

NMX-F-068-SCFI-2008

**ALIMENTOS - ACEITES Y GRASAS VEGETALES O
ANIMALES - DETERMINACIÓN DE
MATERIALES POLARES TOTALES EN ACEITES
DE FREIDO USADOS – MÉTODO DE PRUEBA**

**FOODS - VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS -
DETERMINATION OF TOTAL POLAR
MATERIALS IN USED FRYING OILS – 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 Y GRASAS COMESTIBLES, A.C.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES, GRASAS, JABONES Y DETERGENTES, A.C.
- CÁMARA 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
- INDUSTRIAL PATRONA, S.A. DE C.V.
- RAGASA INDUSTRIAS, S.A. DE C.V.
- SIGMA ALIMENTOS, S.A. DE C. V.

**ALIMENTOS - ACEITES Y GRASAS VEGETALES O
ANIMALES - DETERMINACIÓN DE
MATERIALES POLARES TOTALES EN ACEITES
DE FREIDO USADOS – MÉTODO DE PRUEBA**

**FOODS - VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS -
DETERMINATION OF TOTAL POLAR
MATERIALS IN USED FRYING OILS – TEST
METHOD**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el procedimiento para determinar el contenido de materiales polares totales en los aceites de freído usados para la preparación de alimentos y botanas en la industria alimentaria, y en base a este contenido, determinar si el aceite reúne condiciones para seguir siendo usado o descartarse.

2 DEFINICIÓN

Los compuestos polares son todos aquellos componentes que se encuentran en los aceites y grasas y que son determinados por cromatografía de columna de acuerdo a las condiciones especificadas en este método. Los compuestos polares incluyen sustancias tales como monoglicéridos, diglicéridos y ácidos grasos libres y todos aquellos producidos por reacciones químicas durante el proceso de freído de alimentos. Los componentes no polares son básicamente triglicéridos no alterados.

3 APARATOS

3.1 Matraces de fondo redondo de 250 y 500 ml, con cuello esmerilado y tapones esmerilados.

- 3.2 Vasos de precipitado de 100 ml.
- 3.3 Columna de vidrio cromatografica 21 mm de diámetro interno, 450 mm de largo, preferentemente con llave de Teflón y junta de vidrio esmerilado.
- 3.4 Embudo de goteo –250 ml con junta de vidrio esmerilado para conectar a la columna cromatografica.
- 3.5 Embudo de vidrio – aproximadamente de 8 cm de diámetro.
- 3.6 Varilla de vidrio –aproximadamente 60 cm de largo.
- 3.7 Matraz volumétrico de 50 ml.
- 3.8 Pipeta volumétrica de 20 ml.
- 3.9 Pipetas capilares de 2 μ L para cromatografía de capa delgada.
- 3.10 Placas de vidrio para cromatografía de capa delgada – 20 x 20 cm, cubiertas con silica gel (sin indicador de fluorescencia), 0,25 mm de grueso en la capa.
- 3.11 Tanque de vidrio de revelado para cromatografía de capa delgada con tapa de vidrio esmerilado.
- 3.12 Aerosol para cromatografía de capa delgada.
- 3.13 Capsula de porcelana de aproximadamente 20 cm de diámetro.
- 3.14 Estufa regulada a $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- 3.15 Estufa de secado controlable entre 120°C y 160°C
- 3.16 Baño de agua
- 3.17 Desecador que contenga un adecuado desecante tal como silica gel con indicador de humedad (gel azul).
- 3.18 Aparato para eliminación de solvente bajo vacío, por ejemplo evaporador rotativo.

3.19 Máquina de agitación mecánica.

4 REACTIVOS

4.1 Éter de petróleo ligero (punto de ebullición 40°C - 60°C), calidad cromatográfica, redestilado (ver notas, precaución 8.1.1).

4.2 Etanol 95% (v/v)

4.3 Cloroformo puro (ver notas, precaución 8.1.2 y 8.3).

4.4 Éter di etílico libre de peróxidos y residuo (ver notas, precaución 8.1.3)

4.5 Ácido acético 100%, calidad de reactivo analítico (ver notas, precaución 8.1.4).

4.6 Solvente de elusión.– mezcla de éter de petróleo ligero y éter dietílico 87/13, (v/v) (ver notas, 8.4).

4.7 Solvente de revelado.– mezcla de éter ligero de petróleo, éter dietílico y ácido acético, 70/30/2, (v/v/v).

4.8 Silica gel.– tamaño de partícula 0,063 mm - 0,200 mm (malla 70-230), ajustada a un contenido de agua de 5% (m/m), ver notas, 8.3).

4.9 Ácido fosfomolibdico calidad reactiva analítica, 100 g/L solución en etanol.

4.10 Arena marina purificada con ácido y calcinada.

4.11 Filtro de algodón calidad quirúrgica.

4.12 Nitrógeno 99,0 % – 99,8 % pureza.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Preparación de la muestra

5.1.1 Remueva las impurezas visibles por filtración después de homogenizarla. Si existe humedad presente, use un papel filtro hidrofóbico.

5.1.2 Para muestras semilíquidas o sólidas, caliente a una temperatura ligeramente superior al punto de fusión y homogenice cuidadosamente; evite el sobrecalentamiento.

5.2 Preparación de la columna

5.2.1 Llene la columna (Aparatos, 3.3) con aproximadamente 30 ml del solvente de elusión (Reactivos, 4.6). Introduzca una pequeña porción del fieltro de algodón dentro de la parte inferior de la columna con la ayuda de una varilla de vidrio y remueva el aire presionando el algodón.

5.2.2 Prepare en un vaso de precipitado de 100 ml una suspensión de 25 g de silica gel (Reactivos, 4.8) en aproximadamente 80 ml del solvente de elusión y vierta esta suspensión dentro de la columna con la ayuda del embudo (Aparatos, 3.5). Para asegurar una completa transferencia de la silica gel a la columna, enjuague con el solvente de elusión.

5.2.3 Abra la llave de la columna y drene el solvente de elusión dentro de un segundo vaso de precipitado de 100 ml, hasta que el nivel del solvente de elusión esté 10 cm arriba de la silica gel. Nivele la silica gel con ligeros golpes contra la columna.

5.2.4 Agregue aproximadamente 4 g de arena marina con la ayuda del embudo. Drene todo el solvente de elusión que sobrenade hasta alcanzar la capa de arena marina.

5.3 Cromatografía de columna

NOTA: Para la determinación de compuestos polares, solamente la fracción no polar es usada. Sin embargo, si la eficiencia del fraccionamiento se comprueba por cromatografía de capa delgada o por la recuperación de la muestra, tanto las fracciones polares y no polares se requieren.

5.3.1 Pese 2,4 g - 2,6 g \pm 0,001 g de la muestra preparada (Preparación de la muestra 5.1.1) dentro de un matraz volumétrico de 50 ml. Disuelva en aproximadamente 20 ml del solvente de elusión mientras calienta ligeramente. Permita que se enfríe a temperatura ambiente, y llénelo hasta la marca con el solvente de elusión.

5.3.2 Introduzca con una pipeta volumétrica de 20 ml, la solución anterior dentro de la columna preparada como se hace notar en preparación de la columna (5.2.2). Evite alterar la superficie (ver notas, 8.5).

5.3.3 Seque dos matraces de 250 ml en la estufa a una temperatura de $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Permita que se enfríen a temperatura ambiente y péselos exactamente a una exactitud de dentro de 0,001 g. Coloque uno de ellos en la salida de la columna.

5.3.4 Abra la llave de la columna y deje fluir la solución muestra hasta el nivel de la capa de arena (velocidad de flujo de 2,1 ml/min - 2,5 ml/min.).

5.3.5 Haga la elusión de los compuestos no polares con 150 ml del solvente de elusión usando el embudo de goteo. Ajuste el flujo de tal forma que los 150 ml fluyan a través de la columna dentro de un rango de 60 min - 70 min.

5.3.6 Después de completar la elusión, lave cualquier sustancia que se adhiera a la salida de la columna dentro del matraz con 20 ml del solvente de elusión.

5.3.7 Si se requieren los compuestos polares, haga la elusión de ellos en un segundo matraz de 250 ml seco con 150 ml de éter dietílico como se describe en Procedimiento 5.3.5.

5.3.8 Después de que se completa la elusión, se descarta la sílica gel.

5.3.9 Elimine el solvente del matraz o matraces con la ayuda de un evaporador rotativo usando un baño de agua a una temperatura no mayor de 60°C . Evite pérdidas debido a la formación de espuma (ver notas 8.6).

5.3.10 Un poco antes del final de la destilación, introduzca nitrógeno dentro del sistema.

5.3.11 Pese el o los matraces.

6 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El contenido de compuestos polares, en por ciento (m/m), está dado por la fórmula:

$$\frac{m - m_1}{m} \times 100$$

Donde:

m_1 es la masa de la fracción no polar, en g, y
 m es la masa de la muestra contenida en 20 mL de la solución añadida a la columna en g.

7 EVALUACIÓN POR CROMATOGRAFÍA DE CAPA DELGADA DE LA EFICIENCIA DE LA COLUMNA

La eficiencia del fraccionamiento puede ser evaluado por cromatografía de capa delgada (ver notas 6).

7.1 Para la investigación por cromatografía de capa delgada prepare soluciones al 10% de la sustancia en cloroformo y aplique gotas de 2 μ L sobre una placa de cromatografía de capa delgada (Aparatos, 3.10) usando una pipeta capilar (Aparatos, 3.9).

7.2 Recubra el tanque de revelado con papel filtro para lograr saturación. Coloque la placa en el tanque de revelado y lleve a cabo el revelado con el solvente de revelado (Reactivos, 4.7). Normalmente, después de 36 min, el frente del solvente asciende a una altura de aproximadamente 17 cm. Saque la placa y permita que el solvente se evapore.

7.3 Rocíe la placa con la solución de ácido fosfomolibdico (Reactivos, 4.9). Después de la evaporación del etanol, caliente la placa en la estufa de secado a 120°C - 130°C. Como ejemplo vea la Figura 1, que muestra un cromatograma obtenido después de fraccionar una grasa de freído en fracciones individuales.

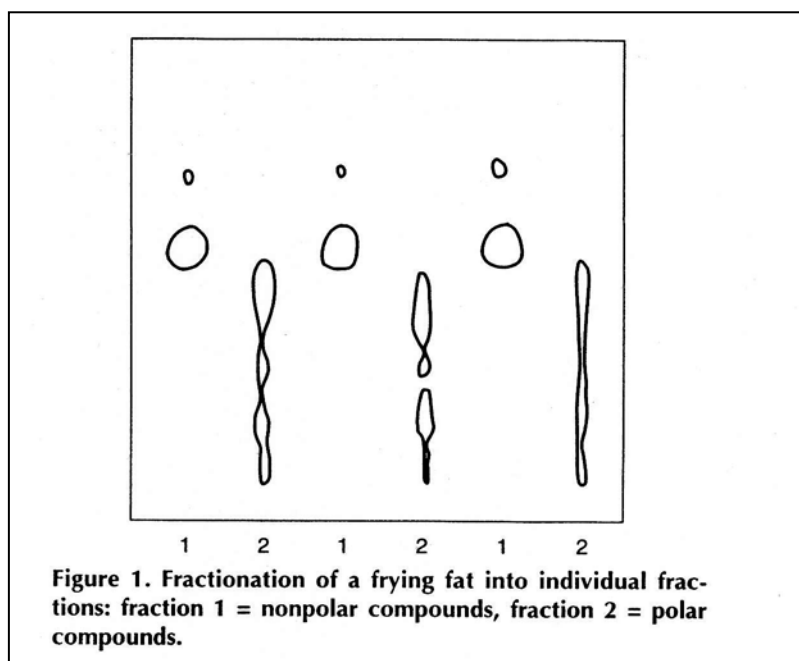
8 NOTAS

8.1 Precaución

8.1.1 El éter de petróleo es extremadamente inflamable. Evite la electricidad estática. Sus límites explosivos en aire son 1 % - 6%. Una campana de humos deberá usarse todo el tiempo, cuando se esté usando éter de petróleo.

8.1.2 El cloroformo es un conocido carcinógeno. Es tóxico por inhalación y tiene propiedades anestésicas. Evite el contacto con la piel. Su prolongada inhalación o ingestión puede causar daño al hígado o a los riñones y puede ser fatal. No es inflamable pero se quemará bajo prolongada exposición a la flama o a alta temperatura. El TLV es 10 ppm en aire. Una campana de humos deberá usarse siempre que se use cloroformo.

8.1.3 El éter di etílico es altamente inflamable y es un severo riesgo de fuego y explosión. Cuando se expone al calor o las flamas. Es un depresor del sistema nervioso central por inhalación y absorción por la piel. Este compuesto formará peróxidos explosivos por exposición a la luz o por permanecer en la misma posición por tiempo prolongado. Maneje los envases vacíos, particularmente aquellos en los cuales se haya evaporado el éter con extrema precaución. Sus límites explosivos en aire son 1,85 % - 48 %. El TLV es de 400 ppm en aire. Una campana de humos deberá de usarse siempre cuando se maneje éter di etílico.



**FIGURA 1. Fraccionamiento de una grasa de freído en fracciones individuales: Fracción 1 = compuestos no polares
Fracción 2 = compuestos polares**

8.1.4 Ácido acético en su estado puro es moderadamente tóxico por ingestión e inhalación. Es un fuerte irritante para la piel y los tejidos. Su TLV en aire es 10 ppm.

8.2 Los compuestos polares incluyen sustancias polares tales como monoglicéridos, diglicéridos, ácidos grasos libres, los cuales están presentes en grasas que no se han usado y también incluyen productos polares de transformación formados durante el freído de alimentos o por el simple calentamiento de la grasa. Los compuestos no polares son, en su mayor parte, triglicéridos sin ninguna alteración química.

8.3 Un solvente alternativo ha sido recomendado para reemplazar al cloroformo. Una fase móvil de éter de petróleo/éter etílico/ácido acético, 80:20:1, v/v/v, ha mostrado que trabaja bien (ver figura 2).

8.4 Si se añade 1% ácido acético a la mezcla 87/13 (vea Reactivos 4.6) se puede aumentar la separación (ver figura 3).

8.5 Coloque la sílica gel en la capsula de porcelana, séquela en una estufa a 160°C por lo menos durante 4 h y enfríe en un desecador a temperatura ambiente. Ajuste la sílica gel a un contenido de humedad de 5%, por ejemplo pese 152 g de sílica gel y 8 g de agua dentro de un matraz de 500 ml. Tape el matraz con un tapón y agite mecánicamente con la ayuda de una máquina agitadora.

8.6 El exceso de mezcla de solvente drenado no deberá usarse para elusión.

8.7 Para grasas que contengan cantidades bajas de compuestos polares, la cantidad de muestra añadido a la columna puede ser aumentado de 1 g a 2 g.

8.8 Si el evaporador rotativo no está disponible, el solvente de elusión puede evaporarse sobre una placa de vapor bajo una corriente de nitrógeno.

8.9 La eficiencia del fraccionamiento puede ser evaluada por el chequeo de la cantidad de muestra recuperada. Para muestras que contengan mayores cantidades de material polar, la recuperación de la muestra puede ser incompleta. Esto es debido a cantidades pequeñas de material altamente polar, generalmente no más del 1 %- 2 %, el cual no se elude bajo las condiciones especificadas.

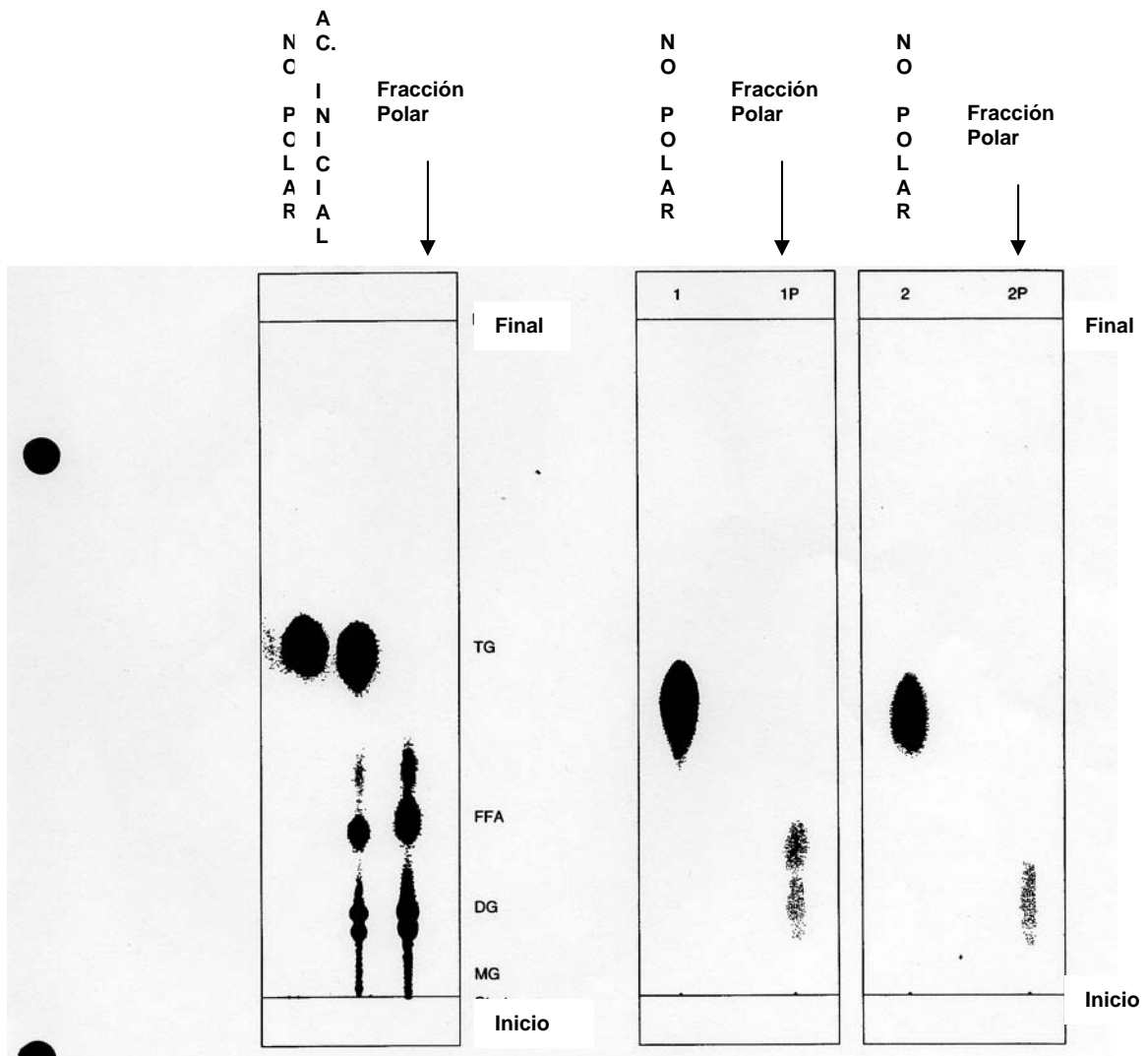


Figura 2

Figura 3

9 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-013-1977 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.

"Official Methods and Recommended Practices of the AOCS" Fifth Edition; 1998; American Oil Chemists' Society Method Cd 20 – 91 "Determination of Polar Compounds in Frying Fats"

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es equivalente con la norma internacional ISO 8420:2002, Animal and vegetable fats and oils- Determination of content of polar compounds.

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**.

México D.F., a

DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS