
NORMA CUBANA

NC

857: 2012

**ACEITES Y GRASAS ANIMALES Y VEGETALES —
DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE PERÓXIDO — MÉTODO
ÁCIDO ACÉTICO-ISOOCTANO. (MÉTODO DE RUTINA)**

Animal and vegetable fats and oils — Determination peroxide value —
Acetic acid-isoctane method. (Routine method)

ICS: 67.080.01

1. Edición Diciembre 2012
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, La Habana. Cuba.
Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio
Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC 857: 2012

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 16 de Aceites y Grasas en el que participan representantes de las siguientes entidades:
 - Grupo Empresarial de Aceites y Grasas Comestibles
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad
 - Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos
 - Centro Nacional de Higiene de los Alimentos
 - Ministerio de Comercio Interior
 - Alimport (MINCEX)
 - Empresa Comercializadora de Aceites Comestibles
 - Laboratorio CUBACONTROL S.A.
 - Oficina Nacional de Normalización
- Es una adopción idéntica del método de la AOCS Cd-8b-90/2009.
- Sustituye a la NC 85-04:1981 *Aceites y grasas comestibles: Métodos de ensayo*, en lo referido al capítulo 9 "Determinación del peróxido".
- Incluye el Anexo A informativo.

© NC, 2012

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

ACEITES Y GRASAS ANIMALES Y VEGETALES — DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE PERÓXIDO — MÉTODO ÁCIDO ACÉTICO-ISOOCTANO (MÉTODO DE RUTINA)

1 Objeto

Esta norma establece el método ácido acético-isooctano (método de rutina) para la determinación del valor o índice de peróxido en los aceites y grasas animales y vegetales.

2 Definición

Este método determina todas las sustancias en términos de miliequivalentes de peróxido por 1000 g de muestra que oxidan al ioduro de potasio bajo las condiciones del ensayo. Generalmente se asume a las sustancias como peróxidos u otros productos similares de la oxidación de las grasas.

3 Alcance

Aplicable a todas las grasas y aceites normales, incluyendo la margarina. Este método es altamente empírico y cualquier variación del método de ensayo puede conducir a resultados erróneos.

Este método no es aplicable para valores de índice de peróxido ≥ 70 , tampoco debe ser usado con el Método de Oxígeno, Método Oficial AOCS Cd 12-57 ensayo con valores de índice de peróxido ≥ 70 .

4 Aparatos

4.1 Pipetas de 0,5 ml, u otra cristalería volumétrica capaz de dispensar 0,5 ml de solución saturada de ioduro de potasio (KI).

4.2 Frascos erlenmeyer de 250 ml con tapas esmeriladas de vidrio.

4.3 Bureta de 25 o 50 ml, clase A, graduada en divisiones de 0,1 ml

4.4 Cronómetro de laboratorio con alarma.

4.5 Balanza técnica de 500 g de capacidad con sensibilidad de $\pm 0,01$ gramos.

5 Reactivos

5.1 Solución de ácido acético- isooctano – 3:2, v/v, preparada mediante la mezcla de 3 volúmenes de ácido acético glacial grado reactivo (ver Notas, Precaución) con 2 volúmenes de isooctano grado reactivo (ver Notas, Precaución).

5.2 Solución saturada de ioduro de potasio (KI) recién preparada cada vez que se realice el análisis. Se disuelve un exceso de KI en agua destilada recién hervida. Mantenga la solución saturada durante el ensayo, como lo indica la presencia de cristales de KI no disueltos. Guarde la solución en la oscuridad mientras no se use. Compruebe la solución saturada de KI adicionando 2 gotas de solución de almidón a 0,5 ml de solución de KI en 30 ml de la solución ácido acético – isooctano. Si se forma un color azul que requiera más de 1 gota de solución de tiosulfato de sodio 0,1 M para decolorar, descarte la solución de KI y prepare una nueva solución.

5.3 Solución de tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) 0,1M exactamente estandarizada con una solución estandar primario de dicromato de potasio como sigue:

5.3.1 Solución de tiosulfato de sodio 0,1 M preparada disolviendo 24,9 g de tiosulfato de sodio en agua destilada y diluyendo a 1L.

5.3.2 Estándar primario de dicromato de potasio (ver Notas, Precaución). El dicromato de potasio debe estar finamente pulverizado, secado a 105°C durante 2 h y enfriado en desecadora. Pese de 0,16 – 0,22 g de dicromato de potasio dentro de un frasco de 500 ml, por diferencia de pesada a partir del peso del frasco. Disuelva en 25 ml de agua, adicione 5 ml de ácido clorhídrico concentrado (35 – 37 %), 20 ml de solución de ioduro de potasio (solución 15 %, 15 g de KI en 100 ml de agua) y agite para mezclar. Deje reposar durante 5 minutos y entonces adicione 100 ml de agua destilada. Valore con solución de tiosulfato de sodio, agitando constantemente hasta que el color amarillo haya casi desaparecido. Adicione de 1-2 ml de indicador de almidón y continúe la valoración adicionando la solución de tiosulfato lentamente hasta desaparición del color azul. La concentración de la solución de tiosulfato de sodio se expresa en términos de molaridad.

Molaridad de la solución $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{20.394 \text{ X masa en gramos de } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7, \text{ g}}{\text{ml de tiosulfato de sodio}}$

5.4 Solución de tiosulfato de sodio 0,01 M, exactamente estandarizada. Esta solución deberá prepararse tomando con pipeta exactamente 100 ml de tiosulfato de sodio 0,1 M y adicionando dentro de un matraz volumétrico de 1000 ml, y diluir a ese volumen con agua destilada recientemente hervida.

5.5 Solución indicadora de almidón, con sensibilidad comprobada, se prepara haciendo una pasta con 1g de almidón (ver Notas enumeradas, 1) y una pequeña cantidad de agua destilada fría. Adicione agitando 200 ml de agua hirviendo y deje ebulir durante algunos segundos. Inmediatamente retire del calor y enfríe. Para preservar este indicador puede adicionar 1,25 g/l de ácido salicílico. Si se requiere un almacenamiento prolongado, la solución debe refrigerarse a 4- 10 $^\circ\text{C}$. Cuando en el punto final de la valoración la desaparición de color azul deja de ser abrupta se preparará de nuevo la solución. La solución de almidón debe permanecer estable durante 2 – 3 semanas si se conserva en refrigeración.

Prueba de sensibilidad - Coloque 5 ml de solución de almidón en 100 ml de agua y adicione 0,05 ml de solución de KI 0,1M recién preparada y una gota de una solución a 50 ppm de cloro preparada diluyendo 1 ml de una solución comercial al 5% de hipoclorito de sodio (NaOCl) en 1000 ml. El intenso color azul producido debe desaparecer con 0,05 ml de tiosulfato de sodio 0,1 N.

5.6 Lauril sulfato de sodio (SDS) $\geq 98\%$]. Prepare una solución al 10% disolviendo 10g SDS en 100 ml de agua.

6 Procedimiento para aceites y grasas

6.1 Pese 5,00 g \pm 0,05 g de muestra (Tabla 1) en un frasco Erlenmeyer de 250 ml con tapa de vidrio y adicione 50 ml de solución de ácido acético- isoocetano 3:2. Agite con rotación para disolver la muestra. Adicione 0,5 ml de solución saturada de KI usando una pipeta volumétrica adecuada.

6.2 Antes de la valoración deje la solución en reposo exactamente 1 minuto, transcurrido este tiempo agite completa y vigorosamente la solución al menos tres veces e inmediatamente adicione 30 ml de agua destilada.

6.3 Adicione gradualmente y con constante y vigorosa agitación solución de tiosulfato de sodio 0,1 M (Ver Notas enumeradas 2). Continúe la valoración hasta que el color amarillo del iodo haya prácticamente desaparecido. Adicione 0,5 ml del SDS al 10% (Reactivos 6), y adicione alrededor de 0,5 ml de solución de indicador de almidón. Continúe la valoración con agitación constante, especialmente cerca del punto final, para liberar todo el iodo de la capa del solvente. Adicione gota a gota la solución de tiosulfato hasta que el color azul desaparezca (ver Notas enumeradas 3 y 4).

6.4 Realice diariamente una determinación en blanco con los reactivos. La determinación del blanco no debe exceder 0,1 ml de la solución de tiosulfato de sodio 0,1 M.

7 Procedimiento para la margarina

7.1 Funda la muestra calentando con agitación constante sobre una plancha calefactora en baja temperatura, o mediante una estufa a 60 °C – 70 °C. Evite el exceso de calentamiento y particularmente una exposición prolongada de la grasa a temperatura superior a 40 °C.

7.2 Cuando esté completamente fundida, retire la muestra de la plancha o de la estufa y deje reposar a temperatura cálida hasta que la porción acuosa y la mayoría de los sólidos de la leche se hayan asentado en el fondo.

7.3 Decante el aceite a un vaso de precipitados limpio y filtre a través de un papel de filtro Whatman no. 4 (o equivalente). No recaliente para filtrar a menos que sea absolutamente necesario. La muestra debe estar transparente y brillante.

7.4 Proceda directamente como se describe en el procedimiento para aceites y grasas, párrafos Puntos 7.1 – 7.4.

8 Cálculos

$$\text{Índice de Peróxido} = \frac{(S - B) \times M \times 1000}{\text{masa de porción de ensayo, g}}$$

(Miliequivalentes de peróxido/ 1000 g de porción de ensayo)

donde

B: volumen de solución valorante, mL de blanco

S: volumen de solución valorante gastados en la porción de ensayo

M: Molaridad de la solución de tiosulfato de sodio

9 Precisión

Los detalles de los ensayos interlaboratorios aparecen en las Tabla 2-4. Los valores presentados pueden no ser aplicables a otros aceites y grasas presentados en la tabla, y pueden no ser representativos para otras concentraciones de peróxido.

9.1 Repetibilidad. La diferencia entre los resultados de dos ensayos sobre una misma muestra, en el mismo laboratorio bajo las mismas condiciones, no debe exceder el valor de repetibilidad r .

9.2 Reproducibilidad. La diferencia entre los resultados de dos ensayos sobre la misma muestra, bajo las mismas condiciones en diferentes laboratorios, no debe exceder el valor de reproducibilidad R .

10 Notas

Precaución

El isooctano es inflamable. Los límites explosivos en aire son 1,1 – 6,0 %. Es tóxico por ingestión e inhalación. Debe usarse una campana de extracción para manipular este solvente.

El ácido acético en estado puro es moderadamente tóxico por ingestión e inhalación. Es un fuerte irritante de la piel y tejidos. El Valor Límite de Toxicidad (TLV) en el aire es de 10 ppm.

El dicromato de potasio es tóxico por ingestión e inhalación. Existen suficientes evidencias en humanos de carcinogénesis por el cromo (+ 6), en particular, cáncer de pulmón. Este es un fuerte agente oxidante y presenta un riesgo peligroso de incendio cuando está en contacto con solventes y químicos orgánicos.

Notas numeradas

1. Se recomienda “Almidón de papa para iodometría” debido a que este almidón produce un intenso color azul en presencia del ión yoduro. El “Almidón soluble” no se recomienda debido a que no desarrolla un color azul persistente cuando algunos de los almidones solubles interactúan con el ión yoduro. Los siguientes almidones son adecuados: Almidón soluble para iodometría; Almidón soluble de Papa; Almidón soluble de Papa para iodometría.

2. Ocurre una demora de 15 – 30 segundos en la neutralización del indicador de almidón para valores de peróxido ≥ 70 meq/kg; esta demora se debe a la tendencia del isooctano de sobrenadar sobre la superficie de un medio acuoso, lo que aumenta el tiempo necesario para mezclar adecuadamente el disolvente con grandes volúmenes de la solución valorante acuosa y liberar las últimas trazas de yodo.

Basado en los resultados de un estudio colaborativo (Bibliografía [1] y [2]), se recomienda usar la solución valorante 0,1 M para rangos de valores de peróxido (10 – 150) meq/kg. Los resultados erróneos reportados para este método, especialmente a altos valores de peróxido,

parecen estar relacionados con la separación de la capa de isooctano sobre la superficie de la capa acuosa (Bibliografía [3]). La agitación mecánica rápida (e.g., agitador magnético) y / o el uso de un agente tensoactivo como lauril sulfato de sodio (Reactivos 6) son muy recomendados.

3. Si la valoración es menor de 0,5 ml usando 0,1 M de tiosulfato de sodio, repita la determinación usando 0,01 M de tiosulfato de sodio, usando agitación vigorosa y/ o un agente tensoactivo según Notas enumeradas 2. Los analistas podrán usar tiosulfato de sodio 0,001 M si se sigue un protocolo de validación completa.
4. El ensayo debe realizarse bajo luz natural difusa, o con luz artificial protegida de la fuente directa de luz. (Bibliografía [4]).

**Anexo A
(informativo)**

Tabla 1 — Masa de porción de ensayo y exactitud de la pesada

Índice de peróxido esperado (meq/kg)	Masa de la porción de ensayo (g)	Exactitud de la pesada (g)
0 a 12	5,0 a 2,0	± 0,01
12 a 20	2,0 a 1,2	± 0,01
20 a 30	1,2 a 0,8	± 0,01
30 a 50	0,8 a 0,5	± 0,001
50 a 90	0,5 a 0,3	± 0,001

Tabla 2 — Resultados de las pruebas colaborativas internacionales entre 1993 y 1999. (ver Bibliografía [5])

	Aceite de coco	Aceite de lino	Manteca de cerdo	Sebo	Grasa vacuna	Aceite de oliva	Estearina de palma
n	14	15	13	11	11	16	16
Media	1,34	3,11	2,89	14,0	12,2	24,10	9,27
Repetibilidad							
sr	0,07	0,16	0,18	0,79	0,36	0,98	0,73
RSD _r	5,38	5,14	6,34	5,61	2,93	4,08	7,86
r	0,20	0,45	0,51	2,20	1,00	2,75	2,04
Reproducibilidad							
sR	0,35	0,99	0,31	4,07	4,14	3,92	2,43
RSD _R	26,04	31,76	10,65	29,08	33,96	16,26	26,18
R	0,99	2,77	0,86	11,40	11,60	10,98	6,80

Tabla 3 — Ensayo en aceite de oliva

	Aceite de oliva refinado	Aceite de oliva	Aceite de oliva virgen
Valor medio (meq/kg)	13,11	7,66	12,27
Desviación estándar relativa de la repetibilidad (%)	11,53	6,05	6,50
Límite de la repetibilidad, r, (meq/kg)	4,23	1,30	2,23
Desviación estándar relativa de la reproducibilidad (%)	12,48	13,24	13,52
Límite de la reproducibilidad R, (meq/kg)	4,58	2,84	4,65

Tabla 4 — Ensayos en grasa de cerdo, sebo vacuno y grasa vacuna

	Grasa de cerdo	Sebo vacuno	Grasa vacuna
Número de laboratorios	11	11	11
Número de resultados aceptables	11	11	11
Valor Medio, meq/kg	4,9	6,7	5,4
Límite de repetibilidad, r, meq/kg	0,4	1,1	0,5
Límite de Reproducibilidad, R, meq/kg	2,4	5,7	5,8

Bibliografía

- [1] *Brooks, D.D., and D.L. Berner, Isooctane as an Alternative Solvent for Peroxide Value Determination. Study I , poster presentation, AOCS National Meeting, a. Baltimore, MD, April 23, 1990.*
- [2] *Collaborative study results published in INFORM 1:884 (1990).*
- [3] *Brooks, D.D., S.K. Brophy, B. Hayden, and G.R. Goss, Alternative Solvents for Peroxide Value Determination, poster presentation, AOCS National Meeting, Cincinnati, OH, May 10, 1989.*
- [4] *J. Assoc. Off. Anal.Chem. 75 : 507 (1992). The International Standards Organization (ISO) Successfully completed an international collaborative study of this method in 1996. The results are presented in ISO 3960 document N 576 (London, April 1996).*