



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NORMA MEXICANA

NMX-F-152-SCFI-2011

**ALIMENTOS - ACEITES Y GRASAS VEGETALES O
ANIMALES - DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE YODO
POR EL MÉTODO CICLOHEXANO – MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-F-152-SCFI-2005).**

**FOODS-VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS-
DETERMINATION OF IODINE VALUE BY THE CICLOHEXANE-
METHOD- 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.
- FABRICA DE JABON LA CORONA, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL PATRONA, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL ACEITERA, S. A. DE C. V.



ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	DEFINICIONES	2
3	FUNDAMENTO	2
4	EQUIPO Y MATERIALES	2
5	REACTIVOS	3
6	PROCEDIMIENTO	3
7	EXPRESIÓN DE RESULTADOS	5
8	APÉNDICE NORMATIVO	5
9	NOTAS DE PRECAUCIÓN	8
10	VIGENCIA	9
11	BIBLIOGRAFÍA	9
12	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	10



NORMA MEXICANA

NMX-F-152-SCFI-2011

ALIMENTOS - ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES - DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE YODO POR EL MÉTODO CICLOHEXANO – MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-F-152-SCFI-2005).

FOODS-VEGETABLE OR ANIMAL FATS AND OILS- DETERMINATION OF IODINE VALUE BY THE CICLOHEXANE-METHOD- TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

Esta norma mexicana establece el procedimiento para determinar el Índice de Yodo de aceites y grasas vegetales o animales, con base en los últimos avances en la metodología y técnicas analíticas vigentes al momento de incorporarla dentro de las normas mexicanas.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el procedimiento para determinar el Índice de Yodo de aceites y grasas vegetales o animales en valores de 15 a 70 y que no contengan dobles enlaces conjugados (véase 8.1).

2 DEFINICIONES

Para Los efectos de esta norma, se establece la siguiente definición:

2.1 Índice de Yodo:

Es la medida de la insaturación de las grasas y aceites y se expresa en términos del número de centigramos de yodo absorbido por gramo de muestra (% de Yodo absorbido).

3 FUNDAMENTO

Este método se basa en la reacción del monoclóruo de yodo con los ácidos grasos, y en medir la cantidad de yodo que está presente en 2/8 forma libre. En función de este se determina el grado de insaturación del aceite.

4 EQUIPO Y MATERIALES

- 4.1 Matraces para Índices de Yodo de 500 mL con tapón de vidrio.
- 4.2 Matraces volumétricos de 1000 mL con tapón de vidrio, para preparar soluciones estándar.
- 4.3 Pipeta de 25 mL, con divisiones de 1 mL para adicionar exactamente 25,0 mL de solución Wijs.
- 4.4 Pipeta volumétrica de 25 mL, con divisiones de 1 mL para solución al 15 % de Yoduro de potasio (KI).
- 4.5 Pipeta volumétrica de 2 mL, con división de 1 mL. Para solución de almidón.
- 4.6 Pipeta volumétrica de 50 mL, con divisiones de 1 mL, para agua destilada.
- 4.7 Pipeta de realimentación con matraz de llenado, de 20 mL, para ciclohexano.
- 4.8 Balanza analítica con precisión de $\pm 0,0001$ g.
- 4.9 Agitador magnético
- 4.10 Papel filtro Whatman N° 41H, o equivalente.
- 4.11 Vasos de precipitados de 50 mL.
- 4.12 Horno de aire caliente
- 4.13 Reloj o medidor de tiempo (Timer)



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-152-SCFI-2011
3/10

5 REACTIVOS

- 5.1 Solución Wijs-cuidadosamente estandarizada (véase 8.2 y notas de precaución).
- 5.2 Solución de Yoduro de Potasio (KI) al 15 %, preparada disolviendo 15 g de Yoduro de Potasio, grado reactivo (KI) en 100 mL de agua deionizada.
- 5.3 Ciclohexano, grado reactivo,(ver notas de precaución)
- 5.4 Solución de almidón soluble, preparada, recientemente, probada para sensibilidad (véase 8.4). Hacer una pasta con 1 g de almidón natural soluble y una pequeña cantidad de agua destilada fría. Agregue, mientras se agita, a 200 mL de agua destilada en ebullición.
- 5.5 Dicromato de potasio grado reactivo .El Dicromato de Potasio se muele finamente en un mortero y se seca a peso constante en un horno atmosférico a 110 °C, antes de usarse.
- 5.6 Acido clorhídrico grado reactivo concentrado con gravedad específica de 1.19 (ver notas de precaución)
- 5.7 Tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) --0.1M exactamente estandarizado preparado con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ grado reactivo (véase 8.5)

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1 Fundir la muestra de prueba, si no está en estado líquido (la temperatura durante la fusión no debe exceder 10 °C arriba del punto de fusión) y filtrarla a través de 2 piezas de papel filtro, para eliminar cualquier tipo de impureza sólida y cualquier traza de humedad. La filtración puede hacerse en un horno a 80 °C - 85 °C, pero debe completarse dentro de un tiempo de 5 h 30 min. La muestra debe estar completamente seca, así como todo el equipo de vidrio.
- 6.2 Después de la filtración, permita que la muestra filtrada alcance una temperatura de 68 °C - 71 °C, antes de pesar la porción de prueba.
- 6.3 Una vez que la muestra ha alcanzado la temperatura de 68 °C - 71 °C \pm 1 °C, inmediatamente pese la porción de prueba

en un matraz de Índice de Yodo de 500 mL, usando los pesos y exactitud detallados en la siguiente tabla: (véase 8.6)

PESOS DE LA MUESTRA DE PRUEBA

Índice de yodo	Pesos de muestra de prueba		Exactitud del peso
	100 % exceso	150 % exceso	
	g	g	g
< 3	10	10	± 0.001
3	10.576	8.4613	0.005
5	6.346	5.0770	0.0005
10	3.1730	2.5384	0.0002
20	1.5865	1.2720	0.0002
40	0.7935	0.6346	0.0002
60	0.5288	0.4231	0.0002
80	0.3966	0.3173	0.0001
100	0.3173	0.2538	0.0001
120	0.2644	0.2115	0.0001
140	0.2266	0.1813	0.0001
160	0.1983	0.1587	0.0001
180	0.1762	0.1410	0.0001
200	0.1586	0.1269	0.001

- 6.4** Agregar 20 mL de Ciclohexano sobre la muestra y agite para asegurar que la muestra de prueba está completamente disuelta.
- 6.5** Agregar 25 mL de solución Wijs, usando la pipeta de 25 mL, dentro del matraz que contiene la muestra de prueba. Tapar el matraz y agitar para asegurar una mezcla íntima. Inmediatamente ajustar el reloj (Timer) para 1 h o 2 h, dependiendo del Índice de Yodo de la muestra $IY < 150$, 1h, $IY \geq 150$ 2h.
- 6.6** Inmediatamente guarde los matraces en un lugar oscuro, por el tiempo requerido de reacción, a una temperatura de $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ (véase 8.7)
- 6.7** Preparar y conducir al menos una determinación de un blanco con cada grupo simultáneo de prueba, similar en todos aspectos a la porción de prueba.
- 6.8** Sacar los matraces del lugar oscuro y adicionar 20 mL de solución de Yoduro de Potasio, seguida de 100 mL de agua destilada (véase 8.8)

- 6.9** Titular con solución de Tiosulfato 0.1M, adicionándolo gradualmente y con constante y vigorosa agitación (véase notas 11), Continúe la agitación hasta que ya casi el color amarillo desaparezca. Agregar 1 mL - 2 mL de solución de almidón y continúe la titulación hasta que justamente el color azul desaparezca.

7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

$$\text{Índice de Yodo} = \frac{(B - S) \times M \times 12.69}{\text{masa, g de porción de prueba}}$$

Donde:

- B es el volumen de solución tituladora, en mL, del blanco.
S es el volumen de solución tituladora, en mL, de la muestra
M es la Molaridad de la solución del Tiosulfato de Sodio.

8 APÉNDICE NORMATIVO

8.1 Aplicabilidad a aceites con enlaces conjugados.

Cuando el Índice de Yodo se determina en aceites que contienen enlaces conjugados, el resultado no es una medida de la insaturación sino un valor empírico indicativo de la insaturación presente y que puede ser útil para fines comparativos.

8.2 Preparación de solución Wijs

Debido a que la preparación de la Solución Wijs consume tiempo e involucra 2 reactivos químicos tóxicos y peligrosos, esta solución puede ser comprada con un proveedor de reactivos químicos. Las soluciones que pueden ser utilizadas no deben contener tetracloruro de carbono. Todas las soluciones son sensibles a la temperatura, la humedad y la luz. Almacenar la solución Wijs en un lugar oscuro y frío y nunca llevarla a temperaturas arriba de 25 °C - 30 °C.

8.2.1 Preparación de la solución de Wijs.

La solución de Wijs se prepara usando monoclорuro de yodo comercial de la siguiente forma:

8.2.1.1 Solución patrón

Añada $317 \pm 0,1$ g de monoclóruo de yodo a 1 litro de ácido acético glacial y filtre a través de papel filtro Whatman No. 41H o equivalente, dentro de un frasco de vidrio para reactivo limpio y seco. Filtre rápidamente para prevenir contaminación con humedad y almacene en un lugar frío. Descarte la solución si se forma un precipitado.

8.2.1.2 Solución de Wijs

Usando una probeta graduada, vierta $117,0 \pm 0,1$ mL. de la solución patrón en una botella estándar de 5 libras (2,270 Kg) de ácido acético glacial y mezcle bien agitándolo. La relación de Yodo a Cloro de la solución Wijs deberá estar dentro de los límites de $1,10 \pm 0,1$. El procedimiento para determinar esta relación es el siguiente:

8.2.1.2.1 Contenido de yodo (A)

Vierta 150 mL de agua saturada con Cloro en un matraz Erlenmeyer de 500 mL, agregue unas pocas esferas de vidrio y agregue 5 mL de solución de Wijs con una pipeta dentro del matraz que contiene el agua saturada de cloro. Agite, y caliente hasta ebullición. Hierva vigorosamente por 10 minutos, enfríe y agregue 30 mL de ácido sulfúrico al 2 % y 15 mL de solución de yoduro de potasio al 15 %. Mezcle bien e inmediatamente titule con solución 0,1 N de tiosulfato de sodio hasta el punto final usando solución de almidón como indicador.

8.2.1.2.2 Contenido total de halógeno(B)

Vierta 150 mL. de agua destilada recientemente hervida dentro de un matraz Erlenmeyer de 500 mL. limpio y seco. Agregue 15 mL. de solución al 15 % de yoduro de potasio. Con una pipeta agregue 20 mL. de solución de Wijs dentro del matraz y mezcle bien. Titule con solución 0,1 N de tiosulfato de sodio hasta el punto final usando solución de almidón como indicador.

Calculo de la relación de halógeno:

$$\text{Relación de halógeno} = \frac{2A}{3B - 2A}$$



Donde:

- A es el volumen de tiosulfato de sodio 0,1 N en mL; contenido de yodo como mL. de tiosulfato de sodio.
- B es el volumen de tiosulfato de sodio 0,1 N en mL; contenido total de halógeno como mL. de tiosulfato de sodio.

8.3 Solución de almidón al 1 %

La solución de almidón al 1 % puede ser comprada a un proveedor confiable de reactivos químicos. Es recomendable el almidón de papa para Yodometría, porque este almidón produce un azul intenso en presencia del ion Yodo. El "almidón soluble" no se recomienda porque puede no desarrollar un azul intenso consistente cuando algunos almidones solubles interactúan con el ion Yodo. Se recomiendan los siguientes almidones solubles:

Almidón soluble para Yodometría, Fisher S516-100
Almidón soluble de papa Sigma S26-30
Almidón soluble de papa, para Yodometría J.T.Baker 4006-04.

8.4 Ciclohexano

El Ciclohexano debe usarse fresco. Pueden obtenerse resultados erróneos si se usa Ciclohexano viejo. Cuando se usa ciclohexano solo como solvente, los 30 min de tiempo de reacción especificados en las versiones anteriores del método de Wijs, no son suficientes para muestras de prueba que tienen un índice de yodo mayor a 100, especialmente para aceites de pescado.

8.5 Estandarización de solución de tiosulfato de sodio 0.1M

8.5.1 Preparación de solución de tiosulfato de sodio 0.1 M.

Pesar 248 g de Tiosulfato de Sodio y disolver en un litro de agua deionizada en un matraz volumétrico.

8.5.2 Estandarización de solución de tiosulfato de sodio 0.1M

Pesar 0.16 g - 0.22 g de Dicromato de Potasio, finamente molido y secado en un matraz de 500 mL. por diferencia de peso en el frasco de pesado. Disolver en 25 mL. de agua, adicionar 5 mL de ácido clorhídrico concentrado y 20 mL de solución de yoduro de potasio y agite rotando para mezclar. Dejar reposar por

5 min y entonces adicionar 100 mL de agua deionizada. Titular con solución de tiosulfato de sodio y agitar continuamente hasta casi la desaparición del color amarillo. Adicionar 1 mL - 2 mL de indicador de almidón y continuar la titulación. Adicionar la solución de tiosulfato lentamente hasta el momento preciso en que el color azul desaparezca. La concentración de la solución del Tiosulfato es expresada en términos de molaridad.

Molaridad de solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ = $\frac{20.394 \times \text{peso de } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot \text{g}}{\text{Volumen, mL de solución de tiosulfato}}$

- 8.6** El peso de la porción de prueba debe de ser tal que haya un exceso de solución de Wijs de 50 % - 60 % de la cantidad agregada; por ejemplo 100 % - 150 % de la cantidad absorbida.
- 8.7** Si la reacción no se termina dentro de los 3 min después del término, la porción de prueba debe de ser descartada.
- 8.8** La porción de prueba debe de ser titulada dentro de los 30 min del término de la reacción, después de los cuales el análisis no es válido.

9 NOTAS DE PRECAUCIÓN

- 9.1** El Ciclohexano es flamable y un riesgo peligroso de fuego, es moderadamente tóxico por inhalación y por contacto con la piel. El TLV en el aire es de 300 ppm.
- 9.2** La solución Wijs causa severas quemaduras y puede causar daños a los ojos y a los pulmones. El uso de mascarilla es recomendado. La solución Wijs sin tetracloruro de carbono está disponible comercialmente.
- 9.3** El ácido Clorhídrico es un ácido fuerte y puede causar severas quemaduras. Se debe usar ropa protectora cuando se trabaje con este ácido. Es tóxico por ingestión e inhalación y es fuertemente irritante para ojos y piel. Se recomienda el uso de una apropiada mascarilla. Cuando diluya el ácido, siempre adicione el ácido al agua, nunca al revés.



- 9.4** Dicromato de Potasio, es tóxico por ingestión e inhalación. Hay suficiente evidencia en humanos de la cancerogenicidad del cromo (+6), en particular cáncer de pulmón. Es un fuerte agente oxidante y un peligroso riesgo de fuego cuando entra en contacto con químicos orgánicos.

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-152-SCFI-2005 Alimentos para humanos-aceites y grasas vegetales o animales-Determinación del Índice de yodo por el método ciclohexano - ácido acético - Método de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 11 de Junio de 2005.
- 11.3** Hui, Y.H, Editor; "Bailey's Industrial Oil and Fat Products"; John Wiley & Sons, Inc.; 1996.
- 11.4** "Official Methods and Recommended Practices of the AOCS; Sixth Edition; AOCS Press 2009. Method Cd - 1b - 87 "Iodine Value of Fats and Oils Cyclohexane Method"

12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana es parcialmente equivalente a la norma internacional ISO 3961. Entre los puntos de coincidencia se anotan los siguientes:

- El objetivo de ambas normas es la determinación del índice de yodo de aceites y grasas vegetales o animales.
- La definición del índice de yodo es conceptualmente la misma. En la norma mexicana se establece como centigramos de yodo por gramo de muestra y en la Norma ISO como gramos de yodo por 100 g de muestra.
- Los reactivos citados en la Norma ISO son los mismos, con excepción del solvente, que en la norma mexicana es ciclohexano 100 % y en la norma ISO es 50 % ciclohexano 50 % ácido acético.
- El procedimiento, el equipo y los materiales y la expresión de resultados son similares en ambas normas.

Entre los puntos de no coincidencia se anotan los siguientes:

- Las tablas para indicar los pesos de las muestras difieren aunque se establece que deberá haber un 100 % – 150 % de exceso del reactivo de Wijs que se absorberá en la determinación.
- La norma mexicana establece la aplicabilidad de la norma para aceites con un rango de índice de yodo de 15 a 70 aunque en la tabla de pesos indicados para el rango de la determinación se indican los pesos de la muestra hasta un valor máximo de 200. La norma internacional no fija límites.

México, D.F., a

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