
NORMA CUBANA

NC

ISO 3657: 2015
(Publicada por la ISO en 2013)

**ACEITES Y GRASAS DE ORIGEN ANIMAL Y VEGETAL —
DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN
(ISO 3657:2013, IDT)**

Animal and vegetable fats and oils — Determination of saponification value

ICS: 67.200.10

2. Edición Marzo 2015
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

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Órgano 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:

- Laboratorio 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 3657: 2013, *Animal and vegetable fats and oils. Determination of saponification value.*
- Sustituye a la NC-ISO 3657: 2003, Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación del índice de saponificación.
- Incluye los anexos A y B de carácter informativo.

© NC, 2015

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 SAPONIFICACIÓN

1 Objeto

Esta Norma Cubana especifica procedimientos para la determinación del índice de saponificación de aceites o grasas de origen animal o vegetal. El índice de saponificación da una medida de los ácidos libres y esterificados presentes en las grasas y ácidos grasos.

Este método es aplicable a grasas animales y aceites crudos y refinados vegetales. Si están presentes ácidos minerales los valores dados por este método no pueden ser interpretados de forma separada.

El índice de saponificación además puede ser calculado a partir de los datos obtenidos por cromatografía gas líquido de acuerdo al Anexo B. Para este cálculo es necesario estar seguro de que la muestra no contenga más impurezas, o esté térmicamente degradada.

2 Referencias normativas

NC-ISO 661, Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Preparación de la muestra de ensayo.

3 Términos y definiciones

3.1 Índice de saponificación

miligramos de hidróxido de potasio requeridos para la saponificación de 1 gramo de muestra analizada.

Nota 1: El Índice de saponificación es una cantidad adimensional. Su abreviatura es I_s .

4 Principio

La muestra se saponifica mediante ebullición bajo reflujo con un exceso de disolución de hidróxido potásico en etanol y luego se valora con solución estándar de ácido clorhídrico.

5 Reactivos

Se utilizan solamente reactivos de grado analítico, y agua destilada o desmineralizada, o de pureza equivalente.

5.1 Etanol, fracción de volumen $\varphi = 95 \%$.

5.2 Solución valorada de hidróxido de potasio, c [KOH] = 0,5 mol / l en etanol. Esta solución puede estar coloreada tenuemente de amarillo. Una solución estable incolora puede ser preparada de acuerdo a uno de los siguientes procedimientos:

- a) Se refluja por una hora una mezcla de 8 g de hidróxido de potasio y 5 g de aluminio en pellets dispersos en 1 L de etanol al 95 % (5.1). Se disuelven alrededor de 35 g de hidróxido de potasio en el destilado y se deja en reposo por algunos días para luego

decantar el líquido sobrenadante claro, separándolo del precipitado de carbonato de potasio, por trasvase hacia un frasco de cristal ámbar con tapa.

- b) Se adicionan 4 g de tert-butolato de aluminio a 1 L de etanol y se deja la muestra en reposo por algunos días. Se decanta el líquido sobrenadante y se disuelve en la cantidad requerida de hidróxido de potasio. Se deja en reposo por algunos días y luego se decanta el líquido sobrenadante claro del precipitado de carbonato de potasio, trasvasándolo hacia un frasco de cristal ámbar con tapa.

5.3 Solución valorada de ácido clorhídrico, c [HCl] = 0,5 mol / l.

5.4 Solución de fenolftaleína, ρ = 0,1g / 100 ml en etanol al 95 % (5.1).

5.5 Solución de azul alcalino 6B, ρ = 2,5g / 100 ml en etanol al 95 % (5.1).

5.6 Ebulidores

6 Utensilios y equipos

Se utilizan los equipos usuales del laboratorio, en particular los siguientes:

6.1 Frascos cónicos, de 250 ml de capacidad, con cuello y de vidrio resistente.

6.2 Condensadores de reflujo, con conexión de vidrio para fijar a frascos cónicos (6.1).

6.3 Dispositivos de calentamiento, (ejemplo, baño de maría, plancha eléctrica u otros equipos eléctricos). Un calentador por llama no es apropiado.

6.4 Bureta, con capacidad de 50 ml, graduada en divisiones de 0,1 ml, o bureta automática.

6.5 Pipeta, con capacidad de 25 ml, o pipeta automática.

6.6 Balanza analítica, repetibilidad de 0,0001 g y precisión de pesada de 0,001 g.

7 Toma de muestra

Se debe consultar la Norma NC 1058. Es importante que el laboratorio reciba una muestra representativa, que no esté dañada o cambiada durante el transporte o almacenamiento.

8 Preparación de la muestra para análisis

La muestra para análisis se prepara de acuerdo con la Norma NC-ISO 661.

La muestra debe estar cuidadosamente mezclada y filtrada si algunas impurezas visibles están presentes; si es necesario filtrar, refiérase en el informe del análisis.

9 Procedimiento

9.1 Porción para análisis

En un frasco cónico (6.1) se pesan aproximadamente 2 g de la muestra para análisis con una precisión de ± 5 mg (Capítulo 8).

La porción para análisis de 2 g ha sido determinada sobre la base de los valores de saponificación, desde 170 hasta 200. Para otros valores de saponificación, la masa debe ser modificada de acuerdo a la media requerida de solución etanólica de hidróxido de potasio que es neutralizada. En la Tabla 1 se reportan los valores recomendados de porciones de muestra para análisis.

Tabla 1 – Masas de porción de muestra para análisis

Valor de saponificación esperado	Masa de porción de muestra
150 hasta 200	2,2 hasta 1,8 g
200 hasta 250	1,7 hasta 1,4 g
250 hasta 300	1,3 hasta 1,2 g
> 300	1,1 hasta 1,0 g

9.2 Determinación

9.2.1 Mediante el empleo de una pipeta (6.5), se adicionan a la porción para análisis 25,0 ml de solución valorada de hidróxido de potasio (5.2) y algunos ebulidores (5.6). Se conecta el condensador de reflujo (6.2) al frasco, se coloca sobre el dispositivo de calentamiento (6.3) y se somete a ebullición suave, agitando de vez en cuando, por 60 minutos o por 2 h en el caso de aceites y grasas de alto punto de fusión, difíciles de saponificar.

9.2.2 Se adiciona a la solución caliente, 0,5 ml de solución de fenolftaleína (5.4) y se valora con la solución estándar volumétrica de ácido clorhídrico (5.3) hasta que el color rosa del indicador desaparezca justamente. Si la solución está fuertemente coloreada, se adicionan 0,5 ml de la solución azul alcalina 6 B (5.4).

9.3 Análisis en blanco

Se lleva a cabo un análisis en blanco siguiendo el procedimiento descrito en el apartado 9.2 utilizando para ello otros 25,0 ml de la solución etanólica de hidróxido de potasio (5.2) pero omitiendo la porción para análisis.

10 Expresión de los resultados

El índice de saponificación I_s está dado por la siguiente ecuación:

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

donde:

V_0 es el volumen, en mL, de la solución estándar volumétrica de ácido clorhídrico (5.3) consumidos en el ensayo en blanco.

V_1 es el volumen, en mL, de la solución estándar volumétrica de ácido clorhídrico (5.3) consumidos en el ensayo de la muestra.

c es la concentración, en moles por litro, de la solución estándar volumétrica de ácido clorhídrico (5.3).

m es el peso, en g, de la porción de muestra (9.1).

Se promedian los resultados de dos determinaciones que cumplan con los requisitos de repetibilidad (Capítulo 11).

11 Precisión

11.1 Resultados de estudios interlaboratorios

Se llevó a cabo un estudio interlaboratorios a nivel internacional en el año 2000 por DIN, en el cual participaron 22 laboratorios, realizando dos determinaciones por muestra evaluada, dando los resultados estadísticos (evaluados de acuerdo con las Normas ISO 5725-1^[2] y 5725-2)^[3] mostrados en la Tabla A.1.

11.2 Repetibilidad

Es la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo independientes, obtenidos utilizando el mismo método, en idénticas muestras, en el mismo laboratorio, por el mismo operador, usando los mismos equipos, dentro de un intervalo corto de tiempo y donde no más del 5 % de los casos es mayor que el límite de repetibilidad r dado en la Tabla A.1.

11.3 Reproducibilidad

Es la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo independientes, obtenidos utilizando el mismo método, en idénticas muestras, en diferentes laboratorios, con diferentes operadores, usando diferentes equipos y donde no más del 5 % de los casos es mayor que el límite de reproducibilidad R dado en la Tabla A.1.

12 Informe de análisis

El informe del análisis deberá especificar al menos la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- b) el método de toma de muestras utilizado, si se conoce;
- c) el método de filtración de las muestras si fue necesario;

- d) el método de análisis utilizado, con referencia a esta Norma nacional;
- e) una declaración del indicador que fue empleado (5.4 ó 5.5);
- f) todos los detalles experimentales no especificados en esta Norma Cubana, o considerados como opcionales, junto con los detalles de cualquier incidente que pueda haber influido en el(los) resultado(s);
- g) el(los) resultado(s) obtenido(s), o si se comprobó la repetibilidad y el resultado final obtenido.

Anexo A
(Informativo)

Se llevó a cabo un estudio interlaboratorio a nivel internacional, en el cual participaron 22 laboratorios, en ocho países con cinco muestras analizadas.

A: Aceite de coco, B: Aceite de palma, C: Aceite de colza, D: Aceite de triglicéridos de cadena media (TCM), E: mezcla en volumen de 60 % A y 40 % D.

El ensayo fue organizado por DIN en el año 2000 y los resultados estadísticos (estimados de acuerdo con la Norma ISO 5725-2)^[3] se muestran en la Tabla A.1.

Tabla A.1— Resumen de los resultados estadísticos

Parámetros	Aceite de colza	Aceite de palma	Aceite de coco	60 % A y 40 % D	Aceite TCM
Laboratorios participantes (N)	22	22	22	22	20
Número de laboratorios participantes luego de eliminar los fuera de rango (n)	19	17	20	18	16
Número de resultados de pruebas individuales de todos los laboratorios sobre cada muestra (z)	38	34	40	36	32
Valor medio (Prom. \bar{I}_s)	190,2	199,5	256,8	287,5	334,1
Repetibilidad de la desviación estándar (S_r)	0,7	0,6	0,7	0,7	1,4
Repetibilidad del coeficiente de variación ($C_{V,r}$), %	0,4	0,3	0,3	0,2	0,4
Límite de Repetibilidad (r)	1,1	0,8	0,8	0,6	1,6
Reproducibilidad de la desviación estándar (S_R)	1,8	2,0	4,2	2,4	2,9
Reproducibilidad del coeficiente de variación ($C_{V,R}$), %	0,9	1,0	1,6	0,8	0,9
Límite de Reproducibilidad (R)	2,5	2,8	4,5	2,2	2,5

Anexo B (Informativo)

Cálculo del índice de saponificación a partir de los datos de composición de ácidos grasos

B.1 Generalidades

Las ecuaciones de los capítulos B.3 a B.6 dan un método matemático apropiado para el cálculo del índice de saponificación de grasas y aceites o de otros ésteres de ácidos grasos.

Las ecuaciones dadas son muy apropiadas para el uso con una computadora. Un ejemplo trabajado es dado cuando no se lleva a cabo manualmente en (B.7).

El contenido de ésteres metílicos de ácidos grasos puede ser determinado usando las Normas: ISO 5558, ISO 12966-2 e ISO 12966-3.

B.2 Símbolos y abreviaturas

I_{sc}	Índice de saponificación calculado
i	Ácido, éster o triacilglicerol en particular
$M_{F(i)}$	Masa molecular relativa de los i ácidos grasos o ésteres
$M_{T(i)}$	Masa molecular relativa de los i triacilgliceroles
M_{CH_2}	Masa molecular relativa de los CH_2 (14,0267)
M_{H_2}	Masa molecular relativa de los H_2 (2,0159)
M_{HCOOH}	Masa molecular relativa de los $HCOOH$ (46,0255)
$C_{F(i)}$	Número de carbonos de los i ácidos grasos o ésteres
$C_{T(i)}$	Número de carbonos de los i triacilgliceroles
$C_{T(i)}$	Constante de integración para los derivados de ácidos grasos
$n_{F(i)}$	Número de dobles enlaces en los i ácidos grasos o ésteres
$M_{T(i)}$	Masa molecular relativa de los i triacilgliceroles
$C_{T(i)}$	Número de carbonos de los i triacilgliceroles
$N_{T(i)}$	Número de dobles enlaces en los i triacilgliceroles
<i>Prom. M</i>	Masa molecular relativa promedio de todos los ácidos grasos en la muestra de ensayo

$W_{F(i)}$	Porcentaje de fracción de masa de los i ácidos grasos o ésteres
$X_{F(i)}$	Porcentaje de fracción de moles de los i ácidos grasos o ésteres
$W_{T(i)}$	Porcentaje de fracción de masa de los i triacilgliceroles
$X_{T(i)}$	Porcentaje de fracción de moles de los i triacilgliceroles

B.3 Cálculo de las masas moleculares relativas de los ácidos grasos o ésteres

$$M_{F(i)} = M_{CH_2} \cdot (C_{F(i)} - 1) - (M_{H_2} \cdot n_i) + M_{HCOOH} + (M_{CH_2} \cdot k)$$

Ecuación que equivale a:

$$M_{F(i)} = 14,0267 \cdot (C_{F(i)} - 1) - (2,0159 \cdot n_i) + 46,0255 + (14,0267 \cdot k)$$

donde

$k = 0$ para el ácido

$k = 1$ para el éster metílico

$k = 2$ para el éster etílico

$k = 3$ para el éster propílico

$k = 4$ para el éster butílico

o para ácidos cuyo peso molecular relativo viene definido por el usuario

$$M_{F(i)} = M_{F(i)} + (14,0267 \cdot k)$$

B.4 Cálculo de las masas moleculares relativas de los triacilgliceroles

$$M_{T(i)} = M_{F1(i)} + M_{F2(i)} + M_{F3(i)} + (M_{C_3H_5} + 3 \cdot M_{CO_2} + 3 \cdot M_H) - (3 \cdot M_{HCOOH} + M_{CH_2} \cdot k)$$

Cuyas ecuaciones llevan a:

$$M_{T(i)} = M_{F1(i)} + M_{F2(i)} + M_{F3(i)} + 176,1248 - 3 \cdot (46,0255 + 14,0267 \cdot k)$$

$$M_{T(i)} = 14,0267 \cdot [C_{T(i)} - 3] - 2,0159 \cdot n_{T(i)} + 176,1248$$

B.5 Cálculo de las masas moleculares relativas promedio de los triacilgliceroles

$$\bar{M} = \sum_i x_{F(i)} \cdot M_{F(i)}$$

$$\bar{M} = \sum_i x_{T(i)} \cdot M_{T(i)}$$

B.6 Índice de saponificación calculado

A partir de la definición del índice de saponificación (3) para los triacilgliceroles

$$I_{sc} = \frac{3 \cdot 56,1 \cdot 1000}{\bar{M}}$$

Para los diacilgliceroles el factor 3 es sustituido por 2 y para los ácidos grasos y monoacilgliceroles por 1.

B.7 Ejemplo**B.7.1 Composición de ácidos grasos de una muestra**

Se utilizó una muestra con la siguiente composición de ésteres metílicos: 16:0 (10,6 % fracción de masa), 18:1 (22,7 % fracción de masa), 18:2 (54,5 % fracción de masa), 18:3 (8,0 % fracción de masa).

B.7.2 Cálculo de la masa molecular relativa de los ésteres metílicos (k = 1)

$$M_{F(i)} = 14,0267 \cdot (C_{F(i)} - 1) - (2,0159 \cdot n_i) + 46,0255 + (14,0267 \cdot 1)$$

A continuación se relacionan algunas masas moleculares relativas.

Ácido palmítico 270,45

Ácido esteárico 298,51

Ácido oleico 296,49

Ácido linoleico 294,47

Ácido linolénico 292,46

B.7.3 Cálculo de la masa molecular relativa de triacilgliceroles para k = 1

La masa molecular relativa de un triacilglicerol (TAG) es la suma de las masas de los tres ésteres metílicos menos la masa del átomo de hidrógeno (4,0318).

$$M_{T(i)} = m_{F1(i)} + m_{F2(i)} + m_{F3(i)} - 4,0318$$

Para TAG 16:0, el resultado es: $270,45 + 270,45 + 270,45 - 4,0318 = 806,72$

Para TAG 18:0, el resultado es: $298,51 + 298,51 + 298,51 - 4,0318 = 891,50$

Para TAG 18:1, el resultado es: $296,49 + 296,49 + 296,49 - 4,0318 = 885,44$

Para TAG 18:2, el resultado es: $294,47 + 294,47 + 294,47 - 4,0318 = 879,38$

Para TAG 18:3, el resultado es: $292,46 + 292,46 + 292,46 - 4,0318 = 873,35$

B.7.4 Cálculo de la masa molecular relativa promedio

Para el cálculo manual, se hace una ligera aproximación asumiendo que $W_{T(i)} = W_{F(i)}$,

Por ejemplo, asumiendo que las fracciones de masas de los TAGs son las mismas que las fracciones de masas de los ésteres metílicos de los ácidos grasos.

La masa molecular relativa promedio para todos los triacilgliceroles es:

$$\bar{M}_T = \frac{(10,6 \cdot 806,72 + 4,2 \cdot 891,50 + 22,7 \cdot 885,44 + 54,5 \cdot 879,38 + 8,0 \cdot 873,35)}{100}$$

$$\bar{M}_T = 872,42$$

B.7.5 Índice de saponificación calculado

$$I_{sc} = \frac{3 \cdot 1000 \cdot 56,1}{872,42} = 193$$

NOTA: El resultado se expresa como un número entero.

B.8 Correcciones para los ácidos grasos libres, gliceroles parciales, y materia insaponificable

Para los ácidos grasos libres (AGL) y los gliceroles parciales (GP), las masas molares apropiadas y los índices de saponificación se calculan a partir de las ecuaciones dadas en B.3 hasta B.6 y posteriormente se calculan las masas moleculares generales y los índices de saponificación por cálculo a partir de los porcentajes dados de AGL y GP.

Puede efectuarse una corrección para la materia insaponificable a través de la ecuación:

$$I_s = I_{sc} \cdot \frac{(100 - w_U)}{100}$$

Donde w_U es la fracción de masa de materia insaponificable.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] NC 1058, *Aceites y grasas de origen animal y vegetal – Toma de muestra.*
- [2] ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions.*
- [3] ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.*
- [4] ISO 5508, *Animal and vegetable fats and oils — Analysis by gas chromatography of methyl esters of fatty acids.*
- [5] ISO 12966-2, *Animal and vegetable fats and oils — Gas chromatography of fatty acid methyl esters — Part 2: Preparation of methyl esters of fatty acids.*
- [6] ISO 12966-3, *Animal and vegetable fats and oils — Gas chromatography of fatty acid methyl esters — Part 3: Preparation of methyl esters using trimethylsulfonium hydroxide (TMSH).*