

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

ISO 660: 2013  
Publicada por la ISO en 2009

---

**ACEITES Y GRASAS DE ORIGEN ANIMAL Y VEGETAL —  
DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE ACIDEZ Y LA ACIDEZ  
(ISO 660: 2009, IDT)**

**Animal and vegetable fats and oils —Determination of acid value and acidity**

---

ICS: 67.200.10

1. Edición      Octubre 2013  
**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](mailto:nc@ncnorma.cu); Sitio  
Web: [www.nc.cubaindustria.cu](http://www.nc.cubaindustria.cu)



Cuban National Bureau of Standards

## NC-ISO 660: 2013

### 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 integrado por representantes de las siguientes entidades:
  - Centro Nacional de Higiene de los Alimentos.
  - Grupo Empresarial de la Industria Alimentaria
  - Empresa Refinadora Santiago "ERASOL".
  - Empresa de Aceites y Grasas Comestibles Habana
  - Empresa de Aceites y Grasas Comestibles Camagüey
  - Empresa Procesadora de Soya.
  - Empresas de Conservas y Vegetales.
  - Empresa Comercializadora de Aceites
  - Centro Nacional de Inspección de la Calidad
  - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimentaria.
  - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos.
  - Ministerio de Salud Pública.
  - Ministerio de Comercio Interior
  - Laboratorio CUBACONTROL S.A.
  - Alimport (MINCEX).
  - Oficina Nacional de Normalización
- Es una adopción idéntica por el método de traducción directa de la Norma Internacional ISO 660: 2009 *Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación del índice de acidez y de la acidez.*
- Sustituye a la NC-ISO 660: 2001 *Aceites y grasas de origen animal y vegetal – Determinación del índice de acidez y de la acidez.*

### © NC, 2013

**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 DE ORIGEN ANIMAL Y VEGETAL — DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE ACIDEZ Y LA ACIDEZ

### 1 Objeto y campo de aplicación

Esta Norma Cubana describe tres métodos (dos titulométricos y uno potenciométrico) para la determinación de la acidez de las grasas y de los aceites de origen animal y vegetal, de aquí en adelante denominadas grasas. La acidez se expresa preferiblemente en forma de índice de acidez, o alternativamente como acidez, calculada de forma convencional.

Esta norma resulta aplicable para las grasas y aceites de origen animal y vegetal tanto crudas como refinadas, los concentrados de ácidos grasos para la fabricación de jabón y los ácidos grasos técnicos. Los métodos no resultan aplicables para ceras.

Debido a que los métodos son completamente inespecíficos, no pueden utilizarse para diferenciar entre ácidos minerales, ácidos grasos libres y otros ácidos orgánicos. Por consiguiente, el índice de acidez incluye también a todos los ácidos minerales que pudieran estar presentes.

### 2 Normas para consulta

Las normas que a continuación se indican son indispensables para la aplicación de esta norma. Para las referencias con fecha, sólo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición de la norma (incluyendo cualquier modificación de ésta).

- NC-ISO 661 *Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Preparación de la muestra para análisis.*
- NC-ISO 3696 *Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y métodos de ensayo.*

### 3 Términos y definiciones

Para los propósitos de este documento, se aplican los siguientes términos y definiciones.

#### 3.1 índice de acidez

Número de miligramos de hidróxido potásico necesarios para neutralizar a los ácidos grasos libres presentes en 1 g de grasa, cuando se determinan conforme al procedimiento descrito en esta norma internacional.

NOTA El índice de acidez se expresa en miligramos por gramo.

#### 3.2 Acidez

Contenido de ácidos grasos libres determinados conforme al procedimiento descrito en esta norma internacional.

NOTA La acidez se expresa en tanto por ciento en masa. Si el resultado de la determinación se expresa como acidez sin más aclaraciones, se entiende, por convención, que es la acidez basada en el contenido de ácido oleico.

#### 4 Principio

La muestra se disuelve en una mezcla de disolventes adecuada y los ácidos presentes se titulan con una disolución en etanol o en metanol de hidróxido sódico o potásico.

Los métodos descritos en los apartados 9.1 y 9.2 son métodos de referencia.

#### 5 Reactivos

**AVISO — Se llama la atención sobre la reglamentación que regula el manejo de sustancias peligrosas. Deben seguirse las medidas de seguridad personal, técnicas y organizativas.**

Salvo indicación en sentido contrario, se utilizan exclusivamente reactivos de grado analítico reconocido.

**5.1 Disolvente A para la mezcla de disolventes (5.3):** etanol, de una fracción en volumen  $\varphi \approx 96\%$ .

Como alternativa, se puede utilizar propano-2-ol, de una fracción en volumen  $\varphi \approx 99\%$ .

**5.2 Disolvente B para la mezcla de disolventes (5.3):** éter dietílico, carente de peróxidos.

Como alternativa, se puede utilizar éter metílico *tert*-butílico, éter de petróleo (de un rango de ebullición de 40 °C a 60 °C) o tolueno.

**AVISO — El éter dietílico es muy inflamable y puede formar peróxidos explosivos. Debe utilizarse con sumo cuidado.**

**5.3 Mezcla de disolventes,** se mezclan volúmenes iguales de los disolventes A y B, (por ejemplo  $\varphi_A = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$  y  $\varphi_B = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ ).

Para las grasas animales o sólidas, se recomienda utilizar una mezcla de disolventes de un volumen de disolvente A (por ejemplo: 25 ml) y tres volúmenes de éter metílico *tert*-butílico o tolueno (por ejemplo: 75 ml).

Justo antes de su uso, se neutraliza por adición de disolución de hidróxido potásico en presencia de 0,3 ml de fenolftaleína por cada 100 ml de mezcla de disolventes.

Para la titulación con una disolución acuosa de KOH, puede utilizarse el disolvente propano-2-ol.

**5.4 Etanol o metanol,** de una fracción en volumen mínima de  $\varphi = 95\%$ .

**5.5 Hidróxido sódico u hidróxido potásico,** disoluciones volumétricas patrón en etanol o metanol, de una concentración  $c(\text{NaOH})$  o  $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  y  $0,5 \text{ mol/l}$ . La concentración se debe comprobar con una disolución volumétrica patrón de HCl.

NOTA La disolución de hidróxido sódico/potásico en etanol/metanol puede reemplazarse por una disolución acuosa de hidróxido sódico/potásico, pero solamente si el volumen de agua introducida no causa una separación de fases.

**5.6 Fenolftaleína,** disolución en etanol, de una concentración en masa  $\rho = 1 \text{ g}/100 \text{ ml}$ .

**5.7 Timolftaleína**, disolución en etanol, de una concentración en masa  $\rho = 2 \text{ g/100 ml}$ .

**5.8 Azul álcali 6B**, disolución en etanol, de una concentración en masa  $\rho = 2 \text{ g/100 ml}$ .

Para las grasas de color oscuro, se debe utilizar **azul álcali** o **timolftaleína**.

**5.9 Agua**, que cumpla los requisitos de grado 3 conforme a la Norma ISO 3696.

## 6 Aparatos

Los aparatos habituales de laboratorio, y en particular, los siguientes:

**6.1 Bureta**, de 10 ml de capacidad, graduada en divisiones de 0,02 ml, de clase A conforme a la Norma ISO 385<sup>[1]</sup>.

**6.2 Bureta**, de 25 ml de capacidad, graduada en divisiones de 0,05 ml, de clase A conforme a la Norma ISO 385<sup>[1]</sup>.

**6.3 Balanza analítica**, capaz de proporcionar lecturas con una precisión de 0,001 g.

**6.4 Aparato de titulación automática** (basado en un electrodo potenciométrico), o un potenciómetro.

**6.5 Electrodo de pH combinado**, para titulaciones ácido/base no acuosas.

**6.6 Matraces aforados graduados**, de 1 000 ml de capacidad, de clase A conforme a la Norma ISO 1042<sup>[2]</sup>.

## 7 Toma de muestras

Debería haberse enviado al laboratorio una muestra representativa que no debería haber sufrido daño o transformación durante el transporte o el almacenamiento.

La toma de muestras no es parte del método descrito en esta norma nacional. En la Norma ISO 5555<sup>[3]</sup> se expone un método de toma de muestras recomendado.

## 8 Preparación de la muestra para análisis

La muestra para análisis se prepara conforme a la Norma NC-ISO 661, con la salvedad de que si la muestra contiene ácidos grasos volátiles, la muestra para análisis no debe calentarse ni filtrarse.

## 9 Procedimiento

### 9.1 Método de disolvente en frío con indicador (Método de referencia)

**9.1.1** Dependiendo del valor esperado de índice de acidez, se escoge la masa de porción para análisis y la concentración de álcali, a partir de la información de la tabla 1.

**9.1.2** Conforme a la Tabla 1, se pesa la porción para análisis en un matraz erlenmeyer de 250 ml.

**9.1.3** Se añaden entre 50 ml y 100 ml de la mezcla de disolventes neutralizada (5.3) y se disuelve la porción para análisis, calentando suavemente en caso necesario.

Para las muestras de altos puntos de fusión, se utiliza una mezcla de etanol-tolueno.

**9.1.4** Tras la adición de un indicador (5.6, 5.7 ó 5.8), se titula bajo agitación constante utilizando una disolución patrón de hidróxido potásico (5.5). El punto de equivalencia de la titulación se alcanza cuando la adición de una sola gota de álcali produce un cambio de color ligero pero inequívoco que permanece durante 15 s como mínimo.

**Tabla 1 — Masas de las porciones para análisis y concentraciones de álcali**

Grupo de producto (ejemplos)	Índice de acidez aproximado	Masa de las porciones para análisis g	Concentración de KOH mol/l	Exactitud de la pesada de la porción para análisis g
Aceites vegetales refinados	de 0 a 1	20	0,1	0,05
Grasas animales				
Aceites vegetales crudos	de 1 a 4	10	0,1	0,02
Grasas animales de grado técnico	de 4 a 15	2,5	0,1	0,01
Concentrados de ácidos grasos para jabones	de 15 a 75	0,5	0,1	0,001
		3,0	0,5	
Ácidos grasos técnicos	> 75	0,2	0,1	0,001
		1,0	0,5	

## **9.2 Método de disolvente en frío con titulación potenciométrica (Método de referencia)**

**9.2.1** Se pesa la porción para análisis utilizando la información de la tabla 1 en un vaso de precipitados de 150 ml.

**9.2.2** Se añaden entre 50 ml y 100 ml de la mezcla de disolventes neutralizada (5.3) y se disuelve la muestra, calentando suavemente en caso necesario. Para las muestras de altos puntos de fusión, se utiliza una mezcla de etanol-tolueno.

**9.2.3** Se introduce el electrodo combinado en la mezcla de disolventes y se conecta al aparato de titulación automática.

**9.2.4** Se pone en marcha el agitador durante 30 s como mínimo y a continuación se titula con agitación constante utilizando una disolución patrón de hidróxido potásico (5.5).

**9.2.5** Se registra la cantidad de disolución patrón utilizada tan pronto se haya alcanzado el punto de equivalencia.

### 9.3 Método de etanol en caliente con indicador

**9.3.1** Bajo las condiciones descritas en este método, los ácidos grasos de cadena corta, en el caso de estar presentes son volátiles.

**9.3.2** Se pesa dentro de un matraz una cantidad suficiente de muestra para análisis, como se indica en la tabla 1, en base al color y al índice de acidez esperado.

**9.3.3** En un segundo matraz se calientan hasta ebullición 50 ml de etanol con 0,5 ml de indicador de fenolftaleína. Mientras la temperatura del etanol se mantiene aún por encima de los 70 °C, se neutraliza cuidadosamente con una disolución de 0,1 mol/l de hidróxido sódico o potásico.

El punto de equivalencia de la titulación se alcanza cuando la adición de una sola gota de álcali produce un cambio de color ligero pero inequívoco durante un mínimo de 15 s.

Puede ser necesario utilizar volúmenes mayores de etanol e indicador para las grasas de color oscuro. Además, se debe utilizar azul álcali o timolftaleína con las grasas de color oscuro.

**9.3.4** Se añade el etanol neutralizado a la porción para análisis del primer matraz y se mezcla exhaustivamente. Se lleva su contenido a ebullición y se titula con la disolución de hidróxido sódico o potásico, agitando enérgicamente el contenido del matraz durante la titulación.

## 10 Cálculos

El índice de acidez,  $W_{AV}$ , o el contenido de ácidos grasos libres,  $W_{FFA}$ , se expresan de la siguiente forma:

- con dos cifras decimales para valores comprendidos entre 0 y 1, inclusive;
- con una cifra decimal para valores comprendidos entre 1 y 100, inclusive;
- en números enteros para valores > 100.

Además de los siguientes cálculos, el contenido aproximado de ácidos grasos libres (acidez), se calcula mediante:

$$W_{FFA} = 0,5 \times W_{AV}$$

### 10.1 Índices de acidez

El índice de acidez,  $W_{AV}$ , expresado como fracción en masa, es igual a:

$$W_{AV} = \frac{56,1 \times cV}{m}$$

Donde:

**V** es el volumen de la disolución volumétrica patrón de hidróxido sódico o hidróxido potásico utilizada, en mililitros;

**C** es la concentración exacta de disolución volumétrica patrón de hidróxido sódico o hidróxido potásico utilizada, en moles por litro;

**m** es la masa de la porción para análisis, en gramos.

### 10.2 Acidez o contenido de ácidos grasos libres

La acidez o el contenido de ácidos grasos libres,  $W_{FFA}$ , expresado como tanto por ciento de la fracción en masa, y conforme al tipo de grasa (véase la tabla 2), es igual a:

$$w_{FFA} = \frac{V \cdot C \cdot M \times 100}{1\,000 \times m}$$

Donde:

**V** es el volumen de la disolución volumétrica patrón de hidróxido sódico o potásico utilizada, en mililitros;

**C** es la concentración exacta de la disolución volumétrica patrón de hidróxido sódico o potásico utilizada, en mol es por litro;

**M** es la masa molar del ácido escogido para la expresión de los resultados (véase la tabla 2), conforme al tipo de grasa, en gramos por mol;

**m** es la masa de la porción para análisis, en gramos.

**Tabla 2 — Selección del ácido graso para la expresión de la acidez**

Tipo de grasa	Expresada como	Masa molar g/mol
Aceite de coco Aceite de semillas de palma y aceites similares	Ácido láurico	200
Aceite de palma	Ácido palmítico	256
Aceites procedentes de algunas <i>Cruciferae</i> <sup>a</sup>	Ácido erúcico	338
Todo el resto de grasas	Ácido oleico	282

<sup>a</sup> Para el aceite de colza con un contenido máximo de ácido erúcico del 5%, la acidez se debe expresar como ácido oleico.  
NOTA Si los resultados se expresan simplemente como "acidez" sin una definición más detallada, se expresa, por convención, como ácido oleico.  
Si la muestra contiene ácidos minerales, se determinan, por convención, como ácidos grasos.

## 11 Precisión

Los detalles de los análisis interlaboratorios se resumen en el anexo A. Los valores obtenidos a partir de dichos análisis pueden no resultar aplicables a rangos de concentraciones y matrices diferentes de las indicadas.

### 11.1 Repetibilidad

La diferencia absoluta entre los resultados de dos análisis individuales independientes, obtenidos mediante la aplicación del mismo método sobre un material para análisis idéntico y realizados dentro de un corto intervalo de tiempo en el mismo laboratorio, por el mismo analista, y utilizando los mismos equipos, no debe ser superior en más de un 5% de los casos a los valores indicados en las tablas A.1 a A.3.

### 11.2 Reproducibilidad

La diferencia absoluta entre los resultados de dos análisis individuales obtenidos mediante la aplicación del mismo método sobre un material para análisis idéntico, realizado en laboratorios diferentes por analistas distintos que utilizan equipos diferentes, no debe ser superior en más de un 5% de los casos a los valores indicados en las tablas A.1 a A.3.

## 12 Informe del análisis

El informe del análisis debe contener como mínimo la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- b) una referencia a esta norma internacional;
- c) el resultado obtenido, indicando claramente el método de expresión utilizado;
- d) todas las condiciones experimentales no descritas en esta norma internacional, o consideradas opcionales.

**Anexo A**  
(informativo)

**RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS INTERLABORATORIOS**

La precisión del método consiste en el resultado de los estudios interlaboratorios realizados a nivel internacional. Los resultados se muestran en la tabla A.1 para los métodos de referencia de los apartados 9.1 y 9.2 y en las tablas A.2 y A.3 para el método de etanol en caliente (9.3).

Una serie de análisis interlaboratorios, realizados por un diferente número de laboratorios aplicando los métodos descritos en los apartados 9.1 a 9.3, ofreció los resultados estadísticos [evaluados conforme a la Normas ISO 5725:1986<sup>[4]</sup> e ISO 5725 (todas sus partes) <sup>[5]</sup>] que se muestran en las tablas A.1 a A.3.

**Tabla A.1 — Resumen de los resultados estadísticos** (índice de acidez, expresado como mg KOH/g de grasa)

Muestra	Aceite de colza refinado	Sebo	Aceite crudo de semillas de girasol	Aceite de oliva virgen lampante	Aceite de germen de trigo prensado en frío	Ácidos grasos técnicos
Número de laboratorios participantes, $N$	26	26	26	26	26	26
Número de laboratorios conservados tras eliminar a los discrepantes, $n$	25	24	26	24	23	24
Número de resultados de análisis individuales entre todos los laboratorios sobre cada muestra, $n_x$	50	48	52	48	46	48
Valor medio, $\bar{w}_{AV}$ , mg/g <sup>a</sup>	0,080	0,381	1,39	5,48	7,48	128,1
Desviación estándar de la repetibilidad, $s_r$ , mg/g <sup>a</sup>	0,003	0,006	0,04	0,07	0,08	0,6
Coefficiente de variación de la repetibilidad, $CV(r)$ , %	3,6	1,7	2,6	1,2	1,1	0,4
Límite de la repetibilidad, $r$ ( $s_r \times 2,8$ ), mg/g <sup>a</sup>	0,008	0,018	0,10	0,19	0,23	1,6
Desviación estándar de la reproducibilidad, $s_R$ , mg/g <sup>a</sup>	0,018	0,019	0,05	0,15	0,40	2,6
Coefficiente de variación de la reproducibilidad, $CV(R)$ , %	22,2	5,0	3,6	2,7	5,3	2,1
Límite de la reproducibilidad, $R$ ( $s_R \times 2,8$ ), mg/g <sup>a</sup>	0,049	0,053	0,14	0,41	1,12	7,4

<sup>a</sup> Los datos de precisión para la acidez, en forma de tanto por ciento de ácidos grasos libres, se puede calcular dividiendo los correspondientes valores de índice de acidez entre 1,99.

**Tabla A.2 — Resumen de los resultados estadísticos** (acidez, expresada como tanto por ciento de la fracción en masa)

Muestra	Aceite de oliva virgen extra	Aceite de oliva virgen lampante		Aceite de oliva	Aceite de semillas de girasol	Aceite de coco
Número de laboratorios participantes, $N$	39	28	28	37	23	25
Número de laboratorios conservados tras eliminar a los discrepantes, $n$	37	26	24	37	22	25
Número de resultados de análisis individuales entre todos los laboratorios sobre cada muestra, $n_i$	74	52	48	74	44	50
Valor medio, $w_{FFA}$ , % de la fracción en masa	0,343	3,80	19,55	0,604	0,830	1,49
Desviación estándar de la repetibilidad, $s_r$ , %	0,007	0,03	0,09	0,012	0,009	0,009
Coefficiente de variación de la repetibilidad, $CV(r)$ , %	1,9	0,8	0,5	1,9	1,1	0,6
Límite de la repetibilidad, $r (s_r \times 2,8)$ , %	0,018	0,07	0,26	0,033	0,025	0,025
Desviación estándar de la reproducibilidad, $s_R$ , %	0,019	0,12	0,60	0,035	0,027	0,027
Coefficiente de variación de la reproducibilidad, $CV(R)$ , %	5,5	3,2	3,1	5,8	3,3	1,8
Límite de la reproducibilidad, $R (s_R \times 2,8)$ , %	0,053	0,33	1,67	0,098	0,075	0,075

**Tabla A.3 — Resumen de los resultados estadísticos** (acidez, expresada como tanto por ciento de la fracción en masa)

Muestra	Aceite de palma		Grasa procedente de semillas de palma		
Número de laboratorios participantes, $N$	12	27	41	41	23
Número de laboratorios conservados tras eliminar a los discrepantes, $n$	10	27	39	40	22
Número de resultados de análisis individuales entre todos los laboratorios sobre cada muestra, $n_i$	20	54	78	80	44
Valor medio, $w_{FFA}$ , % de la fracción en masa	3,11	4,09	6,46	1,72	7,26
Desviación estándar de la repetibilidad, $s_r$ , %	0,01	0,021	0,03	0,02	0,03
Coefficiente de variación de la repetibilidad, $CV(r)$ , %	0,4	0,5	0,4	0,1	0,3
Límite de la repetibilidad, $r (s_r \times 2,8)$ , %	0,03	0,06	0,07	0,06	0,07
Desviación estándar de la reproducibilidad, $s_R$ , %	0,161	0,064	0,082	0,07	0,085
Coefficiente de variación de la reproducibilidad, $CV(R)$ , %	5,2	1,6	1,3	4,1	1,2
Límite de la reproducibilidad, $R (s_R \times 2,8)$ , %	0,45	0,18	0,23	0,20	0,24

**Bibliografia**

- [1] ISO 385, *Laboratory glassware. Burettes.*
- [2] ISO 1042, *Laboratory glassware. One-mark volumetric flasks.*
- [3] ISO 5555, *Animal and vegetable fats and oils. Sampling.*
- [4] ISO 5725:1986, *Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.*
- [5] ISO 5725 (all parts), *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.*
- [6] IUPAC method 2.201, *Determination of the acid value (A.V.) and the acidity.*