

**NMX-K-306-SCFI-2006**

**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES  
– DETERMINACIÓN DE MATERIA INSAPONIFICABLE –  
MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-K-306-1972)**

**FOODS – VEGETABLE AND ANIMAL FATS AND OILS –  
DETERMINATION OF UNSAPONIFIABLE MATTER – 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 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.
- INDUSTRIAL PATRONA, S.A. DE C.V.
- PROCURADURÍA FEDERAL DEL CONSUMIDOR
- RAGASA INDUSTRIAS, S.A. DE C.V.
- SECRETARÍA DE SALUD  
Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios.



SECRETARIA DE  
ECONOMIA

**ALIMENTOS – ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES  
– DETERMINACIÓN DE MATERIA INSAPONIFICABLE –  
MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-K-306-1972)**

**FOODS – VEGETABLE AND ANIMAL FATS AND OILS –  
DETERMINATION OF UNSAPONIFIABLE MATTER – TEST  
METHOD**

**1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta Norma Mexicana establece el procedimiento para determinar materia insaponificable en los aceites y grasas vegetales o animales normales.

Esta Norma Mexicana no es aplicable a grasas y aceites que contengan una cantidad excesiva de materia insaponificable tal como los aceites marinos. Este método no aplica a grasas del tipo y grado para usarse en alimentos para animales.

**2 DEFINICIÓN**

La materia insaponificable incluye aquellas sustancias que se encuentran frecuentemente disueltas en grasas y aceites y las cuales no pueden ser saponificadas por el tratamiento cáustico normal, pero que son solubles en solventes de aceites y grasas. Incluidas en este grupo de compuestos están los alcoholes alifáticos de cadena larga, esteroides, pigmentos e hidrocarburos.

### 3 APARATOS

- 3.1 Cilindro de extracción graduado, con tapón de vidrio esmerilado, capacidad aproximada de 200 mL (ver nota 1);
- 3.2 Matraces Erlenmeyer o matraces de Soxhlet 100 mL a 200 mL de capacidad;
- 3.3 Embudos de separación de 500 mL;
- 3.4 Sifón de vidrio (ver inciso 5.3 y notas, I), y
- 3.5 Material común de laboratorio.

### 4 REACTIVOS

- 4.1 Alcohol etílico al 95% grado reactivo (ver inciso 7.1.1).
- 4.2 Solución acuosa de hidróxido de potasio (KOH) al 50% por peso, preparado por la disolución de 60 g de KOH grado reactivo en 40 mL de agua destilada con enfriamiento (ver inciso 7.1.2);
- 4.3 Éter de petróleo grado reactivo (ver inciso 7.1.3);
- 4.4 Solución de hidróxido de sodio (NaOH), 0,02 N—cuidadosamente estandarizada, y
- 4.5 Solución indicadora de fenolftaleína –1,0% en alcohol etílico al 95%.

### 5 PROCEDIMIENTO

- 5.1 Cuidadosamente pese aproximadamente  $5 \text{ g} \pm 0.1 \text{ mg}$  de muestra bien mezclada dentro de un matraz Erlenmeyer o Soxhlet. Adicione 30 mL de alcohol etílico al 95 % y 5 mL de la solución de KOH al 50 %. Hierva suavemente, pero continuamente, bajo reflujo por 1 h o hasta que la muestra esté totalmente saponificada. Una completa saponificación es esencial.
- 5.2 Transfiera al cilindro de extracción (ver 7.2.1) y lave hasta la marca de 40 mL con alcohol etílico al 95%. Complete la transferencia con agua destilada tibia y fría hasta que el volumen total sea de 80 mL. Lave el matraz con un pequeño volumen (5 mL) de éter de petróleo y añádalos al cilindro. Enfríe el contenido del cilindro a temperatura ambiente (20°C-25°C) y entonces agregue 50 mL de éter de petróleo.

- 5.3 Tape el cilindro con el tapón esmerilado, agite vigorosamente por lo menos 1 min y permita que se asiente hasta que las dos capas formadas estén claras. Use un sifón de vidrio para remover la capa superior tan completamente como sea posible sin incluir nada de la capa inferior (ver inciso 7.2.1)
- 5.4 Las fracciones de éter de petróleo se combinan en un embudo de separación de 500 mL.
- 5.5 Repita la extracción por lo menos 6 veces, usando porciones de 50 mL de éter de petróleo cada vez y agitando vigorosamente en cada extracción (ver inciso 7.2.2).
- 5.6 Lave los extractos combinados en el embudo de separación tres veces, usando porciones de 25 mL de alcohol etílico al 10% en agua destilada, agitando vigorosamente y sacando la capa de alcohol acuoso después de cada extracción. Evite remover parte de la capa de éter de petróleo. Continué el lavado con la solución al 10% de alcohol etílico hasta que la solución de lavado ya no dé un color rosa después de la adición de una gota de solución de fenolftaleína (reactivo 4.5) (ver inciso 7.2.3).
- 5.7 Transfiera el extracto de éter de petróleo a un vaso de precipitado tarado y evapore a sequedad en un baño de agua, usando una corriente de nitrógeno limpio y seco. Después de que todo el solvente se ha evaporado, complete el secado a peso constante en una estufa al vacío a 75°C-80°C y una presión interna de no más de 200 mm de mercurio. Enfríe en un desecador y pese. El resultado de la diferencia entre el peso inicial y el final es el peso del residuo y se le llamará "A".
- 5.8 Después del pesado, agregue el residuo a 50 mL de alcohol al 95% tibio (50°C) en un matraz o vaso de precipitado y que contenga indicador de fenolftaleína y previamente neutralizado al punto final del indicador de fenolftaleína. Titule con NaOH 0,02 N al mismo color final. Corrija el peso del residuo (ver inciso 7.2.3) por su contenido de ácidos grasos libres, usando la siguiente relación:

1 mL de NaOH 0,02 N es equivalente a 0,005 6 g de ácido oleico.

Los gramos de ácidos grasos determinados por esta titulación se les llamará "B" para determinar el % de materia insaponificable (ver inciso 7.2.3). Una corrección corriendo un blanco de testigo deberá ser también determinada.

- 5.9 La corrección para el blanco de testigo se hace corriendo el procedimiento de materia insaponificable sin ninguna cantidad de aceite o grasa. El blanco determinado por este procedimiento se le llamará “C” en la expresión de resultados (ver 6 Expresión de resultados).

## 6 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

$$\% \text{ Materia insaponificable} = \frac{A - (B + C)}{\text{Masa muestra g}} \times 100$$

Donde:

- A es la masa de residuo, g;  
B es la masa de ácidos grasos, g, y  
C es la masa del blanco, g,

## 7 NOTAS

### 7.1 Notas de Precaución

- 7.1.1 El alcohol etílico es inflamable. Use una campana adecuada cuando caliente o evapore este solvente.

- 7.1.2 El hidróxido de potasio (KOH), al igual que todos los álcalis, puede quemar la piel, los ojos y el tracto respiratorio severamente. Use guantes de hule gruesos y careta de protección para protegerse de los álcalis líquidos concentrados. Use un extractor de humos efectivo o mascarera para gases para protegerse el tracto respiratorio contra los polvos o vapores. Trabaje en una campana adecuada de ser ello posible. Cuando trabaje con materiales extremadamente cáusticos tal como el hidróxido de potasio, siempre agregue los gránulos al agua y no al contrario. Los álcalis son extremadamente exotérmicos cuando se mezclan con agua. Tome precauciones para contener la solución cáustica en el caso que el recipiente que la contenga se rompa por el calor extremo generado. Se recomienda usar la solución alcohólica de KOH recientemente preparada.

- 7.1.3 El éter de petróleo es extremadamente inflamable. Evite la electricidad estática. Los límites explosivos el aire son 1-6 %. Una campana adecuada deberá usarse siempre cuando se trabaje con éter de petróleo.
- 7.2 Otras notas
- 7.2.1 Alternativamente al cilindro de extracción, un embudo de separación de 500 mL puede usarse, eliminando la necesidad de usar un sifón de vidrio. Si se usa el embudo de separación, saque la fase acuosa de abajo en otro embudo de separación, reteniendo el extracto de éter de petróleo en el primer embudo. Repita la extracción de la fase acuosa con éter de petróleo como se explica en los puntos 5.2 y 5.3, combinando todos los extractos de éter de petróleo en el primer embudo de separación.
- 7.2.2 Hay algunos casos en los cuales siete extracciones pueden no ser suficientes. Esto se puede juzgar, haciendo otra extracción y separadamente evaporando este extracto como se indica en Procedimiento 5.7. No deberá haber materia insaponificable en este extracto. Si la hubiera, disuelva en un pequeño volumen de éter de petróleo y vuélvalo a agregar a los extractos combinados. Continúe con la extracción hasta que no haya nada de materia insaponificable en el extracto.
- 7.2.3 La corrección por titulación para los ácidos grasos libres y otras impurezas insaponificables extractables (reportadas como ácido oleico) tenderán a aumentar conforme el aceite o grasa sea más crudo. Por ejemplo, las grasas de alta energía usadas para alimento animal, otras grasas para alimentos animales, el "tall oil" y otras grasas de residuos de las refinerías, se espera que den una titulación más alta que las de los aceites puros refinados, blanqueados y deodorizados (RBD).

## 8 BIBLIOGRAFÍA

- 8.1 NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.

- |     |                       |  |
|-----|-----------------------|--|
| 8.2 | NMX-K-306-1972        | Método de prueba para la determinación de materia insaponificable en aceites y grasas vegetales o animales. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 16 de diciembre de 1972. |
| 8.3 | NMX-Z-013/1-1977      | 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.                                |
| 8.4 | Firestone, D. Editor; | “Official and Tentative Methods of the American Oil Chemist's Society”; Method (AOCS) Cc 6a – 40; AOCS Press, 1998   |

## **9 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES**

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

**México D.F., a**

**MIGUEL AGUILAR ROMO**  
**DIRECTOR GENERAL**

**RCG/OMF/DLR.**