



NORMA MEXICANA

NMX-F-589-SCFI-2009

**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O
ANIMALES -
DETERMINACIÓN DEL VALOR DE TBA-MÉTODO DE
PRUEBA**

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



P R E F A C I O

En la elaboración de esta 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 PROTEÍNAS 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
- FÁBRICA DE JABÓN LA CORONA, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL PATRONA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS PROFECO
- RAGASA INDÚSTRIAS, S.A. DE C.V.
- SIGMA ALIMENTOS, S.A. DE C. V.
- UNILEVER DE MÉXICO, S.A. DE C.V.



NORMA MEXICANA

NMX-F-589-SCFI-2009

ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES - DETERMINACIÓN DEL VALOR DE TBA-MÉTODO DE PRUEBA

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

1 OBJETIVO

La presente norma mexicana establece el método de prueba para la determinación del valor de TBA (*valor de ácido tiobarbitúrico*) en los aceites y grasas vegetales o animales.

2 DEFINICIÓN

El valor de TBA se define como el incremento en absorbancia medido a 530 nm debido a la reacción del equivalente de 1 mg de muestra por 1 mL de volumen con el ácido 2 tiobarbitúrico. Los productos de la oxidación secundaria de aceites y grasas reaccionan con el ácido 2 tiobarbitúrico formando productos de condensación a los cuales se mide la absorbancia a 530 nm, la longitud de onda de uno de sus máximos de absorbancia.

3 CAMPO DE APLICACIÓN

Este método de prueba permite la determinación directa del valor del 2-ácido tiobarbitúrico (valor de TBA) en aceites y grasas sin el aislamiento preliminar de los productos de oxidación secundaria. Este estándar es aplicable a aceites y grasas vegetales y animales, ácidos grasos y sus ésteres, ésteres parciales de glicoles y materiales similares (véase Notas, 8.1).

4 APARATOS

La Dirección General de Normas de la Secretaría de Economía aprobó la presente norma, cuya declaratoria de vigencia fue publicada en el Diario Oficial de la Federación el:



- 4.1 Matraz volumétrico de 25 mL.
- 4.2 Matraz volumétrico de 100 mL.
- 4.3 Pipeta de 5 mL;
- 4.4 Tubos de ensayo de 10mm-15 mm de diámetro interno, provistos con tapones de vidrio esmerilado;
- 4.5 Celdas de vidrio de 10 mm, apropiadas para mediciones espectrofotométricas;
- 4.6 Baño con termostato—conservado a $95\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, y
- 4.7 Espectrofotómetro – que permita la lectura a 530 nm con resolución a 0,001 nm.

5 REACTIVOS

- 5.1 1-Butanol Puro—que contenga menos de 0,5% agua (véase 8.2).
- 5.2 2-Acido Tiobarbitúrico – químicamente puro (véase 8.3).
- 5.3 El reactivo TBA se prepara disolviendo 200 mg de 2-ácido tiobarbitúrico en 100 mL de 1-butanol. Deje la cantidad pesada con butanol por toda la noche o use un aparato ultrasónico, filtre o centrifugue la suspensión para remover el residuo insoluble; compense el volumen filtrado a 100 mL con 1-butanol. El reactivo no deberá ser almacenado por más de una semana dentro del refrigerador.

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1 Pese exactamente 50 mg-200 mg de la muestra (véase 8.3) y dentro de un matraz volumétrico de 25 mL (véase 4.1). Disuelva la muestra en un pequeño volumen de 1-butanol y complete el volumen del matraz con 1-butanol.
- 6.2 Transfiera, usando una pipeta (véase 4.3), 5,0 mL de la solución de muestra a un tubo de ensayo seco (véase 4.4); agregue por pipeta (véase 4.3) 5,0 mL de la solución de reactivo (véase 5.3). Tape el tubo de ensayo con un tapón esmerilado de vidrio y mezcle vigorosamente.



- 6.3** Coloque el tubo de ensayo preparado dentro de un baño con control de termostato (véase 4.6) a 95°C.
- 6.4** Después de 120 minutos, remueva el tubo de ensayo del baño con termostato y enfríelo bajo agua corriente por aproximadamente 10 minutos hasta que alcance la temperatura ambiente.
- 6.5** Mida la absorbancia de la solución reactiva en una celda de 10 mm (véase 4.5) a 530 nm (véase 4.7) usando agua destilada en la celda de referencia (véase 8.4).
- 6.6** Prepare un testigo blanco de reactivo al mismo tiempo que la muestra. La lectura de la determinación del blanco deberá no exceder 0,1 en una celda de 10 mm (véase 8.5).

7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Los resultados se calculan como se muestra a continuación:

$$\text{Valor de TBA} = \frac{50 \times (A - B)}{m}$$

Donde:

A es la absorbancia de la solución de prueba
 B es la absorbancia del testigo blanco
 m es la masa de la porción de prueba, g

50 es un factor válido si el volumen del matraz volumétrico es de 25 mL (véase 6.1) y el ancho de la celda de medición es de 10 mm (véase 6.4) (véase 8.5).

8 NOTAS

- 8.1** Este método no es aplicable a concentrados de fosfolípidos y a muestras que contengan carbohidratos o proteínas que pudieran reaccionar ya sea con el reactivo o con las sustancias activas para el TBA. Para el análisis de las muestras mencionadas, la fracción de lípidos deberá ser aislada por extracción antes del



análisis, o las sustancias volátiles activas para el TBA deberán ser aisladas por destilación con vapor.

Bajo las condiciones del método, hidroperóxidos y dioxolanos pueden ser parcialmente descompuestos con formación de sustancias activas para el TBA, y la descomposición se cataliza por trazas de metales pesados. Por otra parte, los antioxidantes pueden reaccionar con algunas sustancias activas para el TBA y por lo tanto pueden reducir el valor de TBA. Algunas sustancias presentes en la muestra podrían reaccionar con el TBA para formar otros complejos coloridos o productos de reacción para los cuales la absorbancia no está a 530 nm. Esto puede ser reconocido por otro tono del color obtenido.

- 8.2** La absorbancia del testigo blanco medida de acuerdo al procedimiento, pero sin la porción de muestra deberá no exceder 0,1. Si se excede, una nueva solución del reactivo deberá ser preparada usando TBA de mayor pureza. En el caso de blancos reactivos mayores de 0,1, el alto valor para el blanco puede ser debido a impurezas en el 1-butanol. Estas impurezas se eliminan reflujando el solvente con 0,1 % TBA por dos horas, y destilando. El agua puede ser eliminada por destilación y desechando la primera fracción que es opalescente.
- 8.3** Las muestras sólidas se funden a no más de 10 °C arriba de su punto de fusión y si no están enteramente claras, se tienen que filtrar. En el caso de mantequilla, se funde a 40 °C y el agua se remueve por filtración con un filtro hidrofílico.
- 8.4** Si la absorbancia está fuera del rango de 0,2-0,8, la determinación se repite con celdas mas adecuadas o con una cantidad más apropiada de muestra.
- 8.5** En el caso de valores bajos del blanco (0,05), la absorbancia de la solución de prueba puede ser medida directamente contra agua destilada.

9 BIBLIOGRAFÍA



- 9.1** NMX-Z-13-1977 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.
- 9.2** Firestone, D., Editor "Official Methods and Recommended Practices of the AOCS"; Fifth Edition; American Oil Chemists' Society"; 1998; Método Cd 19 – 90.
- 9.3** "Standard Methods for the Analysis Oils, Fats and Derivatives", International Union of Pure and Applied Chemistry, 7th Edition, Blackwell Scientific Publications, 1987, IUPAC method 2.531.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

La presente norma mexicana no concuerda con ninguna norma internacional, por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México, D.F. a

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

JMRM/FLLL/JVG/KFS/LLE