
NORMA CUBANA

NC

ISO 3961: 2015
(Publicada por la ISO en 2013)

**ACEITES Y GRASAS DE ORIGEN ANIMAL Y VEGETAL—
DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE IODO
(ISO 3961: 2013, IDT)**

Animal and vegetable fats and oils — Determination of iodine 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 Aceites y grasas vegetales comestibles, 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. PDS
 - Empresas de Conservas y Vegetales
 - Comercializadora de Aceites ECASOL
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimentaria
 - Instituto Nacional de Higiene, Epidemiología y Microbiología
 - Ministerio de Salud Pública
 - Ministerio de Comercio Interior
 - Laboratorio CUBACONTROL S.A.
 - Alimport (MINCEX)
 - Centro de Gestión y Desarrollo de la Calidad
- Es una adopción idéntica por el método de traducción directa de la Norma Internacional ISO 3961: 2013, *Animal and vegetable fats and oils - Determination of iodine value*.
- Sustituye la Norma Cubana NC-ISO 3961: 2003, Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación del índice de iodo.
- 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 IODO

1 Objeto

Esta Norma Cubana especifica un método de referencia para la determinación del índice de iodo (conocido habitualmente en la industria como IV) de los aceites y grasas animales y vegetales, en lo adelante denominados grasas.

El Anexo B describe un método para el cálculo del IV a partir de los datos de la composición de los ácidos grasos. Este método no es aplicable a aceite de pescado. Además, aceites vegetales no refinados, crudos y prensados en frío, tanto como aceites (parcialmente) hidrogenados pueden dar resultados diferentes por los dos métodos. El IV calculado está afectado por la degradación térmica de los productos y por impurezas.

NOTA: El método del Anexo B es basado en el método Cd 1c-85 de la AOCS. [9]

2 Referencias normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente, son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para las referencias fechadas, solo se toma en consideración la edición citada. Para las no fechadas, se toma en cuenta la última edición del documento de referencia (incluyendo Todas las enmiendas).

NC-ISO 661, Aceites de origen animal y vegetal. Preparación de la muestra para análisis.

3 Términos y definiciones

A los efectos de este documento, se aplican los términos y las definiciones siguientes:

3.1

índice de iodo

IV

masa de halógeno, expresada como iodo, absorbida por la porción para análisis, siguiendo el procedimiento especificado, dividido por la masa de la porción para análisis.

Nota 1: El IV es expresado como la fracción de masa en gramos por 100 g de grasa.

4 Principio

Disolución de una porción para análisis en el disolvente y la adición del reactivo de Wijs. Después del tiempo especificado, adición del ioduro de potasio y agua y valoración del iodo liberado con solución de tiosulfato de sodio.

NOTA: El Anexo B describe un método para el cálculo del IV a partir de los datos de composición de los ácidos grasos. Sin embargo no es la intención que este sea un método rápido. El método proporciona dos resultados de un procedimiento analítico. El método volumétrico es el de referencia.

5 Reactivos

Use solamente reactivos de grado analítico reconocido.

ADVERTENCIA — Se llama la atención acerca de las regulaciones que especifican la manipulación de sustancias peligrosas. Se deben seguir las medidas técnicas, organizativas y de seguridad personal. La solución de Wijs causa quemaduras severas, los vapores causan daños en los ojos y los pulmones. Se utilizará una campana de extracción de gases para este trabajo.

5.1 Agua, de acuerdo con NC-ISO 3696, [4] grado 3.

5.2 Ioduro de potasio, solución, concentración en masa, $\rho(\text{KI}) = 100 \text{ g/l}$, que no contenga iodatos o ioduro libre.

5.3 Solución de almidón, se mezclan 5 g de almidón soluble en 30 ml de agua (5.1) y se adiciona a 1000 ml de agua hirviendo. Hervir por 3 min. y esperar que se enfríe. Se prepara solución de almidón fresca cada día.

5.4 Tiosulfato de sodio, solución volumétrica patrón, cantidad de concentración de sustancia $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$, valorada no más de 7 días antes de su uso.

5.5 Disolvente, preparado por mezcla de un volumen de ciclohexano (50 ml) y un volumen de ácido acético glacial (50 ml), fracción en volumen $\varphi = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$.

5.6 Reactivo de Wijs, que contenga monoclóruo de iodo en ácido acético. La relación I/Cl del reactivo de Wijs debe estar dentro de los límites $1,10 \pm 0,1$. El reactivo de Wijs es sensible a la temperatura, humedad y luz. Almacenar en la oscuridad a una temperatura $< 30 \text{ }^\circ\text{C}$.

Usar el reactivo de Wijs disponible comercialmente. Observar cualquier limitación en la vida útil del reactivo.

6 Aparatos

Aparatos usuales de laboratorio y en particular los siguientes.

6.1 Dedales de vidrio para pesar, apropiados para la porción de ensayo y para insertarlos dentro del frasco cónico (6.2).

6.2 Frascos cónicos o erlenmeyer, de 500 ml de capacidad, con tapas de vidrio esmerilado ajustadas y que no evidencien presencia de humedad, previamente secados en estufa.

6.3 Balanza analítica, con capacidad de lectura de 0,0001 g y precisión de pesada de 0,001 g.

6.4 Frascos volumétricos, con capacidad de 1000 ml, según ISO 1042, [3] clase A.

6.5 Pipetas, de capacidad de 25 ml, automática, según ISO 8655-2, [7] ó ISO 648, [2] clase A, sujeta a un bulbo de aspiración.

6.6 Bureta, de capacidad de 25 ml, graduada en divisiones de 0,1 ml, ISO 385, [1] clase A. autotitrador, ISO 8655-3, [8] como alternativa.

7 Toma de muestra

La toma de muestra no es parte del método especificado en esta norma. En la norma NC 1058^[5] se proporciona un método de muestreo recomendado.

Es importante que el laboratorio reciba una muestra que sea verdaderamente representativa y no haya sufrido daño o transformación durante su transporte o almacenamiento.

8 Preparación de la muestra para análisis y de la porción de ensayo

Se prepara la muestra de acuerdo con el método dado en NC-ISO 661.

De acuerdo con el IV esperado para la muestra, se pesa (6.3) con la cercanía de 0,001 g ó 0,0005 g en un dedal de vidrio (6.1), la masa de la porción de ensayo indicada en la Tabla1.

Si el valor esperado para el IV se desconoce, se pre-ensayan diferentes porciones de ensayo. La masa de la muestra debe ser tal, que exista un exceso de reactivo de Wijs entre 50 % y 60 % de la cantidad añadida, ej. 100 % a 150 % de la cantidad absorbida.

Tabla1— Masa de la porción de ensayo inicial (teórica) según el índice de iodo esperado

| Índice de iodo esperado | Masa inicial para exceso de 150% | Masa inicial para exceso de 100% | Precisión de la masa inicial | Mezcla de solvente |
|-------------------------|----------------------------------|----------------------------------|------------------------------|--------------------|
| | g | g | g | ml |
| <3 | 10 | 10 | 0,001 | 25 |
| 3 | 8,461 | 10,576 | 0,001 | 25 |
| 5 | 5,077 | 6,346 | 0,001 | 25 |
| 10 | 2,538 | 3,173 | 0,001 | 20 |
| 20 | 0,846 | 1,586 | 0,001 | 20 |
| 40 | 0,634 | 0,793 | 0,001 | 20 |
| 60 | 0,432 | 0,529 | 0,001 | 20 |
| 80 | 0,317 | 0,397 | 0,001 | 20 |
| 100 | 0,254 | 0,317 | 0,000 5 | 20 |
| 120 | 0,212 | 0,264 | 0,000 5 | 20 |
| 140 | 0,181 | 0,227 | 0,000 5 | 20 |
| 160 | 0,159 | 0,198 | 0,000 5 | 20 |
| 180 | 0,141 | 0,176 | 0,000 5 | 20 |
| 200 | 0,127 | 0,159 | 0,000 5 | 20 |

9 Procedimiento

9.1 Se coloca el dedal de vidrio que contiene la porción para análisis en un frasco cónico de 500 ml (6.2) y se adiciona el volumen del disolvente (5.5) indicado en la Tabla 1. Adicionar 25,00 ml de la solución de Wijs (5,6) con pipeta (6.5). Se coloca la tapa, se agita el contenido y se coloca el frasco cónico en la oscuridad.

.Se funden y disuelven grasas y aceites con un IV de 20 o menor (grasas duras o endurecidas) en disolvente tibio (60 °C). Se recomienda también que todos los recipientes y reactivos se entibien antes de usarse. Se deben usar envases cerrados para evitar evaporación y cambio de concentración cuando se tibien los reactivos.

Nota: El dedal permanece en el frasco cónico.

PRECAUCIÓN: No pipetear con la boca el reactivo de Wijs.

9.2 Preparar un blanco con el disolvente y el reactivo como en 9.1, pero omitiendo la porción para análisis.

9.3 Para muestras que tengan un IV por debajo de 150, dejar reposar el frasco cónico 1h en la oscuridad. Para muestras con IV por encima de 150, y para productos polimerizados y aceites que contengan ácidos grasos conjugados (tales como aceite de “tung”, aceite de ricino deshidratado) y productos oxidados de alcance considerable, dejar reposar el frasco por 2h en la oscuridad.

9.4 Al final del tiempo de reacción (9.3), se adicionan 20 ml de ioduro de potasio (5.2) y 150 ml de agua (5.1). Valorar contra la solución de tiosulfato patrón (5.4) hasta que el color amarillo debido al ioduro casi haya desaparecido. Adicionar unas gotas de solución de almidón (5.3) y continuar la valoración hasta el momento en que desaparezca el color azul, después de una agitación vigorosa. Anotar el volumen V_2 de la solución de tiosulfato de sodio requerida para alcanzar el punto final. Note que es permisible, la determinación potenciométrica del punto final.

9.5 Llevar a cabo la determinación usando un blanco de la solución (9.2) paralelamente. En la determinación del blanco, en 9.4, se anota el volumen de solución de tiosulfato requerida para alcanzar el punto final como V_1 .

10 Cálculos

Calcular el índice de iodo (comúnmente conocido en la industria como IV), en gramos por 100 g de grasa, usando la fórmula siguiente:

$$w_1 = \frac{12,69 \times c (V_1 - V_2)}{m}$$

donde

c es la concentración, en moles por litro, de la solución de tiosulfato (5.4);

V_1 es el volumen, en mililitros, de solución de tiosulfato de sodio usada en el ensayo en blanco;

V_2 es el volumen, en mililitros, de solución de tiosulfato de sodio usada en la determinación;

m es la masa, en gramos, de la porción para análisis;

Los resultados se redondean como se indica en la Tabla 2.

Tabla 2 — Redondeo de los resultados

| IV g/100 g | Redondear a |
|---------------|-------------|
| ≤ 60 | 0,1 |
| > 60 | 1 |

11 Precisión

11.1 Ensayo interlaboratorio

En el Anexo A son suministrados los detalles de un ensayo interlaboratorio para la precisión del método. Es posible que los valores derivados de este ensayo interlaboratorio no sean aplicables a los rangos de concentración y matrices diferentes a las dadas.

11.2 Límite de Repetibilidad, r

El límite de repetibilidad, r , es el valor menor o igual del cual puede ser esperada la diferencia absoluta entre los resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad, con una probabilidad de un 95 %.

Las condiciones de repetibilidad son aquellas donde se obtienen resultados de ensayo independientes con el mismo método, con muestras idénticas, en el mismo laboratorio, por el mismo analista, usando el mismo equipamiento en un corto intervalo de tiempo.

11.3 Límite de Reproducibilidad, R

El límite de reproducibilidad, R , es el valor menor o igual del cual puede ser esperada la diferencia absoluta entre los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad, con una probabilidad de un 95 %.

Las condiciones de reproducibilidad son aquellas donde se obtienen resultados de ensayo independientes con el mismo método, con muestras idénticas, en diferentes laboratorios, con diferentes analistas, usando diferente equipamiento en un corto intervalo de tiempo.

12 Informe de análisis

El informe del análisis debe contener al menos la siguiente información:

- a) toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- b) el método de toma de muestra utilizado, si se conoce;
- c) el método de análisis empleado, con referencia a esta norma;
- d) todos los detalles de operación no especificados en esta norma, o dados como opción, junto con los detalles de cualquier incidente que pueda haber influido en los resultados de análisis;
- e) los resultados obtenidos;
- f) si la repetibilidad ha sido chequeada, el resultado final obtenido para ésta.

Anexo A
(informativo)

Ensayo interlaboratorio

La precisión de este método ha sido establecida por un ensayo interlaboratorio internacional, llevado a cabo de acuerdo con ISO 5725. [6] El ensayo fue organizado por DIN en 2011. Los resultados estadísticos se dan en las Tablas de A.1 a A.3

Tabla A.1— Resultados estadísticos por el método de Wijs

| Parámetro | Muestra | | | | | | | |
|--|---------------------------|----------------|----------------------|----------------|-----------------|-----------------|------------------------------|-------------------|
| | A | B | C | D | E | F | G | H |
| | Aceite vegetal endurecido | Aceite de coco | Grasa de mantequilla | Grasa de palma | Aceite de oliva | Aceite de colza | Aceite de semilla de girasol | Aceite de pescado |
| Número de laboratorios participantes | 15 | 18 | 19 | 19 | 19 | 19 | 19 | 19 |
| Número de laboratorios retenidos después de eliminar los fuera de límite | 12 | 15 | 17 | 16 | 17 | 17 | 16 | 18 |
| Número de ensayos individuales en todos los laboratorios | 24 | 30 | 34 | 32 | 34 | 34 | 32 | 36 |
| Significación, $\hat{w}_{1..}$, g/100 g | 0,78 | 8,33 | 32,99 | 51,18 | 81,5 | 113,1 | 124,9 | 199,1 |
| Desviación estándar de la Repetibilidad, S_r , g/100 g | 0,07 | 0,07 | 0,17 | 0,21 | 0,6 | 0,8 | 0,6 | 1,1 |
| Coefficiente de variación de la repetibilidad, % | 9,1 | 0,9 | 0,5 | 0,4 | 0,7 | 0,7 | 0,5 | 0,6 |
| Límite de la Repetibilidad, r ($2,8 S_r$), g/100 g | 0,20 | 0,20 | 0,48 | 0,59 | 1,7 | 2,2 | 1,7 | 3,1 |
| Desviación estándar de la Reproducibilidad, S_R , g/100 g | 0,11 | 0,13 | 0,55 | 0,50 | 1,2 | 1,4 | 1,4 | 5,5 |
| Coefficiente de variación de la reproducibilidad, % | 14,6 | 1,6 | 1,7 | 1,0 | 1,5 | 1,2 | 1,1 | 2,7 |
| Límite de la Reproducibilidad, R ($2,8 S_R$), g/100 g | 0,32 | 0,36 | 1,54 | 1,40 | 3,4 | 3,9 | 3,9 | 15,3 |

Tabla A.2 — Resultados estadísticos para el cálculo por la composición de ácidos grasos (Anexo B)

| Parámetro | Muestra | | | | | | |
|--|---------------------------|----------------|----------------------|----------------|-----------------|-----------------|------------------------------|
| | A | B | C | D | E | F | G |
| | Aceite vegetal endurecido | Aceite de coco | Grasa de mantequilla | Grasa de palma | Aceite de oliva | Aceite de colza | Aceite de semilla de girasol |
| Número de laboratorios participantes | 18 | 18 | 18 | 18 | 18 | 18 | 18 |
| Número de laboratorios retenidos después de eliminar los fuera de límite | 17 | 15 | 16 | 16 | 18 | 14 | 15 |
| Número de ensayos individuales en todos los laboratorios | 34 | 30 | 32 | 32 | 36 | 28 | 30 |
| Significación, \hat{w}_1, g/100 g | 0,22 | 8,61 | 30,16 | 51,49 | 80,3 | 111,3 | 124,5 |
| Desviación estándar de la Repetibilidad, S_r , g/100 g | 0,04 | 0,09 | 0,17 | 0,32 | 0,3 | 0,2 | 0,3 |
| Coefficiente de variación de la repetibilidad, % | 16,6 | 1,0 | 0,6 | 0,6 | 0,4 | 0,2 | 0,2 |
| Límite de la Repetibilidad, r (2,8 S_r), g/100 g | 0,10 | 0,25 | 0,48 | 0,91 | 0,8 | 0,5 | 0,8 |
| Desviación estándar de la Reproducibilidad, S_R g/100 g | 0,23 | 0,87 | 1,85 | 1,00 | 1,6 | 0,6 | 0,7 |
| Coefficiente de variación de la reproducibilidad, % | 104,5 | 10,1 | 6,1 | 1,9 | 2,0 | 0,5 | 0,6 |
| Límite de la Reproducibilidad, R (2,8 S_R), g/100 g | 0,64 | 2,44 | 5,18 | 2,80 | 4,5 | 1,6 | 2,0 |

Tabla A.3—Comparación de \hat{w}_i , r , R por ambos métodos de ensayo

| Parámetro | | Muestra | | | | | | |
|---|--------------------|---------------------------|----------------|----------------------|----------------|-----------------|-----------------|------------------------------|
| | | A | B | C | D | E | F | G |
| | | Aceite vegetal endurecido | Aceite de coco | Grasa de mantequilla | Grasa de palma | Aceite de oliva | Aceite de colza | Aceite de semilla de girasol |
| Significación, \hat{w}_i , g/100 g | Valoración de Wijs | 0,78 | 8,33 | 32,99 | 51,18 | 81,5 | 113,1 | 124,9 |
| | Cálculos | 0,22 | 8,61 | 30,16 | 51,49 | 80,3 | 111,3 | 124,5 |
| | Diferencia | 0,56 | 0,28 | 2,83 | 0,31 | 1,20 | 1,78 | 0,40 |
| Límite de la Repetibilidad, r , g/100 g | Valoración de Wijs | 0,20 | 0,20 | 0,48 | 0,59 | 1,7 | 2,2 | 1,7 |
| | Cálculos | 0,10 | 0,25 | 0,48 | 0,91 | 0,8 | 0,5 | 0,8 |
| Límite de la Reproducibilidad R , g/100 g | Valoración de Wijs | 0,32 | 0,36 | 1,54 | 1,40 | 3,4 | 3,9 | 3,9 |
| | Cálculos | 0,64 | 2,44 | 5,18 | 2,80 | 4,5 | 1,6 | 2,0 |

Anexo B
(informativo)

Cálculo del índice de iodo para aceites que no sean de pescado

B.1 General

Este anexo describe un método para el cálculo del IV en aceites comestibles, directamente a partir de la composición de los ácidos grasos determinados por cromatografía gaseosa de los ésteres metílicos de los ácidos grasos. Es aplicable a triglicéridos y ácidos grasos libres y a sus productos hidrogenados. Para aceites con contenido de insaponificables mayor que 0,5% en masa (ej. aceites de pescado) el cálculo tiende a producir estimaciones inferiores y entonces no es aplicable.

IMPORTANTE— Aunque este procedimiento brinda un IV, éste no es considerado un método rápido. El método brinda dos resultados de un solo análisis.

B.2 Procedimiento

B.2.1 Determinar la composición de los ácidos grasos del aceite o de la mezcla de ácidos grasos.

Deben ser incluidos en el cálculo todos los isómeros de posición, así como todos los isómeros cis y trans.

B.2.2 Calcule los IV por grupos de componentes, como se describe en B.3.

NOTA: El cálculo tiende a producir estimaciones inferiores para materiales con bajos IVs.

B.3 Cálculos

El IV para triglicéridos es:

$$(w_{16:1} \times 0,950) + (w_{18:1} \times 0,860) + (w_{18:2} \times 1,732) + (w_{18:3} \times 2,616) + (w_{20:1} \times 0,785) + (w_{22:1} \times 0,723)$$

El IV para ácidos grasos es:

$$(w_{16:1} \times 0,9976) + (w_{18:1} \times 0,8986) + (w_{18:2} \times 1,810) + (w_{18:3} \times 2,735) + (w_{20:1} \times 0,8175) + (w_{22:1} \times 0,7497)$$

donde

$w_{16:1}$ es el porcentaje de la fracción de masa del ácido hexadecenoico;

$w_{18:1}$ es el porcentaje de la fracción de masa del ácido octadecenoico;

$w_{18:2}$ es el porcentaje de la fracción de masa del ácido octadecadienoico;

$w_{18:3}$ es el porcentaje de la fracción de masa del ácido octadecatrienoico;

$w_{20:1}$ es el porcentaje de la fracción de masa del ácido eicosenoico;

$w_{22:1}$ es el porcentaje de la fracción de masa del ácido docosenoico;

Los subíndices, en el formato $n_C:n_{eno}$ denotan el número de átomos de carbono en la molécula, n_C seguidos del número de dobles enlaces, n_{eno} .

Los índice de iodo (IV) calculados en base a la determinación de los ácidos grasos por cromatografía gaseosa (GC) de materiales lípidos no triglicéridos, tales como ésteres parciales de glicerol, ésteres parciales de sorbitol, el sorbitán y mezclas de isosórbidos o glicerol, proporcionan el IV calculado solamente de los ácidos grasos usados para preparar los ésteres parciales. Para obtener el IV real de los ésteres parciales con diluentes de poliólicos no grasos, puede ser usado el método del reactivo de Wijs. Los valores de IV de los ésteres parciales por la vía del método de Wijs, son más bajos que los obtenidos por GC debido a los efectos de dilución del poliol.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] ISO 385, *Laboratory glassware — Burettes.*
- [2] ISO 648, *Laboratory glassware — Single-volume pipettes.*
- [3] ISO 1042, *Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks.*
- [4] NC-ISO 3696, *Agua para uso de laboratorio analítico —Especificaciones y métodos de ensayo.*
- [5] NC 1058, *Aceites y grasas de origen animal y vegetal — Toma de muestra*
- [6] ISO 5725 (all parts), *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.*
- [7] ISO 8655-2, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 2: Piston pipettes.*
- [8] ISO 8655-3, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 3: Piston burettes.*
- [9] AOCS Official method Cd 1c-85, *Calculated iodine value.*