

NMX-F-051-SCFI-2008

**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O
ANIMALES - DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE
ANISIDINA - MÉTODO DE PRUEBA**

**FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS -
ANISIDINE VALUE DETERMINATION-TEST METHOD**

PREFACIO

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

- ASOCIACIÓN NACIONAL DE INDUSTRIALES DE ACEITES Y MANTECAS COMESTIBLES, A.C.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES, GRASAS, JABONES Y DETERGENTES, A.C.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES, A.C.
- CÁMARA DE ACEITES Y PROTEÍNAS DE OCCIDENTE, A.C.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES Y SIMILARES
- CARGILL DE MÉXICO, S.A. DE C.:V.
- CORAL INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL PATRONA, S.A. DE C.V.
- RAGASA INDUSTRIAS, S.A. DE C.V.
- SIGMA ALIMENTOS, S.A. DE C.V.
- TRON HERMANOS, S.A. DE C.V.

ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES - DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE ANISIDINA - MÉTODO DE PRUEBA**FOODS – VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS – ANISIDINE VALUE DETERMINATION-TEST METHOD****1 OBJETIVO**

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

2 DEFINICIÓN

Para los propósitos de esta norma se establece la siguiente definición:

2.1 Índice o valor de anisidina

Se define como 100 veces la densidad óptica medida en nm en una celda de 1 cm. de una solución que contiene 1,00 g del aceite o grasa en 100 ml de una mezcla de solvente y reactivo de acuerdo al método de prueba que se describe en esta norma.

3 FUNDAMENTO TÉCNICO

El método de prueba que se establece en esta norma determina la cantidad de aldehídos (principalmente 2-alkenales y 2,4-dienales) en los aceites y grasas vegetales o animales, por la reacción química ocurrida en una solución de ácido acético entre los compuestos aldehídicos presentes en el aceite y el compuesto p anisidina (ver notas 8.2.1) y la determinación entonces de la absorbancia a 350 nm.

4 APARATOS

4.1 Tubos de ensayo de 10 ml (mínimo), ya sea con tapones de vidrio esmerilado o con tapones de rosca con cubierta de Teflón.

4.2 Matraces volumétricos de 25 ml

4.3 Pipetas o buretas automáticas

NOTA.- Cualquier pipeta y/o bureta capaz de dispensar exactamente 1 ml y 5 ml se considera satisfactoria.

4.4 Espectrofotómetro adecuado para medir la absorbancia a 350 nm

4.5 Celdas de vidrio de 1,00 cm ($\pm 0,01$ cm). Las dos celdas de un par deben de ser idénticas.

5 REACTIVOS

5.1 Iso-octano (2, 2, 4-trimetil pentano), ópticamente claro (ver 8.1 Precaución y notas 8.2.2).

5.2 Ácido acético glacial, calidad grado analítico (ver notas 8.2.3).

5.3 p-Anisidina, calidad grado analítico (ver 8 Notas, 8.1 Precaución y 8.2.4), solución de 0,25g/100ml en ácido acético glacial (Reactivos, 2) (ver 8 notas 8.2.5).

6 PROCEDIMIENTO

NOTA.- La muestra debe de estar perfectamente clara y seca (ver 8 Notas 8.2.3)

6.1 Pesar 0,5 g - 4,0 g de la muestra, al más cercano miligramo dentro de un matraz volumétrico de 25 ml. Disolver y diluir al volumen con iso-octano.

- 6.2 Medir la absorbancia (A_b) de la solución a 350 nm en una celda con el espectrofotómetro usando la celda de referencia llena con solvente, como blanco.
- 6.3 Pipetear exactamente 5 ml de la solución de aceite o grasa dentro de un tubo de ensayo (Aparatos, 1) y exactamente 5 ml de el solvente dentro de un segundo tubo de ensayo. Por medio de una pipeta automática (4 Aparatos, 4,3) agregar exactamente 1 ml del reactivo de p-anisidina (5 Reactivos, 5,3) a cada tubo, taparlos y agitar muy bien con fuerza.
- 6.4 Después de exactamente 10 minutos medir la absorbancia (A_s) del solvente en el primer tubo de ensayo en una celda (4 Aparatos, 4,5) a 350 nm, usando la solución del segundo tubo de ensayo como el blanco o testigo en la celda de referencia.

7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El índice o valor de anisidina (IAN) se calcula por la fórmula:

$$IAN = \frac{25 \times (1,2A_s - A_b)}{m}$$

donde:

- A_s es la absorbancia de la solución de grasa después de la reacción con el reactivo p-anisidina (5 Reactivos 5.3);
- A_b es la absorbancia de la solución de grasa, y
- M es la masa en g de la muestra de aceite o grasa.

8 NOTAS

8.1 Precaución

8.1.1 El iso-octano es inflamable y un riesgo de fuego. Sus límites explosivos en aire son 1,1 % a 6%. Es tóxico por ingestión y por inhalación. Se requiere de una campana de humos que esté funcionando correctamente cuando se esté trabajando con este solvente.

8.1.2 El ácido acético, en su estado puro, es moderadamente tóxico por ingestión e inhalación. Es un fuerte irritante y tóxico cuando se absorbe a través de la piel. Su TLV es 0,1 ppm. (TLV= Toxic Limit Value; Límite de Valor Tóxico)

8.1.3 La p-anisidina es un fuerte irritante y tóxico cuando se absorbe a través de la piel. El TLV es 0,1 ppm.

8.2 Notas numeradas

8.2.1 En la presencia de ácido acético, la p-anisidina reacciona con los compuestos aldehídicos en los aceites y grasas. La intensidad del color amarillento de los productos de la reacción formados depende no solamente de la cantidad de compuestos aldehídicos presente pero también de su estructura química. Se ha encontrado que un doble enlace en la cadena de carbonos conjugado con el doble enlace del carbonilo aumenta la absorbencia molar de cuatro a cinco veces. Esto significa que, especialmente, los 2-alquenes y dienes contribuirán substancialmente al valor encontrado.

- 8.2.2 En la mayor parte de los casos el iso-octano puede substituirse por el hexano normal como solvente. Sin embargo, los aceites que contienen cantidades altas de ácidos grasos oxidados no se disolverán completamente en hexano normal. Para esos aceites el iso-octano deberá usarse como solvente. La absorbancia del solvente usado (iso-octano o hexano normal), medida en una celda de 1,00 cm entre 300 nm y 380 nm, debe ser nula o casi nula. El producto comercial puede ser liberado de material absorbente por percolación a través de una columna de vidrio (3 cm - 5 cm de diámetro interno, y 100 cm de largo) rellena con silica gel.
- 8.2.3 La reacción entre la p-anisidina y los aldehídos involucra la formación de agua. De aquí que, la presencia de humedad en cualquiera de los reactivos o en la muestra lleva a una reacción incompleta y, consecuentemente, valores bajos. Ya que el ácido acético glacial es altamente higroscópico, es esencial checar su contenido de humedad por una determinación Kart Fischer. Si el contenido de humedad excede el 0,1 por ciento, el ácido deberá ser descartado.
- 8.2.4 Durante el almacenamiento, la p-anisidina tiende a obscurecerse como resultado de la oxidación. Los cristales de anisidina, los cuales deben de ser de color crema, deberán ser almacenados de 0°C a 4°C en un frasco oscuro. Los cristales no deberán ser expuestos a luz fuerte y deberán ser usados antes de que se observe cualquier cambio de color. Un reactivo con cambio de color puede reducirse y decolorarse en la forma siguiente – Disolver 4,0 g de p-anisidina en 100 ml de agua destilada a 75°C. Agregar 0,2 g de sulfito de sodio y 2,0 g de carbón activado y agitar por 5 min. Filtrar entonces a través de un papel filtro doble. Si el carbón pasa a través del filtro, repetir la filtración. Enfriar la solución filtrada a aproximadamente 0°C, permitir que repose a esta temperatura por al menos 4 horas y preferentemente hasta el día siguiente. Separar por filtración la p-anisidina cristalizada y lavar con una pequeña cantidad de agua destilada a una temperatura aproximada de 0°C. Después de secar en un desecador al vacío, transferir los cristales dentro de un frasco café oscuro. Si se almacena en la oscuridad y a baja temperatura, los cristales obtenidos deberán de no obscurecerse apreciablemente durante un año.

- 8.2.5 Las soluciones de reactivo que tengan una absorbancia mayor de 0,200 cuando se midan en una celda de 1,00 cm a 350 nm contra iso-octano o hexano normal como testigos deberán ser descartadas.

9 PRECISIÓN Y REPETIBILIDAD

Resultados de pruebas realizadas (ver 11 Bibliografía inciso 11.3):

Parámetros	Aceite de nabo crudo		Aceite de palma refinado	
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 1	Muestra 2
No. de laboratorios.	20	20	20	20
Valor medio	2,0	2,0	2,3	2,3
Repetibilidad, CV, %	4,0	5,8	4,8	4,6
Reproducibilidad, CV, %	35	37	30	31

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 NMX-Z-013-1977 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.
- 11.2 Firestone, D., Editor "Official Methods and Recommended Practices of the AOCS"; Fifth Edition; American Oil Chemists' Society"; 1998; Método Cd 18 – 90

- 11.3 FOSFA International Colaborative Study # P15, May, 1986, Document No. 384, ISO/TC34/SC11, Boston MA USA and Oxford, (UK) (1987)
- 11.4 ISO 6885:2006 Animal and vegetable fats and oils – Determination of anisidine value.

12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es equivalente con la norma internacional ISO 6885:2006 Animal and vegetable fats and oils – Determination of anisidine value.

México D.F., a

**DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

MRM/JVG/OMF/LLE.