución esperada de datos con un nivel de confianza entre 95 % y 99 %.

Después de la eliminación de posibles datos fuera de línea, la repetibilidad r y la reproducibilidad R , fueron calculados.

10 REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD

La repetibilidad r , representa la confiabilidad del método cuando se llevan a cabo análisis duplicados dentro del laboratorio de una Empresa usando las mismas muestras, reactivos, instrumentos y dentro de un período breve de tiempo.

La reproducibilidad entre laboratorios R , representa la confiabilidad del método cuando un análisis se realiza por dos diferentes Empresas o laboratorios. En la práctica diaria la diferencia entre dos mediciones en la misma muestra no debiera exceder el valor de r o de R cuando se hacen por un laboratorio o por dos laboratorios respectivamente en un intervalo de confianza del 95 %.

De los datos no se permite, en principio, estimar las desviaciones estándar de tal forma de calcular un valor para la repetibilidad y un valor para la reproducibilidad entre laboratorios. No obstante, esto se ha hecho desde un punto de vista práctico.

Del estudio en colaboración los siguientes valores fueron encontrados:

Repetibilidad: 1,3 %

Reproducibilidad entre laboratorios: 3,3 %

11 NOTAS DE PRECAUCION

Precaución: Aquellas personas con un marcador de pasos **NO** deben de aproximarse a una distancia de 30 cm del equipo **RMN**. Objetos pesados de metal deberán de evitarse cerca del equipo **RMN**.

12 NOTAS GENERALES

12.1 Localización del instrumento. La temperatura del cuarto donde se instale el equipo de baja resolución **RMN** deberá ser estable nunca debajo de $15\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$ o arriba de $30\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$. El instrumento deberá ser colocado sobre una mesa robusta para prevenir la influencia de vibraciones. Objetos metálicos grandes en movimiento deberán permanecer alejados del instrumento ya que pueden interferir con el campo magnético. El magneto deberá tener un termostato (usualmente fijo a $40 \pm 0,1\text{ °C}$) para reducir desviaciones.

12.2 Control de temperatura del instrumento. Debido al hecho de que los instrumentos **RMN** tienen magnetos calentados, las muestras se calientan tan pronto como son colocadas dentro del instrumento . Esto puede afectar la precisión de las mediciones del **CSG** si la velocidad de calentamiento de la muestra es variable. Por lo tanto, es esencial que el magneto y la temperatura del puerto de prueba sean estabilizados por el termostato. Puertos de prueba de temperatura variable no son prácticos y no son aplicables a este método de prueba.

12.3 Secado de tubos y blocks. Después del período de templado en gradillas, los tubos de muestra deberán ser rápida y cuidadosamente secados antes de ser colocados en los baños de agua a la temperatura de medición. Los tubos no deberán ser

secados con pañuelos de papel, cuando se sacan del baño de agua a la temperatura de medición hacia el sujetador de muestras del instrumento. Ya que esto puede interferir con los resultados. Los orificios en los blocks metálicos en los baños de $10\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ y $15\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ deben de secarse frecuentemente, ya que se puede condensar humedad en los orificios.

- 12.4** Tapas para los tubos. Puede tener ventajas usar algún tapón para los tubos (por ejemplo tapa de plástico o de hule) para impedir el acceso de polvo, vapores de solvente o humedad durante las etapas de templado especialmente durante el largo período de estabilización de 40 h a $26\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ para estabilizar las grasas que así lo requieran.
- 12.5** Control de temperatura de las muestras. Los valores del **CSG** dependen de la historia térmica de la grasa cristalizada. Es, por lo tanto, importante adherirse a los tiempos prescritos que se mencionan en el método. Las temperaturas de templado y mediciones son también extremadamente importantes y los controles del termóstato junto con las dimensiones tanto de tubo como orificios en los blocks metálicos deberán ser estrictamente observados, esto último para asegurar el contacto térmico apropiado. La influencia de tiempo y temperatura son especialmente importantes a temperaturas donde las grasas de confitería tienen un perfil de fusión de alta pendiente (por ejemplo a $30\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ para manteca de cacao).
- 12.6** Aceites y grasas de lenta cristalización. Los aceites y grasas de lenta cristalización no habrán cristalizado totalmente durante el período de una hora a $0\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$, lo que lleva a un valor menor del **CSG** que el que se hubiera obtenido después de cristalización completa. La aplicabilidad del método puede ser verificada por la determinación del **CSG** después de una serie de períodos de cristalización a $0\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$. Los aceites y grasas de lenta cristalización requerirán períodos más largos de cristalización.
- 12.7** Grasas que requieren estabilización. Una más acertada descripción sería "grasas que necesitan estabilización polimórfica", como la manteca de cacao y grasas especiales que, por supuesto, se encuentran en formas totalmente estables, parcialmente estables e inestables. Sin embargo, el término "grasas que requieren estabilización" se ha usado por muchos años en relación

al procedimiento de dilatometría y ha llegado a ser la descripción aceptada.

- 12.8** Demora de repetición. El tiempo usual para la demora de repetición para margarinas comerciales y grasas de confitería no estabilizadas es de dos segundos. Para aquellas grasas que cristalizan en una forma beta después de una extendida estabilización (tal como la manteca de cacao y grasas similares) un detonador de tiempo de dos segundos conduce a efectos de saturación y para estas grasas se usa un tiempo de detonación de seis segundos, combinado con un solo pulso.

En caso de que haya dudas acerca de la ocurrencia de efectos de saturación, se puede checar esto por la repetición del proceso completo de templado, pero midiendo con un solo pulso y un tiempo de detonación de seis segundos. Cuando el **CSG** así obtenido es no mayor que el que se obtuvo con un tiempo de detonación de dos segundos, se puede asumir con seguridad que el último método da el valor del **CSG** correcto.

- 12.9** Muestras de calibración. Se prefieren las muestras de calibración primarias que son de la misma clase química de los materiales reales como las muestras de lípidos que se analizan. Los materiales lípidos de referencia para calibración, triestearina y trioleína, se acercan más a las propiedades físicas y químicas encontradas en las muestras de lípidos reales que van a ser analizadas, que las de aceites minerales y las varillas de plástico.

- 12.10** Comentarios sobre el Factor F: Método directo vs Método indirecto. El **CSG** puede ser solamente medido por el método directo si el Factor F se determina con precisión y exactitud. El método de calibración definido en esta Norma establece un Factor F promedio para mezclas de grasas que pueden aproximarse por mezclas de triestearina/trioleína. En otros casos el Factor F no será exacto y el resultado no será el verdadero contenido de sólidos grasos (**CSG**) de las muestras y representará un valor más bien empírico "**Valor RMN**" relacionado al contenido de sólidos. Sin embargo, el **Valor RMN (o "Valor N"**) será siempre el mismo bajo condiciones idénticas de tal forma que el método provee una medición confiable para control de calidad.

Factores-F precisos se pueden pre-determinar para grupos particulares de grasas expuestas a igual tratamiento de temperaturas, llevando a cabo una medición indirecta y calculando entonces el Factor-F necesario para lograr la misma respuesta por el método Directo.

Sin embargo, para comparaciones comerciales es esencial que se usen los Factores F, calculados por el procedimiento de calibración definido; de otra forma, las comparaciones no pueden hacerse.

Alguna variación de los Factores-F entre instrumentos en varios lugares es inevitable debido a que el Factor-F depende parcialmente del instrumento que se use. Por lo tanto, durante la negociación de contratos comerciales, se sugiere cambiar muestras de referencia cuyo contenido de sólidos es conocido con exactitud y precisión. Esto asegurará una mejor reproducibilidad entre diferentes laboratorios.

El método Directo trabaja relacionando las señales para las fases sólida y líquida dentro de la misma muestra. Es, por lo tanto, relativamente inmune a influencias externas tales como el llenado de la muestra, variaciones en las dimensiones de los tubos y pequeñas diferencias de temperatura, ya que estos factores afectan igualmente a la señal para los sólidos y para los líquidos.

El método indirecto no se basa en los Factores-F y se calibra por referencia directa a cada muestra en su estado totalmente fundida. El método indirecto, por lo tanto, determina el **CSG** exactamente bajo todas las circunstancias. Sin embargo, el método indirecto involucra etapas y complejidad extra, y está sujeto a inexactitudes causadas por variaciones en el llenado de muestras y a cambios menores de temperatura.

13 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**.



14 BIBLIOGRAFIA

- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de Noviembre de 2002.
- Farris, K. Editor, Official Methods and Recommended Practices of the AOCS; Sixth Edition; AOCS, 2009 (Method Cd 16b – 93)

15 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana coincide básicamente con la norma internacional ISO 8292-1 (first edition 2008-04-01) "Animal and vegetable fats and oils- Determination of solid fat content by pulsed NMR", en el objetivo del método y en la técnica utilizada para la medición. Difiere de la norma internacional en la organización y formato del texto usado.

México, D.F., a

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