



27 300627  
2ej  
UNIVERSIDAD LA SALLE

ESCUELA DE QUIMICA  
Incorporada a la U.N.A.M.

"ORGANIZACION DE UN LABORATORIO DE  
CONTROL DE CALIDAD PARA ACEITES  
VEGETALES COMESTIBLES"

**TESIS PROFESIONAL**  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
QUIMICO FARMACEUTICO BILOGO  
P R E S E N T A  
ALDO ABRAHAM SANCHEZ FUENTES



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## INDICE

	PAGINA.
INDICE DE TABLAS Y FIGURAS	iv
INTRODUCCION	1
OBJETIVOS	
- Objetivo General	5
- Objetivos Particulares	5
CAPITULO I	
1. ORGANIZACION DEL LABORATORIO	
1.1 Organización del personal	7
1.2 Funciones del personal	10
CAPITULO II	
2. CARACTERISTICAS DE LOS ACEITES Y SEMILLAS OLEAGINOSAS	
2.1 Aceite de Girasol	16
2.2 Aceite de Mafz	16
2.3 Aceite de Algodón	17
2.4 Aceite de Cártamo	18
2.5 Aceite de Soya	19
2.6 Aceite de Oliva	20
2.7 Aceite de Cacahuete	21
2.8 Aceite de Ajonjolí	21
2.9 Aceite de Colza ó Nabo.	22
2.10 Proceso de extracción de aceites	23
CAPITULO III	
3. ANALISIS FISICOQUIMICOS	30
3.1 Humedad y Materia Volátil	32
3.2 Materia Insaponificable	35
3.3 Densidad	38

		PAGINA	
	3.4	Indice de Acidez	40
	3.5	Indice de Saponificación	43
	3.6	Indice de Peróxido	46
	3.7	Indice de Refracción	50
	3.8	Indice de Yodo	52
	3.9	Prueba de Halpen	56
	3.10	Impurezas Insolubles	59
	3.11	Identificación de Aceite de Nabo (Prueba de Twitchell)	62
	3.12	Identificación de Aceite de Caca- huate (Prueba de Renard y Evers)	68
	3.13	Identificación de Aceite de Ajon- jolif (Prueba de Villavechia- Baudouin)	71
	3.14	Identificación de Aceite Mineral	75
	3.15	Determinación de Color	77
	3.16	Prueba de Enfriado	80
	3.17	Prueba de Titer	82
	3.18	Número de Reichert-Meissl y Polenske	89
	3.19	Cromatografía de Líquidos (Antioxidantes)	95
	3.20	Prueba de Estabilidad	102
CAPITULO	IV	4. RECURSOS MATERIALES	109
		4.1 Aparatos de Laboratorio	109
		4.2 Material Químico	112
CAPITULO	V	5. CAPACIDAD INSTALADA	118
		5.1 Capacidad de los Aparatos	118
		5.2 Capacidad del Laboratorio en un día	120

			PAGINA
CAPITULO	VI	6. INSTALACIONES	
		6.1 Instalaciones del Departamento de Química	123
		6.2 Instalaciones del Departamento Administrativo	126
CAPITULO	VII	7. INFORMES Y CERTIFICADOS	130
CAPITULO	VIII	8. CONCLUSIONES	134
CAPITULO	IX	9. BIBLIOGRAFIA	136

INDICE DE TABLAS Y FIGURAS1) INDICE DE TABLAS

No. 1 Aparatos requeridos para el Laboratorio de Control de Calidad .....	110
No. 2 Material Químico requerido para el Laboratorio de Control de Calidad .....	113

2) INDICE DE FIGURAS

No. 1 Organigrama general de Laboratorio .....	8
No. 2 Organigrama de la Gerencia Técnica .....	9
No. 3 Diagrama de Flujo del Proceso de Obtención de Aceites Vegetales Comestibles ....	28
No. 4 Plano del Laboratorio de Control de Calidad ...	128
No. 5 Formato de Certificación de Aceites Vegetales Comestibles .....	132

## I N T R O D U C C I O N

En la actualidad se encuentran distribuidos en el mercado nacional una gran variedad de aceites vegetales comestibles elaborados a partir de los diferentes cultivos de oleaginosas que se encuentran en el país, tales como girasol, maíz, algodón, cártamo, soya, oliva, cacahuete, colza y ajonjolí.

Estos aceites, al igual que muchos de los alimentos que se consumen en México hoy en día, sufren adulteraciones, que en este caso, se logran mediante la adición de aceites más baratos como el aceite mineral, el cual modifica su composición química y baja su poder alimenticio. Es por esta razón, por lo que es de gran importancia mencionar los análisis fisicoquímicos y sus procedimientos, las normas y especificaciones que se dan para estos análisis y las adulteraciones más comunes de los aceites vegetales comestibles.

La finalidad de esta Tesis es dar a conocer la organización del Laboratorio de Control de Calidad, así como la distribución de recursos materiales, instalaciones y capacidad del mismo.

Los procedimientos de los análisis fisicoquímicos y las especificaciones dadas para los aceites vegetales analizados en este laboratorio, se han establecido de tal forma que el control de calidad que se efectúe, sea más riguroso que el realizado en otros laboratorios de este tipo. De esta manera, los certificados de aceptación expedidos, garantizarán que los aceites analizados puedan competir, y aún ser mejores en calidad, composición química y valor alimenticio, que los que se encuentren distribuidos en el mercado.

Cabe señalar que el Laboratorio de Control de Calidad va a funcionar como un



organismo descentralizado y sólo va a ser un apoyo para la asistencia técnica de las autoridades gubernamentales como la Secretaría de Salud, así como también un apoyo para aquellas industrias alimentarias que no cuenten con un laboratorio para el análisis de sus aceites y para compañías distribuidoras de aceites vegetales comestibles.

## **O B J E T I V O S**

### OBJETIVO GENERAL

"Proporcionar a técnicos y empresarios la información necesaria para la implantación, conducción y organización de un Laboratorio de Control de Calidad que analice aceites vegetales comestibles".

### OBJETIVOS PARTICULARES

- 1) Mencionar las características de los principales aceites y semillas oleaginosas.
- 2) Dar a conocer el proceso General de Obtención de los aceites vegetales comestibles.
- 3) Desarrollar la estructura de un Laboratorio de Control de Calidad que realice las labores de inspección, supervisión, análisis y certificación de aceites vegetales comestibles.
- 4) Dar a conocer la organización del laboratorio, las funciones de su personal, la distribución de aparatos y material químico, así como también las instalaciones y capacidad del mismo.

## **CAPITULO I**

### **ORGANIZACION DEL LABORATORIO**

## 1. ORGANIZACION DEL LABORATORIO

### 1.1 Organización del Personal.

La organización del Laboratorio de Control de Calidad va a estar bajo la responsabilidad y dependiendo directamente de un Consejo Directivo y una Gerencia General.

La Gerencia General va a tener a su cargo tres Gerencias:  
(64, 65, 74, 77)

1. Gerencia Administrativa.
2. Gerencia Técnica.
3. Gerencia de Supervisión

El organigrama general se encuentra representado en la figura No. 1.

Como la finalidad de esta Tesis es mencionar la Organización del laboratorio desde un punto de vista químico, sólo se van a desarrollar las funciones que corresponden a la Gerencia Técnica.

El organigrama de la Gerencia Técnica se encuentra representado en la figura No. 2.

Fig. No. 1 ORGANIGRAMA GENERAL DEL LABORATORIO. (64, 65, 74, 77)

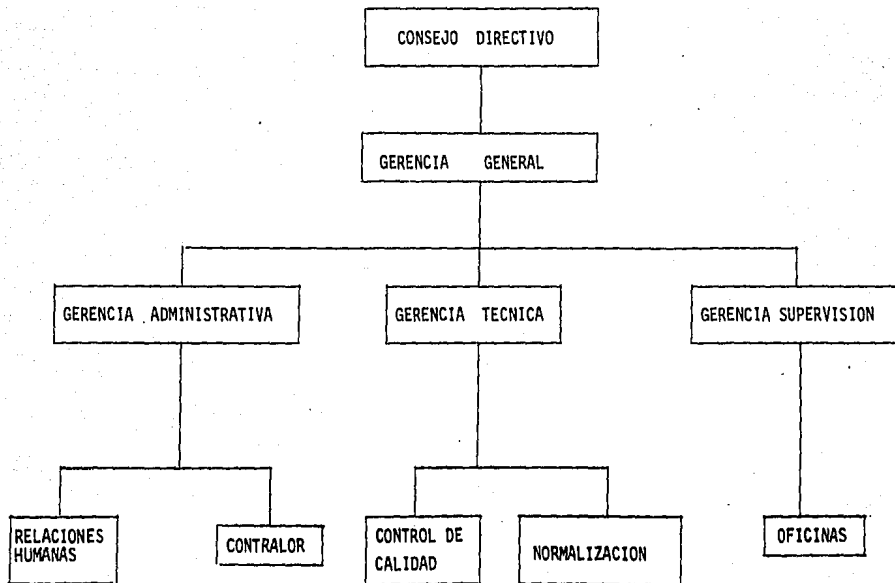
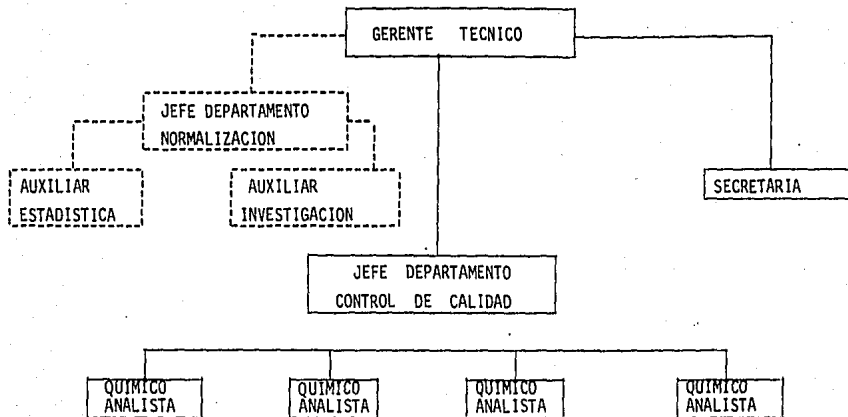


Fig. No. 2 ORGANIGRAMA DE LA GERENCIA TECNICA

(64, 65, 74, 77)



## 1.2 FUNCIONES DEL PERSONAL.

### 1.2.1 GERENCIA TECNICA.

La Gerencia Técnica estará bajo la responsabilidad de un Gerente que va a realizar las siguientes funciones: (64, 65, 74, 77)

- a) Coordinar las actividades del Departamento de Control de Calidad.
- b) Coordinar las actividades del Departamento de Normalización.
- c) Establecer las políticas de control.
- d) Llevar estadísticas de control.
- e) Coordinar el plan de trabajo del Departamento de Control de Calidad.
- f) Coordinar el plan de trabajo del Departamento de Normalización.

El Gerente Técnico contará con una secretaría que va a redactar y mecanografiar los planes de trabajo de Control de Calidad y Normalización, así como las estadísticas de control.

### 1.2.2 DEPARTAMENTO DE CONTROL DE CALIDAD

El Departamento de Control de Calidad será dirigido por un jefe de departamento, el cual va a supervisar a los químicos analistas que realizarán las siguientes funciones:



- a) Llevar a cabo el muestreo de aceites.
- b) Llevar a cabo el análisis químico de aceites.
- c) Elaborar reportes de calidad de los aceites, en cuanto a su análisis químico.
- d) Rechazar los aceites que no cumplan con las normas requeridas.
- e) Expedir los certificados de aceptación de los aceites analizados.

También se contará en este departamento con un encargado de limpieza que además de mantener en orden todo el laboratorio, estará encargado de lavar el material químico.

### 1.2.3 DEPARTAMENTO DE NORMALIZACION.

El departamento de Normalización contará con un jefe de Departamento, un auxiliar de estadística y un auxiliar de investigación. Las funciones que ejercerá este departamento son las siguientes:

- a) Investigar nuevas técnicas para los análisis químicos de los aceites.
- b) Estar al día con todas las normas publicadas, tanto a nivel nacional como internacional.
- c) Dar asesoría al Departamento de Control de Calidad.
- d) Manejar estadísticas.

- e) Crear banco de datos.
- f) Realizar estudios sobre técnicas y procedimientos de Control de Calidad.
- g) Responsabilizarse de la información que la empresa intercambia con otras organizaciones.

## **CAPITULO II**

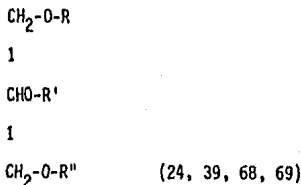
### **CARACTERISTICAS DE LOS ACEITES**

### **Y SEMILLAS OLEAGINOSAS**

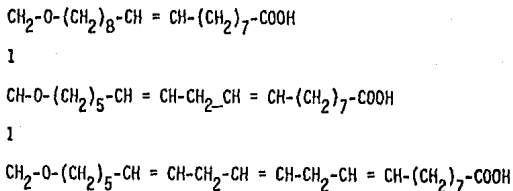
## 2. CARACTERISTICAS DE LOS ACEITES Y SEMILLAS OLEAGINOSAS.

En este capítulo se desarrollará un breve estudio de la composición y de las principales características de las semillas oleaginosas, así como también se mencionará la composición en ácidos grasos de los aceites. (11, 21, 31, 32).

La clasificación de aceites se refiere a la distribución de los ácidos grasos en los glicéridos. Los tipos de glicéridos que se encuentran en mayor proporción en un aceite, son los TRIGLICERIDOS, cuya fórmula general es:



Donde el radical R puede ser un ácido graso cualquiera. Un ejemplo de esta fórmula de triglicérido es el siguiente:



Si se limitaran los ácidos grasos a tres, se pueden tener las siguientes

combinaciones de triglicéridos:

CH2O-R1		CH2O-R1		CH2O-R1		CH2O-R1
1		1		1		1
CHO-R2	;	CHO-R1	;	CHO-R1	;	CHO-R2
1		1		1		1
CH2O-R3		CH2O-R2		CH2O-R1		CH2O-R2

CH2O-R2		CH2O-R1		CH2O-R3
1		1		1
CHO-R2	;	CHO-R3	;	CHO-R3
1		1		1
CH2O-R2		CH2O-R3		CH2O-R3

CH2O-R <sub>1</sub>		CH2O-R <sub>2</sub>		CH2O-R3
1		1		1
CHO-R1	;	CHO-R2	;	CHO-R3
1		1		1
CH2O-R3		CH2O-R3		CH2O-R2

Observando la posición de los radicales ácidos que pueden tener en la molécula del triglicérido, se ve que se puede obtener un número muy alto de estos productos; cada uno con características físicas propias, tales como color, olor, sabor y textura. También cada uno de los radicales puede estar en posición cis-trans en la molécula del triglicérido, con lo que el número de triglicéridos posibles es altísimo. (39, 68, 69)

Dentro de la industria alimenticia los aceites más usados por sus características, son los aceites vegetales, dentro de los cuales los de mayor interés son los siguientes:

## 2.1 ACEITE DE GIRASOL. (3, 11, 21)

Se obtiene de la semilla de la planta Helianthus annuus, perteneciente a la familia de las compuestas. Cada 100 kg de semilla dan como media, de 30 a 40 kg de cáscara y 60 a 70 kg de almendra (semilla descascarillada).

La composición media de la semilla entera de girasol es la siguiente:

Agua	9 - 10%
Grasa	50 - 51%
Proteína	24 - 25%
Carbohidratos	11 - 12%
Cenizas	2 - 3%

El aceite resultante de la extracción de la semilla tiene la siguiente composición de ácidos grasos:

Acido palmítico	6 - 7%	
Acido esteárico	3 - 4%	
Acido oléico y linoléico	80 - 85%	
Acido araquidónico	4 - 4%	(3, 12, 41)

## 2.2 ACEITE DE MAIZ. (3, 11, 21)

Se obtiene del germen de la semilla Zea Mays. El peso del germen representa alrededor del 4 al 6% de la almendra.

Si el germen no es desecado inmediatamente, se producen fenómenos fermentativos y la acidez de la sustancia grasa aumenta sensiblemente.

La composición media del germen en estado natural es:

Agua	35 - 40%	
Grasa	15 - 20%	
Proteínas	40 - 50%	
Cenizas	2 - 3%	(29, 15)

Los ácidos grasos que se encuentran en el aceite de maíz son los siguientes:

Acido linoléico	16 - 67%	
Acido oléico	20 - 70%	(3)

### 2.3 ACEITE DE ALGODON. (3, 11, 21)

Se obtiene de la semilla de diversas plantas del género Gossypium, las cuales contienen de un 14 a 25% de aceite.

La semilla de algodón está contenida en un fruto constituido por el línter o borra (residuo textil unido a la cáscara), la cáscara y la almendra. La composición media de la semilla es la siguiente:

Agua	7 - 11%
------	---------

Proteínas	15 - 21%	
Carbohidratos	23 - 32%	
Celulosa	15 - 23%	
Grasa	17 - 23%	
Cenizas	3 - 5%	(41)

El aceite presenta la siguiente composición de ácidos grasos:

Acido linoléico	45 - 50%	
Acido oléico	20 - 40%	
Acido palmítico	20 - 25%	
Acido mirístico	1%	(3)

#### 2.4 ACEITE DE CARTAMO. (3, 11, 21)

Se obtiene de la semilla de la planta Carthamus tinctorious que tiene un contenido de aceite del 25 al 37%.

La composición media de la semilla entera es la siguiente:

Agua	8 - 11%
Proteínas	19 - 26%
Carbohidratos	21 - 26%
Grasas	24 - 36%
Cenizas	3 - 6%

El aceite de cártamo tiene la siguiente composición de ácidos grasos:



Acido oléico	7 - 36%	
Acido linoléico	56 - 80%	(3)

Los autores más recientes aseguran que no hay presencia de ácido linoléico. Se tienen, no obstante, datos de composición muy variable entre los diversos autores. Esto explica los límites más bien amplios, en la mayor parte de las características.

## 2.5 ACEITE DE SOYA. (3, 11, 21)

Se obtiene de la semilla de las plantas Glycine hispida, Soja hispida y Dolichos soja, variedades pertenecientes a la familia de las leguminosas. El contenido de aceite de la semilla varía entre 13 y 26%. De todas las soyas cultivadas, es apreciada, de modo particular el tipo "soya amarilla" cuya composición es la siguiente:

Agua	8 - 10%
Proteínas	38 - 40%
Carbohidratos	26 - 29%
Fibra	4 - 5%
Cenizas	5 - 6%
Grasa	17 - 20%

La composición de ácidos grasos es la siguiente:

Acido linoléico	48 - 60%
Acido oléico	16 - 30%

Acido linolénico 8 - 9%

El aceite de soya bruto contiene además, elevados porcentajes de monoglicéridos constituidos principalmente por fosfolípidos (de) 1.5 - 4%). (23, 41, 44)

## 2.6 ACEITE DE OLIVA. (3, 11, 21)

Se obtiene del fruto (aceituna) de la Olea europea. La aceituna es una drupa oval que se compone de piel, pulpa, almendra o germen y hueso. El aceite se encuentra contenido fundamentalmente en la pulpa, y el porcentaje de aceite oscila entre el 20 y 30%. Los productos obtenidos del procesado de la aceituna son:

- Aceite de oliva (15 - 22%)
- Torta (30 - 40%)
- Agua de vegetación (35 - 45%)

La composición media de la aceituna es la siguiente:

Agua	33 - 37%	
Grasa	6 - 10%	
Piel	7 - 8%	
Hueso	35 - 45%	(18, 22)

El porcentaje de ácidos grasos es el siguiente:

Acido oléico	77 - 86%
Acido linoléico	7%
Acido palmítico	9 - 10%
Acido esteárico	2 - 4%

## 2.7 ACEITE DE CACAHUATE. (3, 11, 21)

Se obtiene de la semilla del Arachis hypogea. El cacahuate descascarillado, da una media del 42 al 53% de aceite.

La composición media de la semilla descascarillada es la siguiente:

Agua	4 - 5%
Proteínas	28 - 29%
Grasa	50 - 51%
Carbohidratos	13 - 14%
Celulosa	2 - 3% (3, 11)

El aceite de cacahuate en general presenta la siguiente composición en ácidos grasos:

Ácidos saturados	18 - 23%
Acido oléico	50 - 56%
Acido linoléico	25 - 27% (3)

## 2.8 ACEITE DE AJONJOLI. (3, 11, 21)

Se obtiene de la semilla de la planta Sesamun indicum. El con-

tenido de aceite en la semilla varía del 35 al 57%. Su porcentaje de ácidos grasos está sobre el 14%.

La semilla de ajonjolí producida por la planta Sesamun presenta la siguiente composición:

Agua	5 - 6%
Proteínas	20 - 30%
Grasa	45 - 60%
Carbohidratos	14 - 16%
Fibra	7 - 85%
Cenizas	6 - 7%

El aceite de ajonjolí presenta la siguiente composición de ácidos grasos:

Ácidos saturados	13 - 14%
Ácido oléico	40 - 45%
Ácido linoléico	40 - 42%

## 2.9 ACEITE DE COLZA. (3, 11, 21)

Se obtiene de la semilla de colza, cuyo contenido en aceite varía del 30 al 45%. El aceite de colza contiene bajo porcentaje de ácidos grasos saturados que raramente superan el 6 ó 7%.

La semilla de colza tiene la siguiente composición:

Agua	5 - 7%
Proteínas	19 - 22%
Grasa	38 - 48%

Carbohidratos	10 - 24%
Celulosa	6 - 15%
Cenizas	4 - 6% (3)

La composición en ácidos grasos es la siguiente:

Acido oléico	3 - 4%
Acido linoléico	3 - 4%
Acido gadoléico	68 - 70%
Acido erúxico	20 - 25%

## 2.10 PROCESO DE EXTRACCION DE LOS ACEITES. (2, 2, 13, 16, 17, 30, 41, 62)

En general el proceso comprende las siguientes etapas:

2.10.1 Recepción y almacén de materias primas. Dado que esta industria maneja volúmenes considerables de semillas, debe contar con una amplia capacidad de almacenamiento. Durante el almacenamiento es indispensable controlar la temperatura y humedad relativa del medio, así como el contenido de humedad, con el propósito de evitar mermas de material.

2.10.2 Preparación y acondicionamiento de la materia prima. Dependiendo del tipo de semilla que se utilice, será necesario aplicar tratamientos distintos para su acondicionamiento y preparación. Las operaciones involucradas para este fin son:

- a) Paso de las semillas por zarandas para desprender impurezas (usando en aceites de girasol, algodón, cártamo, soya y oliva).
- b) Laminación de las semillas (aceites de girasol, mafz, algodón, cártamo, soya, ajonjolif y cacahuete).
- c) Formación de una masa homogénea con las hojuelas o semillas laminadas mediante calentamiento y humedad (aceites de girasol, algodón, cártamo, soya, ajonjolif y cacahuete).
- d) Cocción de la masa a temperatura promedio de 70°C (aceites de girasol, mafz, algodón, cártamo, soya, ajonjolif y cacahuete).

2.10.3 Extracción del aceite. Los métodos utilizados para la extracción del aceite incluyen un proceso mecánico y por solventes; la selección del proceso dependerá básicamente de la materia prima que se utilice; para la soya y mafz se utiliza la extracción por solventes, mientras para el girasol, algodón, cártamo, oliva, ajonjolif, cacahuete y colza, se efectúa primero la extracción por prensado y en seguida la segunda extracción por solventes.

La extracción por prensado se realiza en unas prensas continuas de tornillo denominadas "expellers" y la extracción por solvente en extractores de precolación don

de se circula hexano a contracorriente con el material. La principal diferencia entre esos procesos son los rendimientos que se obtienen; con la extracción por prensado se obtiene un contenido residual de aceite en la pasta de un 5 a 6% y con la extracción por solvente el aceite residual en la pasta es igual o menor al 1%.

2.10.4 Recuperación del Aceite Crudo. La mezcla de aceite-hexano se pasa a un sistema de evaporación donde el hexano se separa en una serie de evaporadores y condensadores; de aquí, el aceite crudo pasa a los tanques de almacenamiento y el hexano se recircula al sistema de extracción.

2.10.5 Desolventizado de la Pasta. Al salir de la extracción, la pasta residual contiene hexano que debe eliminarse; esto se logra al hacer pasar la pasta a un desolventizador. El hexano se elimina por una destilación por arrastre de vapor.

Las condiciones del desolventizado determinarán si la pasta obtenida se puede utilizar para consumo animal o consumo humano; esto se debe a que con el calentamiento se deteriora la calidad de la proteína.

Para consumo animal, el hexano se elimina en un desolventizador-tostador y cuando la pasta se quiere para consumo humano, es indispensable que esta operación se realice en un desolventizador flash.

Después de salir del desolventizado, las pastas obtenidas se pasan por un secador rotatorio y por un enfriador y finalmente a envases y almacenamiento.

2.10.6 Refinación. Con este proceso se obtiene una purificación de aceite crudo; las sustancias que se eliminan con este proceso son: ácidos grasos libres, fosfátidos, gomas, material insoluble y material insaponificable. Existen dos métodos para refinar aceites: el tratamiento alcalino y el tratamiento con vapor.

2.10.7 Blanqueo. Tratamiento que se aplica a los aceites para eliminar impurezas remanentes para que el producto cumpla con las especificaciones de color; con el color se eliminan pigmentos, tocoferoles, fosfátidos, etc.

Se efectúa la absorción con tierras activadas, carbón activado, etc.

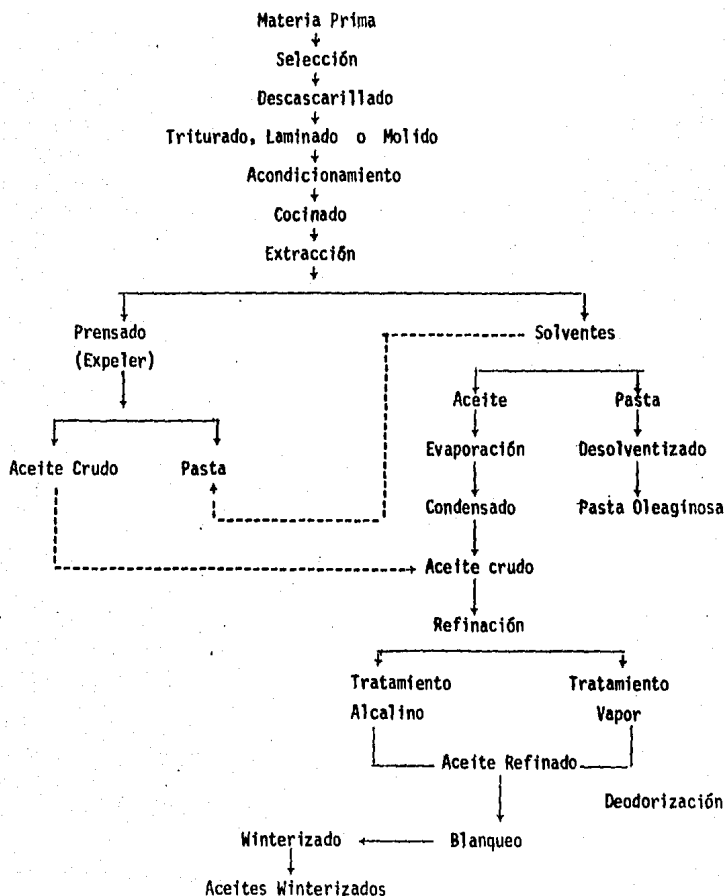
2.10.8 Winterización. Es una cristalización fraccionada que tiene por objeto separar los glicéridos de más alto punto de fusión que originan enturbiamiento y aumento de viscosidad en los aceites al bajar la temperatura, y consiste en precipitar en forma de cristales, en determinadas condiciones de temperatura-tiempo, los glicéridos causantes del enturbiamiento.



2.10.9 Deodorización. Destilación con vapor que se aplica con el fin de mejorar las características de sabor, olor y estabilidad.

El diagrama de flujo del proceso de obtención de los aceites está representado en la figura No. 3.

Fig. No. 3 DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO DE OBTENCION DE ACEITES VEGETALES COMESTIBLES. (2, 4, 13, 16, 17, 30, 41, 62).



## **CAPITULO III**

### **ANALISIS FISICOQUIMICOS**

### 3. ANALISIS FISICOQUIMICOS.

Los procedimientos fisicoquímicos establecidos para controlar la calidad de los aceites, se basan en los que exige la Dirección General de Normas. Estos procedimientos son los siguientes:

- 3.1 Humedad y Materia Volátil.
- 3.2 Materia Insaponificable.
- 3.3 Densidad.
- 3.4 Índice de Acidez.
- 3.5 Índice de Saponificación.
- 3.6 Índice de Peróxidos.
- 3.7 Índice de Refracción.
- 3.8 Índice de Yodo.
- 3.9 Prueba de Halpen. (26, 40, 42)

Como la finalidad de este laboratorio es efectuar un riguroso control de calidad que garantice que los aceites certificados pueden competir en calidad, composición química y valor alimenticio, con los que se encuentran en el mercado, y aún más, que sean mejores; el laboratorio realizará otras pruebas, dentro de las cuales se encuentran las que indican las adulteraciones más comunes que sufren los aceites. (7, 38)

Estas pruebas adicionales son las siguientes:

- 3.10 Impurezas insolubles
- 3.11 Identificación de Aceite de Nabo (Prueba de Twitchell).
- 3.12 Identificación de Aceite de Cacahuete (Prueba de Renard y Evers).
- 3.13 Identificación de Aceite de Ajonjolí (Prueba de Villavechia-Baudouin).
- 3.14 Identificación de Aceite Mineral.
- 3.15 Determinación de color.
- 3.16 Prueba de enfriado.
- 3.17 Prueba de Titer.
- 3.18 Número de Reichert-Meissl y Polenske.
- 3.19 Cromatografía de líquidos (antioxidantes).
- 3.20 Prueba de estabilidad (Método del Oxígeno Activo) (26, 40, 42).

### 3.1 HUMEDAD Y MATERIAL VOLÁTIL.

#### Método de horno vacfo. (26, 40)

##### 3.1.1 DEFINICION

Este método determina la humedad y cualquier otro material volátil, bajo condiciones de la prueba.

##### 3.1.2 APARATOS

- 1) Horno de vacfo.
- 2) Platos de aluminio para humedad de 50 x 19 mm, con cubiertos deslizables con aditamento de ajuste herético.
- 3) Desecador.

##### 3.1.3 PREPARACION

- 1) Ya que el agua tiende a fijarse en las muestras que se han suavizado, debe tenerse cuidado de mezclar las muestras perfectamente bien para distribuir el agua uniformemente. Suavífcense con calor y mézclense.

#### 3.1.4 PROCEDIMIENTO

- 1) Pesar con toda precisión 5 g de muestra bien mezclada, dentro de un plato de humedad tarado que haya sido previamente secado y enfriado en un desecador.
- 2) Secar a peso constante en un horno de vacío a una temperatura no menor de 20°C y no mayor de 25°C, sobre el punto de ebullición del agua a la presión de operación que no debe ser mayor de 100 mm de Hg (ver tabla más adelante).
- 3) Sacar del horno, enfriar en el desecador a temperatura ambiente y pesar.
- 4) El peso constante se consigue cuando la pérdida es de no más de 0.05% en periodos sucesivos de secado en 1 hr.

Presión interna del horno mm. Hg.	Temperatura de horno permitida	
	Mínima	Máxima
100	72°C	77°C
90	70 "	75 "
80	67 "	72 "
70	65 "	70 "
60	62 "	68 "
50	58 "	63 "
40	54 "	59 "

### 3.1.5 CALCULOS

$$\% \text{ Humedad y mat. volátil} = \frac{\text{Pérdida de peso} \times 100}{\text{gramos de muestra}}$$

### 3.1.6 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

<u>Aceite</u>	<u>Valor (%)</u>	
	MIN	MAX
GIRASOL	-	0.05
MAIZ	-	0.05
ALGODON	-	0.05
CARTAMO	-	0.03
SOYA	-	0.04
OLIVO	-	0.03
CACAHUATE	-	0.05
AJONJOLI	-	0.05
COLZA	-	0.05



### 3.2 MATERIA INSAPONIFICABLE. (26, 40)

#### 3.2.1 DEFINICION

Materia insaponificable, son aquellas sustancias que frecuentemente se encuentran disueltas en los aceites, las cuales no pueden ser saponificadas por los álcalis cáusticos, pero son solubles en los ordinarios solventes de grasas (alcoholes alifáticos, esteroides, pigmentos e hidrocarburos).

#### 3.2.2 APARATOS

- 1) Embudo de separación 500 ml.
- 2) Aparato de extracción (incluye parrilla y refrigerante).
- 3) Matraz erlenmeyer de 100 ó 200 ml.
- 4) Vaso de sifón.

#### 3.2.3 REACTIVOS

- 1) Alcohol etílico 95%.
- 2) KOH acuoso 50%.
- 3) Eter de petróleo.
- 4) NaOH sol. 0.2N.
- 5) Indicador fenoftaleína.

### 3.2.4 PROCEDIMIENTO

- 1) Pesar 5 g de la muestra bien mezclada en un erlenmeyer. Añadir 30 ml de alcohol etílico y 5 ml de KOH Acuoso. Calentar lentamente debajo de un condensador por 1 hr. o hasta que esté completamente saponificado. Es esencial la completa saponificación.

NOTA: Es preferible dejarlo saponificar 2-3 hr para tener una completa seguridad.

- 2) La muestra saponificada se lava con 40 ml de alcohol. Completar la transferencia con agua destilada primero caliente y después fría, hasta completar volumen de 80 ml. Dejar enfriar.

Hacer lavados con éter de petróleo en el embudo de separación, agitarlo por un minuto y esperar a que se separen las dos fases, se va guardando la parte etérea y a la otra se le hacen otros lavados. Se hacen aproximadamente 6 lavados.

- 3) Se hacen 3 lavados con 25 ml de alcohol al 10% con agua destilada, se agita fuertemente.
- 4) Transferir el extracto de éter y evaporar en un vaso. Se mete a la estufa de vacío 75-80°C, con una presión no mayor de 20 mmHg. Se enfría en el desecador y se pesa.

- 5) Después de pesado el residuo se disuelve en 50 ml de alcohol al 95% caliente, que estará previamente neutralizado.

Se titula con NaOH 0.02N al mismo color rosa.

Peso de ácidos grasos libres = ml NaOH 0.02N x 0056 (en gramos).

### 3.2.5 CALCULOS

$$\text{Materia insaponificable} = \frac{\text{Peso residuo} - \text{peso ác. g.} \times 100}{\text{peso muestra}}$$

### 3.2.6 ESPECIFICACIONES (46 - 51, 81, 82, 83)

	VALORES (%)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	-	1.0
MAIZ	-	1.0
ALGODON	-	0.7
CARTAMO	-	1.0
SOYA	-	1.1
OLIVA	-	1.3
CACAHUATE	-	1.0
AJONJOLI	-	2.0
COLZA	-	2.0

### 3.3 DENSIDAD (26, 40)

#### 3.3.1 DEFINICION

Este método determina el radio del peso de un volumen unitario de la muestra a 25°C al peso de un volumen unitario de agua a 25°C.

#### 3.3.2 APARATOS

- 1) Botellas de gravedad específica.
- 2) Baño de agua manteniendo a  $25^{\circ}\text{C} \pm 0.02^{\circ}\text{C}$ .
- 3) Termómetro con subdivisiones de 0.1 ó 0.2°C.

#### 3.3.3 PROCEDIMIENTO

- 1) Filtrar la muestra a través del papel filtro para remover cualquier impureza y la última huella de humedad. La muestra debe estar completamente seca.
- 2) Enfriar la muestra a 20-23°C y llenar la botella hasta derramar, manteniendo la botella sobre su lado, de tal forma que se prevenga la detención de burbujas de aire.
- 3) Inserte el tapón, inmergir y mantener en baño de agua a  $25^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$  durante 30 minutos.
- 4) Cuidadosamente limpiar cualquier aceite que haya

pasado a través de la abertura capilar y sacar del baño. Limpiar y secar perfectamente bien.

- 5) Pesar la botella y contenido, calcular la gravedad específica.

### 3.3.4 CALCULOS

$$\text{Densidad a } 25/25^{\circ}\text{C} = \frac{\text{Peso de botella y aceite} - \text{peso botella}}{\text{Peso del agua a } 25^{\circ}\text{C}}$$

### 3.3.5 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR (25°C)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	0.915	0.919
MAIZ	0.915	0.926
ALGODON	0.915	0.919
CARTAMO	0.915	0.925
SOYA	0.917	0.924
OLIVA	0.910	0.915
CACAHUATE	0.910	0.915
AJONJOLI	0.915	0.923
COLZA	0.906	0.910

### 3.4 INDICE DE ACIDEZ. (26, 40)

#### 3.4.1 DEFINICION

El índice de acidez es el número de miligramos de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres en 1 gramo de muestra.

#### 3.4.2 APARATOS

- 1) Matraz erlenmeyer de 250 ó 300 ml.
- 2) Pipeta volumétrica de 50 ml.
- 3) Bureta de 50 ml.
- 4) Parrilla eléctrica.

#### 3.4.3 REACTIVOS

- 1) KOH 0.1N. Añadir 6 g de KOH a 1 lt de agua en un matraz erlenmeyer de 2 lt; hervir 10 minutos con agitación, añadir 2 g de  $Ba(OH)_2$ , volver a hervir de 5-10 minutos, enfriar por varias horas, filtrar en una campana para protección del  $CO_2$  desprendido. Se titula con ftalato ácido de potasio, usando como indicador fenoftalefina.
- 2) Mezcla de solventes, partes iguales de alcohol iso propílico y tolueno. En lugar de esto, se puede usar alcohol absoluto. Neutralizar con álcali,

cualquiera de las 2 opciones.

3) Indicador fenoftaleína 1% en alcohol isopropílico.

#### 3.4.4 PROCEDIMIENTO

- 1) Se colocan 5 g de muestra aproximadamente en un matraz erlenmeyer y se adicionan 50 ml de alcohol previamente neutralizado.
- 2) Se calienta a ebullición y se titula con solución de KOH 0.1N, usando fenoftaleína como indicador. Se debe agitar fuertemente después de cada adición de álcali para asegurarse de la completa neutralización de los ácidos grasos libres. El color debe persistir durante 30 seg.

#### 3.4.5 CALCULOS

$$\text{Valor de áidez (\% a. oléico)} = \frac{\text{ml. de KOH} \times N \times 56.1}{\text{peso muestra}}$$

#### 3.4.6 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR (%)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	-	0.05
MAIZ	-	0.05
ALGODON	-	0.05
CARTAMO	-	0.05

ACEITE	MIN.	MAX.
SOYA	-	0.03
OLIVA	- 16	0.5
CACAHUATE	-	0.5
AJONJOLI	-	0.5
COLZA	-	0.5



### 3.5 INDICE DE SAPONIFICACION. (26, 40)

#### 3.5.1 DEFINICION

El índice de saponificación es la cantidad de álcali necesaria para saponificar una cantidad determinada de muestra. Esto es expresado como el número de mg de KOH requeridos para saponificar un g de muestra.

#### 3.5.2 APARATOS

- 1) Matraz erlenmeyer de 250 a 300 ml.
- 2) Condensadores de aire.
- 3) Baño de agua o parrilla eléctrica con control de calor.

#### 3.5.3 REACTIVOS

- 1) HCl 0.5N.
- 2) KOH alcohólico. Pesar 5 a 10 g de KOH en un matraz de 2 litros, añadirla a 1.5 lts. de alcohol etílico 95% y hervir en la parrilla, abajo de un condensador de reflujo por 30-60 min. Destilar y coleccionar el alcohol. Disolver 50 g de KOH, un poco de carbonato en un litro de alcohol destilado, conservando una temperatura abajo de 15.5°C, mientras el álcali se está disolviendo. Esta solución deberá

conservarse clara.

#### 3.5.4 PROCEDIMIENTO

- 1) Mezclar la muestra si no está líquida, filtrar a través de un papel filtrado para remover algunas impurezas y trazas de humedad. La muestra debe estar completamente seca.
- 2) Pesar de 4 a 5 g de muestra. Añadir 50 ml de KOH alcohólico con una pipeta.
- 3) Preparar con una pipeta.
- 4) Conectar el condensador de aire y hervir lentamente la muestra hasta que esté completamente saponificada. Esto usualmente requiere 1 hora. Tener cuidado que el vapor no choque con el tapón ya que habrá pérdidas.
- 5) Después de que el condensador y el matraz se enfrían, se enjuaga el condensador con una pequeña cantidad de agua destilada, se desconecta el condensador, se le agrega 1 ml de indicador y se titula con 0.5N de HCl hasta obtener color rosa.

#### 3.5.5 CALCULOS

Índice de saponificación:

$$I.S. = \frac{\text{ml HCl para titular blanco} - \text{ml HCl para t. problema}}{\text{Peso de la muestra}}$$

### 3.5.6 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	Valor (%)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	188	194
MAIZ	187	193
ALGODON	190	198
CARTAMO	188	194
SOYA	189	195
OLIVA	187	195
CACAHUATE	187	196
AJONJOLI	187	195
COLZA	170	180

### 3.6 INDICE DE PEROXIDOS. (26, 40)

#### 3.6.1 DEFINICION

Este método determina todas las sustancias, en términos de miliequivalentes de peróxido por 1000 g de muestra, que oxida el yoduro de potasio bajo las condiciones de la prueba. Esto generalmente se asume que son peróxidos u otros productos similares de oxidación de aceites.

#### 3.6.2 APARATOS

- 1) Pipeta Mohr.
- 2) Frasco erlenmeyer con tapón de cristal (250 ml).

#### 3.6.3 REACTIVOS

- 1) Solución de ácido acético-cloroformo. Mezcle tres partes por volumen de ácido acético glacial con dos partes por volumen de cloroformo.
- 2) Solución de yoduro de potasio: solución saturada de KI en agua destilada recientemente hervida. Asegúrese de que la solución quede saturada como se indica

por la presencia de cristales no disueltos. Guárdese en lugar oscuro. Pruebe diariamente agregando 2 gotas de solución de almidón a 0.5 ml de la solución de KI en 30 ml de solución de ácido acético-cloroformo. Si se forma un color azul que requiera más de una gota de solución de tiosulfato de sodio 0.1N para descargar, descarte la solución de KI y prepare una solución fresca.

- 3) Solución de tiosulfato de sodio 0.1N valorada. Esta solución puede ser preparada pipeteando con toda precisión 100 ml de la solución 0.1N dentro de un frasco volumétrico de 1000 ml y diluyendo a volumen con agua destilada recientemente hervida.
- 4) Solución indicadora de almidón, 1% de almidón soluble en agua destilada.

#### 3.6.4 PROCEDIMIENTO

- 1) Pese  $5 \pm 0.05$  g de muestra dentro de un frasco erlenmeyer de 250 ml con tapón de cristal y después agregue 30 ml de la solución de ácido acético cloroformo. Gire el frasco hasta que la muestra se disuelve en la solución. Agregue 0.5 ml de la solución de KI saturado, usando preferentemente una pipeta tipo Mohr.
- 2) Deje que la solución repose, agitando ocasionalmente

por exactamente un minuto y después agregue 30 ml de agua destilada.

- 3) Titule con tiosulfato de sodio 0.1N agregando gradualmente con agitación vigorosa y constante. Continúe la titulación hasta que casi haya desaparecido el color amarillo.

Agregue 0.5 ml de solución indicadora de almidón. Continúe la titulación agitando el frasco vigorosamente cerca del punto final para liberar todo el Yodo de la capa de cloroformo. Agregue el tiosulfato a gotas hasta que el color azul desaparezca.

NOTA: Si la titulación es menos de 0.5 ml repita la determinación usando tiosulfato 0.01N.

- 4) Conduzca una determinación de blanco de los reactivos diariamente. La titulación del blanco no debe exceder de 0.1 ml de la solución de tiosulfato de sodio 0.1N.

### 3.6.5 CALCULOS

$$\text{Indice de peróxido} = \frac{(S - B) \times (N) \times (1000)}{\text{g de muestra}}$$

B = Titulación del blanco.

S = Titulación de la muestra

N = Normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

3.6.6 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR (ppm)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	-	3
MAIZ	-	3
ALGODON	-	2
CARTAMO	-	3
SOYA	-	2
OLIVA	-	2
CACAHUATE	-	2
AJONJOLI	-	2
COLZA	-	2

### 3.7 INDICE DE REFRACCION. (26, 40)

#### 3.7.1 DEFINICION

El índice de refracción de una sustancia es el ratio de la velocidad de la luz al vacío, a la velocidad de la luz en la sustancia. Para medidas prácticas, las escalas de instrumentos estándares indican índices de refracción con respecto antes al aire, que al vacío. El índice de refracción de aceites es característico para cada tipo de aceite. Este dependerá del grado de saturación, ácidos grasos libres, oxidación y tratamiento con calor.

#### 3.7.2 APARATOS

- 1) Refractómetro.

#### 3.7.3 REACTIVOS

- 1) Tolueno o algún solvente de grasas satisfactorios para limpiar los prismas.

#### 3.7.4 PROCEDIMIENTO

- 1) Mezclar la muestra, filtrarla a través de un papel filtro para remover algunas impurezas y trazas de humedad.



La muestra debe estar completamente seca.

- 2) La temperatura del refractómetro se ajustará a 25°C para todos los aceites.

3.7.5' ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR (25°C)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	1.465	1.471
MAIZ	1.479	1.477
ALGODON	1.463	1.468
CARTAMO	1.470	1.980
SOYA	1.470	1.476
OLIVA	1.465	1.468
CACAHUATE	1.467	1.470
AJONJOLI	1.468	1.474
COLZA	1.470	1.474

### 3.8 INDICE DE YODO. (16, 40)

#### 3.8.1 DEFINICION

El índice de yodo es una medida de la insaturación de grasas que se expresa en términos de número de miligramos de yodo absorbidos por un gramo de muestra (% de yodo absorbido). Es aplicable a grasas y aceites que no tienen sistemas conjugados.

#### 3.8.2 APARATOS

- 1) Matraces erlenmeyer de 250 ml con tapón de vidrio.
- 2) Pipeta volumétrica de 25 ml.
- 3) Bureta graduada.

#### 3.8.3 REACTIVOS

Solución de yodo de Hanus. Disolver 13.2 g de yodo puro en un litro de ácido acético (99.5%), el cual no debe mostrar reducción con el dicromato y el ácido sulfúrico. Agregar suficiente cantidad de bromo al doble del contenido del halógeno. El yodo puede ser calentado para disolverlo, pero debe ser enfriado para agregarle el bromo.

El procedimiento conveniente para preparar el halógeno es el siguiente:

- a) A un volumen de 825 ml de ácido acético se le agregan

13.615 g de yodo y se disuelven por medio de calor.

Se toman 25 ml de esta solución y se titulan con solución de tiosulfato de sodio 0.1N.

- b) Se toma otra porción de 200 ml de ácido acético y se le agregan 3 ml de bromo. A 5 ml de esta solución agregarle 10 ml de una solución de KI al 15% y titular con tiosulfato de sodio 0.1N

Calcular cuantitativamente la solución de bromo necesaria para que contenga el doble del halógeno del restante de 800 ml de yodo.

Ejemplo:  $A = B / C$                       donde:

A: Mililitros de solución de bromo requeridos.

B: 800 ml por equivalente del tiosulfato de sodio de un ml de la solución de yodo.

C: Equivalente del tiosulfato de 1 ml de solución.

Si es necesario, reducir la solución mezclándola a una concentración proporcional con el ácido acético diluido.

#### 3.8.4 PROCEDIMIENTO

- 1) Pesar 0.500 g de aceite, ponerlos dentro de un matraz de yodo o bote con tapón de vidrio y disolverlos en 10 ml de cloroformo en una pipeta.

- 2) Agregar 25 ml de solución de Hanus, vaciando la pipeta en un tiempo definido. Guardar por 30 minutos, agitando de vez en cuando (este tiempo debe ser fijo para obtener datos constantes).
- 3) Adicionar 10 ml de solución de KI al 15% y agregar 100 ml de agua hervida y fría, lavando el fondo y el tapón para ver si tiene yodo libre.
- 4) Titular con solución de tiosulfato adicionando lentamente y con agitaciones constantes hasta la aparición de un color amarillo. Agregar unas gotas de solución de almidón y continuar la titulación agitando fuertemente con el matraz tapado, hasta que el color desaparezca de la solución de cloroformo.
- 5) Hacer dos blancos simultáneamente con la muestra.

### 3.8.5 CALCULOS

$$I.Y. = \frac{(B - S) \times N \times 12.69}{\text{Peso de la muestra}}$$

Donde:

B = Titulación del blanco.

S = Titulación de la muestra.

N = Normalidad del tiosulfato de sodio.

3.8.6 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	115.0	126.5
MAIZ	103.0	120.0
ALGODON	99.0	119.0
CARTAMO	135.0	148.0
SOYA	107.0	119.0
OLIVA	79.5	91.0
CACAHUATE	80.0	106.0
AJONJOLI	104.0	120.0
COLZA	97.0	108.0

### 3.9 PRUEBA DE HALPEN. (26, 40)

#### 3.9.1 DEFINICION

Este método determina cualitativamente la presencia de aceite de algodón en aceites vegetales.

#### 3.9.2 APARATOS Y EQUIPO

- 1) Baño de salmuera
- 2) Tubos de ensayo de 250 por 25 mm.
- 3) Probeta de 10 ml.
- 4) Placa de calentamiento con regulador de temperatura
- 5) Campana y material común de laboratorio.

#### 3.9.3 REACTIVOS

- 1) Reactivo de Halpen. A una solución al 1% de azufre en disulfuro de carbono se le agrega un volumen igual de alcohol isoamílico.
- 2) Cloruro de sodio comercial.

#### 3.9.4 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra para esta determinación es de 5 ml.

#### 3.9.5 PROCEDIMIENTO

En un tubo de ensayo se coloca la muestra, se le agregan 5 ml del reactivo de Halpen; se pone el tubo en el

baño y éste se pasa a la placa de calentamiento; se empieza a calentar lentamente colocándolo bajo la campana. Se agita el tubo con intervalos frecuentes, a medida que la temperatura va elevándose; cuando el baño alcanza temperatura de ebullición se le agrega el NaCl en un 20%, con relación al volúmen de agua y se continúa hirviendo durante 2 horas.

### 3.9.6 INTERPRETACION

El aceite de algodón se identifica por el desarrollo de una coloración roja-cereza, cuya intensidad depende del grado de calentamiento a que haya sido sometido el aceite a analizar.

La coloración empieza a aparecer aproximadamente a los 15 minutos de iniciarse el calentamiento.

El tiempo necesario para la aparición total de la solución es de 2 horas.

### 3.9.7 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR	
ACEITE	MIN	MAX
GIRASOL	NEGATIVO	TRAZAS
MAIZ	NEGATIVO	TRAZAS

	MIN.	MAX.
ACEITE		
ALGODON	POSITIVO	
CARTAMO	NEGATIVO	NEGATIVO
SOYA	NEGATIVO	TRAZAS
OLIVA	NEGATIVO	NEGATIVO
CACAHUATE	NEGATIVO	TRAZAS
AJONJOLI	NEGATIVO	TRAZAS
COLZA	NEGATIVO	TRAZAS



### 3.10 IMPUREZAS INSOLUBLES. (26, 40)

#### 3.10.1 DEFINICION

Este método determina la suciedad, harina y otras sustancias insolubles en éter de petróleo y kerosena.

#### 3.10.2 APARATOS

- 1) Crisol Gooch, preparado con un cojín de asbestos lavado en ácido. Lavar el cojín con agua, alcohol y éter. Secarlo a peso constante a  $101 \pm 1^\circ\text{C}$ , enfriar en un desecador a temperatura ambiente y pesar.
- 2) Frasco filtro de tamaño conveniente y adaptador de crisol Gooch.

#### 3.10.3 REACTIVOS

- 1) Eter de petróleo.
- 2) Kerosena destilado de petróleo refinado con un punto de inflamación no más abajo de  $23^\circ\text{C}$ . La kerosena debe ser filtrada a través de un crisol Gooch, preparado como se indicó anteriormente.

NOTA: En lugar de kerosena puede usarse gasolina filtrada.

### 3.10.5 PROCEDIMIENTO

- 1) Usar el residuo de la determinación de humedad y materia volátil o preparar una muestra similarmente.
- 2) Agregar 50 ml de kerosena al residuo y calentar a baño maría para disolver la grasa.
- 3) Filtrar a través del crisol Gooch preparado con la ayuda de un vacío. Lavar con 5 porciones de 10 ml de kerosena caliente, permitiendo que cada porción se drene antes de agregar la siguiente.
- 4) Lavar muy bien con éter de petróleo para quitar la kerosena. Secar el crisol y el contenido a peso constante a  $101 \pm 1^\circ\text{C}$ , enfriar a temperatura ambiente en un desecador y pesar.

### 3.10.6 CALCULOS

$$\% \text{ impurezas insolubles} = \frac{\text{gane en peso del crisol} \times 100}{\text{Peso de la muestra tomada para humedad.}}$$

NOTA: El tetracloruro de carbono, tentativamente es aprobado para lavar el residuo en el crisol, en lugar de éter de petróleo.

3.10.7 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR (%)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	-	0.02
MAIZ	-	0.02
ALGODON	-	0.02
CARTAMO	-	0.02
SOYA	-	0.02
OLIVA	-	0.02
CACAHUATE	-	0.02
AJONJOLI	-	0.05
COLZA	-	0.02

### 3.11 IDENTIFICACION DE ACEITE DE NABO.

(Prueba de Twitchell) (26, 40)

#### 3.11.1 DEFINICION

Este método detecta cualitativamente la presencia de aceite de Nabo en aceites vegetales.

#### 3.11.2 APARATOS

- 1) Baño maría con regulador de temperatura.
- 2) Placa de calentamiento con regulador de temperatura.
- 3) Embudos de separación de 400 a 50 ml.
- 4) Vasos de precipitación de 250 a 500 ml.
- 5) Vidrios de reloj.
- 6) Pipetas volumétricas.

#### 3.11.3 REACTIVOS

- 1) Alcohol etílico al 95%.
- 2) Solución acuosa de Hidróxido de Potasio al 50%.
- 3) Solución de glicerina cáustica. Calentando se disuelven 250 g de KOH en 1.250 g de glicerina. Para evitar que se forme espuma se recomienda calentar entre 135 y 145°C.

- 4) HCl 1:4 .
- 5) Eter etílico o de petróleo.
- 6) HCl concentrado.
- 7) Acetato neutro de plomo cristalizado.
- 8) Sulfato de Sodio anhidro.
- 9) Solución indicadora de anaranjado de metilo.
- 10) Papel indicador de pH.
- 11) Papel filtro poro regular.

#### 3.11.4 PROCEDIMIENTO

- 1) En el vaso de pp. se coloca la muestra, se le agregan 25 ml de alcohol y 30 g de la solución de KOH, se hierve durante 60 min hasta que la saponificación sea completa. Se pasa al baño maría hasta que se evapore todo el alcohol; se coloca el vaso en la placa de calentamiento teniendo cuidado que no haya proyecciones; se agregan 200 ml de agua destilada hasta disolución completa del jabón y HCl conc. hasta que de reacción francamente ácida al anaranjado de metilo, que se puede agregar a la misma solución; no continuar el calentamiento en el baño maría hasta que se forme una capa superior de ácidos grasos fundidos y bien separados, se pasa todo el embudo de separa-

ción grande, se agregan de 50 a 100 ml de éter etílico o de petróleo, no agitar, se deja en reposo hasta que las dos fases, la acuosa y la etérea estén perfectamente separadas. La fase etérea se lava con pequeñas porciones de agua, hasta que el último lavado no dé reacción ácido con el anaranjado de metilo y en seguida con papel indicador de pH; la fase etérea debe quedar totalmente sin agua.

- 2) Se filtra la solución con un embudo seco, se evapora el éter haciendo pasar una corriente de bióxido de carbono para evitar que se oxiden los ácidos grasos.

#### Separación de los ácidos grasos líquidos.

Se ponen 5 g de los ácidos grasos obtenidos según lo anterior y se colocan en un vaso de p.p.; en otro vaso se ponen 3 g del acetato neutro de plomo, a cada uno de los vasos se le agregan 50 ml de alcohol etílico, se cubren con vidrios de reloj y se calientan hasta ebullición en la placa de calentamiento, si la solución de acetato de plomo está turbia, se filtra y se añade el otro vaso que contiene la solución de ácidos grasos, agitando con frecuencia; esta solución que contiene los jabones de plomo formados, se deja en reposo en el baño maría a una temperatura de 10°C hasta que cristalicen los jabones de plomo insolubles; se filtran a través de papel

filtro, teniendo cuidado de que queden en el vaso los jabones solubles. El precipitado que quedó en el papel filtro se lava con 200 ml de alcohol etílico, en pequeñas porciones que después se decantan; en la solución quedan los jabones de los ácidos grasos líquidos.

#### Separación de los ácidos grasos sólidos.

En el papel filtro, quedan los jabones de plomo insolubles que no pasan con 50 ml de alcohol etílico hirviendo, a un vaso de pp., el cual se lleva a ebullición durante 5 minutos. Esta solución se filtra en caliente, calentándola con baño maría hirviendo mientras se está filtrando; se decanta, para que la parte insoluble no pase al filtro, se repiten los lavados con 50 ml de alcohol etílico hasta que el último lavado no se enturbie al diluirlo con un volumen igual de agua. En la solución quedan los jabones de plomo que corresponden a los ácidos grasos saturados del ácido esteárico y el residuo que permanece insoluble está formado con jabón de plomo del ácido más o menos puro.

#### Purificación del ácido erúxico.

Al residuo insoluble que quedó en el vaso se le agregan 20 ml de HCl diluido, se hierve, se enfría al chorro de agua y se le agregan 50 ml de éter etíli-

co, se pasa al embudo de separación chico, se lava el vaso con 2 porciones de 10 ml de ácido clorhídrico diluido agregando en cada lavado 25 de éter etílico, estos lavados se pasan al embudo de separación grande, se agita, se deja en reposo hasta que la separación de las dos fases sea completa; la fase acuosa se desecha procurando eliminar el residuo de cloruro de plomo. La fase etérea se lava varias veces con agua hasta que el último lavado no dé reacción ácida al papel indicador de pH; luego de filtrar, evaporar el éter en recipiente cerrado, pasando una corriente de bióxido de carbono para evitar la oxidación de los ácidos grasos.

### 3.11.5 INTERPRETACION

Al residuo anterior se le determina su punto de fusión y si permanece estable a 34°C indica la presencia de ácido erúxico.

### 3.11.6 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	NEGATIVO	TRAZAS
MAIZ	NEGATIVO	TRAZAS
ALGODON	NEGATIVO	TRAZAS



ACEITE	MIN.	MAX.
CARTAMO	NEGATIVO	TRAZAS
SOYA	NEGATIVO	TRAZAS
OLIVA	NEGATIVO	NEGATIVO
CACAHUATE	NEGATIVO	TRAZAS
AJONJOLI	NEGATIVO	TRAZAS
COLZA	NEGATIVO	TRAZAS

3.12 IDENTIFICACION DE ACEITE DE CACAHUATE.  
(Prueba de Renard y Evers). (26, 40)

3.12.1 DEFINICION

Este método detecta cualitativamente la presencia de aceite de Cacahuete en aceites vegetales.

3.12.2 APARATOS

- 1) Tubos de ensayo de 25 x 150 mm.
- 2) Baño maría en regulador de temperatura.
- 3) Termómetro de 0-50°C.

3.12.3 REACTIVOS

- 1) Solución alcohólica de Hidróxido de Potasio.  
Preparación de la solución. Disolver en 50 ml de alcohol al 70%, 4.25 g de hidróxido de potasio.
- 2) Solución de Acido Acético.  
Preparación de la solución. Se disuelven 14.5 ml de ácido acético glacial en aproximadamente 50 ml de agua, de tal manera que 1.5 ml de esta solución sean exactamente neutralizados por 5 ml de la solución alcohólica de hidróxido de potasio.
- 3) Acido clorhídrico concentrado.
- 4) Alcohol etílico al 70%.

3.12.4 PROCEDIMIENTO

Se coloca 1 g de muestra en un tubo de ensayo, se le agregan 5 ml de la solución alcohólica de hidróxido de pota-

sio, se calienta aproximadamente 35 minutos hasta que la saponificación sea completa y cuando el líquido presente un aspecto claro y uniforme, se agregan 1.5 ml de la solución de ácido acético, se tapa bien el tubo, se coloca en el baño maría a 18°C por 30 minutos mínimo; se agita de vez en cuando, se le agregan 50 ml de alcohol etílico de 70% que contenga por cada 100 ml de alcohol 1 ml de ácido clorhídrico; se mezcla bien la solución y se coloca nuevamente en el baño maría a 10°C durante una hora.

### 3.12.5 INTERPRETACION

El aceite de cacahuete se identifica por la presencia de un precipitado o turbidez fácilmente perceptible, que puede ser hasta 5% aproximadamente del aceite de cacahuete.

NOTA: El precipitado formado aumenta al aumentar la cantidad de aceite de cacahuete.

Aunque hay algunos aceites que dan precipitado, este se destruye cuando se vuelve a calentar y se enfría a 18°C.

### 3.12.6 ESPECIFICACIONES. (46-51, 81, 82, 83)

ACEITE	VALOR	
	MIN.	MAX.
GIRASOL	NEGATIVO	TRAZAS
MAIZ	NEGATIVO	TRAZAS

ACEITE	MIN.	MAX.
ALGODON	NEGATIVO	TRAZAS
CARTAMO	NEGATIVO	TRAZAS
SOYA	NEGATIVO	TRAZAS
OLIVA	NEGATIVO	NEGATIVO
CACAHUATE	POSITIVO	POSITIVO
AJONJOLI	NEGATIVO	NEGATIVO
COLZA	NEGATIVO	TRAZAS

### 3.13 IDENTIFICACION DE ACEITE DE AJONJOLI.

(Prueba de Villavechia-Baudouin). (26, 40)

#### 3.13.1 DEFINICION

Este método determina cualitativamente la presencia de aceite de Ajonjolí en aceites vegetales.

#### 3.13.2 APARATOS

- 1) Tubos de ensayo de 25 x 250 mm.
- 2) Material común de laboratorio.

#### 3.13.3 REACTIVOS

- 1) Acido clorhídrico concentrado.
- 2) Solución de furfural.

Preparación de la solución. A 100 ml de alcohol etílico-anhidro se adicionan 2 ml de furfural y se mezclan perfectamente.

- 3) Sacarosa.
- 4) Reactivo de Baudouin.

Preparación del reactivo. Se pesan 100 mg de sacaro  
sa, se colocan en un tubo de ensayo, se agregan 10  
ml de ácido clorhídrico y se agita hasta disolución  
completa.

5) Reactivo de Villavechia.

Preparación del reactivo. 100 ml de alcohol etílico  
se le agregan a 2 ml de furfural.

3.13.4 PROCEDIMIENTO

Villavechia.

En un tubo de ensayo se mezclan 10 ml de la muestra lí-  
quida con un volumen igual de ácido clorhídrico. Se  
agregan 0.1 ml de reactivo de Villavechia. Se agita  
durante 15 segundos y se deja reposar hasta que se rom-  
pa la emulsión.

Baudouin.

En un tubo de ensayo se mezclan 10 ml de la muestra lí-  
quida con 10 ml de la solución clorhídrica al 1% de sa-  
carosa, se agita durante 15 segundos y se deja reposar  
hasta que se rompa la emulsión.

3.13.5 INTERPRETACION

Se observa inmediatamente el color formado en la porción

inferior, después que la emulsión se ha separado. La aparición de un color rosa o carmesí se considera positiva. En caso de duda, se pueden agregar 10 ml de agua y agitar 15 segundos, se deja reposar hasta que las dos porciones se separen. Si el color persiste, la muestra tiene aceite de ajonjolí. Si el color desaparece la prueba es negativa.

NOTAS: Se debe observar el color tan pronto como sea posible; éste debe ser carmesí o magenta y debe observarse antes de que sea cubierto por el desarrollo de otros colores no característicos.

Se debe efectuar una prueba testigo con los reactivos, para asegurar que éstos no produzcan una coloración que interfiera la prueba.

La intensidad del color es de cierto grado proporcional a la cantidad de aceite de ajonjolí presente en la muestra. Por comparación con muestras que contengan cantidades conocidas de este aceite, se puede tener una idea de la cantidad de aceite de ajonjolí presente en la muestra ensayada.

### 3.13.6 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR	
ACEITE	MIN.	MÁX.
GIRASOL	NEGATIVO	TRAZAS

ACEITE	MIN.	MAX.
MAIZ	NEGATIVO	TRAZAS
ALGODON	NEGATIVO	TRAZAS
CARTAMO	NEGATIVO	TRAZAS
SOYA	NEGATIVO	TRAZAS
OLIVA	NEGATIVO	NEGATIVO
CACAHUATE	NEGATIVO	TRAZAS
AJONJOLI	POSITIVO	POSITIVO
COLZA	NEGATIVO	TRAZAS



### 3.14 IDENTIFICACION DE ACEITE MINERAL. (26, 40)

#### 3.14.1 DEFINICION

Esta prueba determina cualitativamente la presencia de aceite mineral en aceites vegetales.

#### 3.14.2 APARATOS

- 1) Matraces erlenmeyer de 300 ml.
- 2) Pipetas graduadas.
- 3) Probeta de 100 ml.
- 4) Condensador de reflujo.

#### 3.14.3 REACTIVOS

- 1) Solución de hidróxido de potasio (tres partes de KOH con dos partes de agua).
- 2) Alcohol etílico al 95%.

#### 3.14.4 PROCEDIMIENTO

En un matraz erlenmeyer poner 1 ml de aceite y añadir 1 ml de la solución de hidróxido de potasio y 25 ml de alcohol etílico. Ajustar el matraz bajo un condensador de aire, hervir a reflujo y agitar ocasionalmente, hasta que la saponificación sea completa (aproximadamente

5 minutos). Agregar al contenido del matraz 25 ml de agua destilada y mezclar.

### 3.14.5 INTERPRETACION

La presencia de cantidades mayores de 0.5% de aceite mineral, es detectada por la aparición de turbidez de la muestra.

### 3.14.6 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL		NEGATIVO
MAIZ		NEGATIVO
ALGODON		NEGATIVO
CARTAMO		NEGATIVO
SOYA		NEGATIVO
OLIVA		NEGATIVO
CACAHUATE		NEGATIVO
AJONJOLI		NEGATIVO
COLZA		NEGATIVO

### 3.15 DETERMINACION DE COLOR (26, 40)

#### 3.15.1 DEFINICION

Este método determina el color por comparación, con cristales de características de color conocidas.

#### 3.15.2 APARATOS

1) Colorímetro, Puede ser del tipo Wesson, ó del tipo Stevenson, ó el Tintómetro -- Lovibond modelo 14A.

El más usado es el tintómetro Lovibond, el cual está formado por las siguientes partes.

- a) 3 Rejillas de bakelita con tapas rojas 0.1
- b) 3 Rejillas de bakelita con tapa amarillas 0.1, 1 y 10.
- c) 1 Rejilla de bakelita con tapa transparente 0.1 y 1
- d) 2 Celdas de vidrio
- e) 1 caja adecuada con accesorios
- f) 1 gabinete con luz blanca
- g) 2 lamparas de aceite de 240 volts.
- h) 2 trozos de Carbonato de Magnesio
- i) 1 mortero de porcelana.

- j) 1 libro de formas de análisis
- k) 1 instructivo

2) Casilla de color

3) Vidrios de color

4) Tubos de color.- Tubos de color de vidrio - claro, incoloro con un fondo liso, plano y pulido, y de las siguientes dimensiones: -- Longitud 154 mm. total, diámetro inferior - 19 mm., diámetro exterior 22 mm.

Los tubos de color están provistos con dos marcas, una para indicar una columna de aceite de 133.35mm (5.25"), y otra para indicar una columna de aceite de 25.4mm. (1").

5) Papel filtro, Wathman #12.

### 3.15.3 PROCEDIMIENTO

- 1) Las muestras de aceite, deben ser tratadas - con 0.5 gr. de tierra diatomácea oficial por por 300 gr. de aceite

Se agrega la tierra al aceite y se agita durante 2 1/2 min. a 250 rp. a temperatura ambiente, ó a más de 10° a 15°C arriba del punto de fusión de la grasa. Si es necesario se Filtra con Whatman # 12.

(Blanqueado). El aceite deberá estar absolutamente claro.

ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA

- 2) Ajustar la temperatura a 25° - 35°C y llevar la celda a la marca. Si la muestra no está completamente líquida a 25 - 30°C, calentar a una temperatura de no más de 10°C arriba del punto de completa fusión.
- 3) Se coloca la celda en el tintómetro y se cierra, ahora se colocarán los vidrios rojos y amarillos que sean necesarios para igualar el color del aceite, observando la muestra del aceite y los vidrios a través del visor.

3.15.4 ESPECIFICACIONES. (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR (escala Lovibond)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	-	3.0R, 20.0A
MAIZ	-	4.5R, 35.0A
ALGODON	-	4.5R, 35.0A
CARTAMO	-	1R , 15.0A
SOYA	-	3.0R, 20.0A
OLIVA	-	2.0R, 20.0A
CAHAUATE	-	2.0R, 20.0A
COLZA	-	3.0R, 30.0A
AJONJOLI	-	1.5R, 20.0A

### 3.16 PRUEBA DE ENFRIADO. (26, 40)

#### 3.16.1 DEFINICION

Este método mide la resistencia de la muestra a la cristalización, y es comunmente usada como un índice de winterización.

#### 3.16.2 APARATOS

- 1) Botellas para muestra de aceite completamente limpias y secas de 115 ml.
- 2) Recipiente de baño de agua fría a 0°C (se utilizarán hieños).

#### 3.16.3 PROCEDIMIENTO

- 1) Filtrar una suficiente cantidad de muestra (200-300 ml.) a través de un papel filtro y después calentar la porción filtrada. Quitar la muestra cuando haya alcanzado una temperatura de 130°C.

El propósito de este tratamiento preliminar, es para remover trazas de humedad y para destruir algunos núcleos cristales, los cuales pueden estar presentes provocando una cristalización prematura ó turbidez.

- 2) Llenar completamente la botella con la muestra e insertar un corcho hermético. Ajustar a 25°C el

baño de agua y después sellar con parafina.

- 3) Sumergir la botella con la muestra en el hielo y baño de agua, hasta que ésta esté cubierta completamente por el agua y hielo.
- 4) Es muy importante que se mantenga la temp. a 0°C.
- 5) A las "X" horas y media se sacará la botella del baño de agua, y se examinará la presencia de cristales ó turbidez.

Para pasar la prueba, la muestra debe estar clara, limpia y brillante.

#### 3.16.4 ESPECIFICACIONES. (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR (horas)
ACEITE	MIN.
GIRASOL	7:30
MAIZ	15:0
ALGODON	10:0
CARTAMO	5:30
SOYA	5:30
OLIVO	6:30
CACAHUATE	1:0
COLZA	5:30
AJONJOLI	5:30

### 3.17 PRUEBA DE TITER. (26-40)

#### 3.17.1 DEFINICION

Este método determina el punto de solidificación de los ácidos grasos.

#### 3.17.2 APARATOS

- 1) Para titers arriba de 35°C; vaso de forma baja Griffin, de 2 litros de capacidad y botella de boca ancha, de capacidad de 450 ml., altura 190 mm., diámetro interior del cuello 38 mm.
- 2) Para titer de 35°C, y abajo: puede usarse un vaso de vidrio en vez de acero inoxidable, si se desea para observar la muestra durante la prueba. En este caso, los vasos de 5800 ml. y 8000 ml. de acero inoxidable con la aislación de corcho a tierra entre ellos, pueden reemplazarse con un vaso sencillo de vidrio de 8000 ml.
- 3) Tubos de prueba, longitud 100 mm. de diámetro 25 mm., con ó sin aro. Estos tubos pueden tener una marca extendiéndose alrededor del tubo a una distancia de 57 mm. del fondo para mostrar la altura a la cuál el tubo debe llenarse.
- 4) Vasija de saponificación: esta puede ser un fras-



co, vaso, ó caserola de una capacidad conveniente. La forma de esta vasija no es importante, mientras sea satisfactoria para la saponificación.

- 5) Agitador, 2 a 3 mm. de diámetro exterior con un extremo doblado en forma de un lazo de 19 mm. de diámetro exterior, puede usarse vidrio, nicromo, acero inoxidable ó alambre monel. El extremo superior puede estar formado para acomodar un agitador manual ó puede sujetarse a un agitador mecánico.
- 6) Termómetro de laboratorio, 0 - 150°C.
- 7) Termómetro de prueba de Titer.
- 8) Papel filtro, cualitativo, grado de filtrado rápido.

### 3.17.3 REACTIVOS

- 1) Solución de Glicerol-cáustica: con la ayuda de calor disuelva 250 g. de hidróxido de potasio sólido en 1250 g. de glicerina (grado C.P. ó dinamita).

Para evitar espumeo, no caliente arriba de 135° a 145°C.

- 2) Diluido de ácido sulfúrico, 30% por peso de  $H_2SO_4$ . Esto se prepara agregando 16 ml. de ácido sulfúrico

co (Grav. Esp. 1.84) a 70 ml. de agua destilada.

3) Glicol etileno.

4) Hielo seco (dióxido de carbono sólido).

#### 3.17.4 PROCEDIMIENTO

a) Preparación de los Ácidos Grasos.

- 1) Pese cerca de 110 g. de glicerol-cáustico dentro de una vasija de saponificación. Agite y caliente a 150°C. Agregue cerca de 50 ml. de muestra de aceite ó grasa fundida y vuelva a calentar a 140° a 150°C. En algunos casos puede ser necesario una poca de solución adicional, para asegurar una saponificación completa.
- 2) Continúe moviendo hasta completar la saponificación (ver Nota 1). Aproximadamente 2 horas.

PRECAUCION: No caliente arriba de 150°C.

- 3) Enfríe ligeramente, agregue cerca de 200 a 300 ml. de agua destilada, mueva la masa bien y caliente hasta disolver el jabón. Agregue cuidadosamente mientras mueve, 50 ml. de  $H_2SO_4$  al 30%. Hierva hasta que los ácidos grasos estén completamente fundidos y claros. (se forman 2

capas: arriba clara, abajo obscura).

Puede agregarse agua adicional antes ó durante la ebullición si se desea. Si se usa un mechero de gas para calentar, el nivel de agua se mantiene lo suficientemente alto para prevenir quemadura sobre el lado del plato.

Checar que no pase de 150°C.

- 4) Quite la capa acuosa (es la capa clara, la de arriba) conteniendo el  $H_2SO_4$ . Otra vez agregue agua y hierva por 2 a 3 minutos ó hasta que los ácidos grasos estén completamente fundidos y claros. Los ácidos de alto punto de derretimiento, muchas veces son lentos para fundir y aclarar. Inspeccione la capa de ácido graso mientras está quieta, para estar seguro que todo se ha fundido.
- 5) Quite el agua otra vez y, si es necesario, repita el lavado como se indica en el párrafo 4, hasta que el agua de lavado esté neutral al indicador de anaranjado de metilo.
- 6) Transfiera los ácidos grasos a un papel filtro para que no incluyan nada de agua. El papel filtro puede sujetarse sobre un pequeño vaso sin embudo. Los ácidos deben quedar completa

mente fundidos, hasta que estén completamente filtrados.

- 7) Caliente los ácidos filtrados sobre un plato caliente a  $130^{\circ}\text{C}$ , para quitar las huellas de humedad y llene un tubo de prueba titer a una altura de 57 mm. del fondo.

PRECAUCION: La muestra no se mantiene a  $130^{\circ}\text{C}$ , ni se vuelve a calentar a esta temperatura más de una vez. Si hay una humedad excesiva, deje que el agua se asiente, decante los ácidos grasos y después vuelva a filtrar y vuelva a calentar.

Estos ácidos deben estar perfectamente secos.

b) Solidificación de los Acidos Grasos

- 1) Para titer de arriba de  $35^{\circ}\text{C}$ : llene el baño de agua hasta el nivel designado, y ajuste la temperatura 15  $20^{\circ}\text{C}$  abajo del punto de titer esperado.
- 2) Para titer de  $35^{\circ}\text{C}$  y abajo: llene el baño con glicol de etileno al nivel designado. Inserte la criba de acero inoxidable, y coloque hielo seco justamente abajo del nivel del glicol de etileno.

Triture el hielo seco alrededor de cubos de 0.5 de pulgada, y agregue cuidadosamente para alcanzar la temperatura deseada. Mantenga la temperatura del baño a 15 a 20° abajo del punto del titer de la muestra.

- 3) Coloque el tubo de prueba conteniendo los ácidos grasos en el ensamble. Inserte el termómetro titer hasta la marca de inmersión, para que esté equidistante de los lados del tubo.
- 4) Agite, con la varilla de agitación en una forma vertical, a la proporción de 100 movimientos completos hacia arriba y hacia abajo por minuto (ver Nota 2). El agitador se mueve a través de una distancia vertical de cerca de 38 mm. La agitación se inicia mientras la temperatura es de por lo menos 10°C arriba del punto de titer.
- 5) Agite la proporción indicada hasta que la temperatura permanezca constante por 30 segundos, ó empiece a elevarse en menos de un intervalo de 30 segundos. Deje de mover inmediatamente, saque el agitador ó súbalo fuera de la muestra, y observe el aumento en la temperatura. "El punto de titer es la temperatura más alta indi

cada por el termómetro durante esta subida".  
 Generalmente las determinaciones duplicadas,  
 se espera que coincidan dentro de 0.2°C.

3.17.5 ESPECIFICACIONES. (46-51, 81, 82, 83)

	VALOR (°C)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	15	21
MAIZ	14	20
ALGODON	31	37
CARTAMO	15	18
SOYA	20	27
OLIVA	16	22
CACAHUATE	26	32
COLZA	11.5	15.0
AJONJOLI	20	25

### 3.18 NUMEROS DE REICHERT-MEISSL Y POLENSKE. (26, 40)

#### 3.18.1 DEFINICIONES

REICHERT-MEISSL: expresa los mililitros de álcali 0.1N necesarios para neutralizar los ácidos grasos volátiles solubles en agua, provenientes de 5 g de lípido en condiciones específicas.

POLENSKE: expresa los mililitros de álcali 0.1N necesarios para neutralizar los ácidos volátiles insolubles en agua, provenientes de 5 g de aceite en determinadas condiciones.

#### 3.18.2 MATERIAL

- 1) Probeta graduada de 25 cm<sup>3</sup>.
- 2) Bureta de 50 ml, graduada en 0.1.
- 3) Piedra pómez.
- 4) Alambre de aluminio.
- 5) Papel filtro de 9 cm de diámetro.
- 6) Material común de laboratorio.
- 7) Balanza analítica.
- 8) Aparato de destilación de vidrio.
- 9) Baño de agua con regulador de temperatura.

#### 3.18.3 REACTIVOS

- 1) NaOH al 50%.

- 2)  $H_2SO_4$  diluido.
- 3) Hidróxido de Bario 0.1N.
- 4) Hidróxido de Sodio 0.1N.
- 5) Solución de soda glicerizada.
- 6) Sulfato de plata.
- 7) Alcohol etílico al 95%, neutro a la fenolftaleína
- 8) Fenolftaleína al 1% en alcohol etílico al 95%.

#### 3.18.4 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra por analizar debe estar completamente líquida, limpia y seca; en caso contrario, pasarla a través de papel filtro, para eliminar cualquier impureza, como humedad.

#### 3.18.5 PROCEDIMIENTO

##### a) Índice de Reichert-Meissl.

Dentro de un matraz de destilación de 300 ml., determinar la masa exactamente de 5 g de muestra; agregar 20 ml. de sosa glicerizada y calentar hasta saponificación completa. El final de la saponificación puede tomarse cuando la muestra se toma completamente clara. Agitar suavemente el matraz, si es que se forma espuma.

Agregar 135 ml de agua destilada, recientemente hervida, primero gota a gota para evitar la formación de espuma. Después agregar 6 ml de ácido sulfúrico diluido



y unos trocitos de piedra pómez.

Conectar el matraz con el aparato de destilación y destilar sin previa fusión de los ácidos grasos. El matraz de destilación se descansa sobre una placa de asbesto que debe tener un orificio en el centro, de 50mm de diámetro. Regular la flama del mechero de tal manera que se obtengan 110 ml de destilado en 30 minutos  $\pm$  2 minutos. Este destilado deberá gotear en el matraz receptor a una temperatura no mayor de 20°C.

Cuando se han separado 110 ml separar la flama y sustiuir el matraz receptor por una probeta de 25 ml para recoger las gotas que puedan caer, después que la flama ha sido retirada.

Mezclar con agitación suave el contenido del matraz y sumergir éste, casi en su totalidad, en agua a 15°C, durante 15 minutos.

Filtrar los 110 ml del destilado a través de un papel filtro seco de 90 mm de diámetro. Titular 100 ml con NaOH 0.1% empleando 0.5 ml de la solución de fenolftalefna, hasta la aparición de un color rosado, que persista de 2 a 3 minutos.

Preparar y efectuar una prueba testigo, procediendo de modo semejante a cada uno de los pasos anteriores, omitiendo la cantidad de muestra.

## b) Índice de Polenske.

Separar los ácidos grasos remanentes solubles en agua, de los ácidos grasos insolubles en agua que están sobre el papel filtro, lavando con 3 porciones sucesivas de 15 ml de agua destilada, estas porciones deben pasarse previamente a través del refrigerante de la probeta de 25 ml de la alargadera y del matraz receptor de 110 ml. Finalmente, estos lavados con agua se desechan.

Disolver los ácidos grasos insolubles en agua, repitiendo los lavados descritos anteriormente, pero usando tres porciones de 15 ml de alcohol etílico, previamente neutralizado a la fenolftaleína.

Juntar los tres lavados alcohólicos y titular con la solución de NaOH 0.1N, empleando 0.5 ml de la solución indicadora de fenolftaleína, hasta la aparición de un color rosado, que persista durante 2 a 3 minutos.

3.18.6 EXPRESION DE RESULTADOS

Los índices correspondientes, se calculan mediante las siguientes fórmulas:

$$\text{I.R.M.} = (V_1 - V_2) \times 1.1$$

$$\text{I.P.} = V_3$$

En donde:

I.R.M. = Índice de Reichert-Meissl.

I.P = Índice de Polenske.

$V_1$  = ml de la solución 0.1N de NaOH, empleados en la valoración de los ácidos grasos volátiles.

$V_2$  = ml de la solución 0.1N de NaOH, empleados en la prueba testigo.

$V_3$  = ml de la solución 0.1N de NaOH, empleados en la valoración de los ácidos grasos volátiles insolubles.

### 3.18.7 ESPECIFICACIONES. (46-51, 81, 82, 83)

a) Índice de Reichert-Meissl.

	VALOR (%)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	-	
MAIZ	-	0.05
ALGODON	-	
CARTAMO	-	0.05
SOYA	-	1.0
OLIVA	-	1.2
CACAHUATE	-	1.6
AJONJOLI	1.0	2.8
COLZA	-	0.05

## b) Índice de Polenske.

	VALOR (%)	
	MIN.	MAX.
ACEITE		
GIRASOL	-	
MAIZ	-	0.05
ALGODON	-	
CARTAMO	-	0.05
SOYA	-	1.0
OLIVA	-	2.5
CACAHUATE	-	0.5
AJONJOLI	-	1.0
COLZA	-	0.5

### 3.19 CROMATOGRAFIA DE LIQUIDOS (ANTIOXIDANTES) (26, 40)

#### 3.19.1 DEFINICION

Este método determina la concentración en ppm de anti oxidantes que contiene una muestra de aceite.

Aplicable a Propil Galato (PG), 2, 4, 5 - trihidroxibu tirofenona (THDP), ter-butilhidroquinona (TBHQ), áci do nordihidroguaiarético (NDGA), 2 y 3-tert-butil-4 hidroxianisol (BHA), 2, 6-di-tert-butin-4-hidroxi metil fenol (Ionox 100) y 3.5-di-tert-butin-4-hidroxitolue no (BHT).

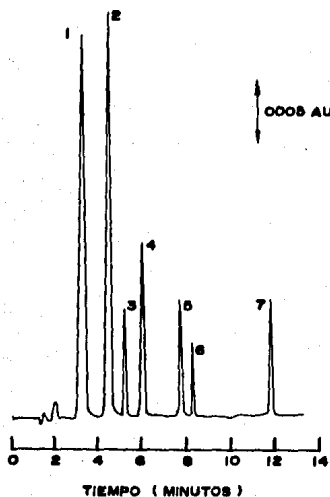
#### 3.19.2 PRINCIPIO

La muestra es diluída en hexano y los antioxidantes son extraídos en acetonitrilo. La solución concentra da es diluída con un volúmen igual de isopropanol e inyectada en un cromatógrafo de líquidos con detec ción al UV a 280 nm.

#### 3.19.3 APARATOS Y REACTIVOS

a) Cromatógrafo de líquidos con gradiente. Equipado con registrador, válvula de inyección para 20 micro litros de muestra y detector para medir absorbancia a 280 nm. Condiciones de operación: sensibilidad del detector 0.05 AUFS; constante de tiempo 0; tempe

ratura ambiente y rango de flujo 2 ml/minuto. b) Coluna cromatográfica. Columna de acero inoxidable, 250 x 4.6 mm de diámetro interno, empacado con partícular de 10 milimicras LiChrosorb RP-18 o su equivalente. Si se desea, usar guardacolumna. La separación de los 7 antioxidantes de la línea base debe ser obtenida como se muestra en la siguiente figura:



Separación cromatográfica de estándares de antioxidantes. 0.2 microgramos cada antioxidante: 1, PG, 2, THBP; 3, TBHQ; 4, NDGA; 5, BHA; 6, Ionox-100; 7, BHT

c) Material de vidrio. Enjuagado todo el material de vidrio con  $\text{CHCl}_3$  (triclorometano), acetona y metanol (en este orden) y secar con nitrógeno. d) Solventes. Acetonitrilo, 2-propanol y hexano grado HPLC. e) Fase móvil. Usar solvente grado HPLC o su equivalente.

A.- Agua destilada con 5% de ácido acético.

B.- Acetonitrilo con 5% de ácido acético.

Usar gradiente lineal de 30% de B en A a 100% de B sobre 10 minutos con 4 minutos de espera en 100% de B a 2 ml/min. Para muestras únicamente, incrementar el rango de flujo a 6 ml/min en 100% de B por 5 minutos o hasta que los lípidos no polares sean eluidos. Para muestras y estándares, regrese a 30% de B en A sobre 1 minuto a 2 ml/min y permita que la línea base, presión y composición de la fase móvil se estabilicen (cerca de 10 min). Corra un blanco del gradiente (sin inyección). Los picos que interfieran con la detección de algún antioxidante no deben estar presentes. Si los picos pequeños están presentes y no pueden ser eliminadas, corregir por interferencia todas las alturas de picos relevantes.

f) Antioxidantes. BHA (mezcla de 2 y 3 BHA), BHT, TBHQ, Ionox 100, THBP, PG y NDGA.

g) Solución estándar. Refrigerar todas las soluciones antioxidantes protegidas de la luz. Preparar todas las soluciones con una mezcla de : a 2 propanol/ acetonitrilo.

(1) Solución stock. 1 mg/ml. Exactamente pesar 50 mg de cada antioxidante a un matr az volum etrico de 50 ml; diluir a vol umen y mezclar.

(2) Soluci on est andar. 0.01 mg/ml (10 microgramos/ml). Pipetear 1 ml de la soluci on stock dentro de un matr az volum etrico de 100 ml; diluir a vol umen y mezclar.

h) Solventes de extracci on. Saturar hexano y acetonitrilo por agitaci on; juntos por 2 minutos y posteriormente separarlos. Usar el solvente saturado en la ex-tracci on.

#### 3.19.4 DETERMINACION

a) Extracci on.

(1) Aceites l iquidos. Pese exactamente 20 g de aceite dentro de un vaso y transfiera cuantitativamente dentro de un matr az volum etrico de 100 ml, lavando el vaso con hexano y mezclando. Pipetear una alfcuota de 25 ml dentro de un embudo de separaci on de 125 ml; extraer con 3 porciones de 50 ml de acetonitrilo. Si se forma emulsi on, romperla sosteniendo el embudo bajo un chorro de agua caliente, durante 5 - 10seg. Colectar los extractos en un embudo de separaci on de 250 ml y permitir que se combinen los extractos lentamente, escurriendo dentro de un matraz para ayudar a la extracci on de gotitas de aceite-hexano.



NOTA: En este punto, los 150 ml de acetonitrilo extraídos pueden ser almacenados por toda la noche en refrigeración.

Evaporar 3-4 ml, usando un evaporador con baño de agua  $\leq 40^\circ$  y completando la evaporación en menos de 10 minutos. NOTA: La pérdida de TBHQ puede ocurrir si el tiempo de evaporación es prolongado.

Usar una eficiente fuente de vacío y agua fría-hielo para disminuir el tiempo de evaporación. Usando una pipeta, transferir la mezcla de gotas de aceite-acetonitrilo a una probeta graduada de 10 ml. Lavar el matraz con pequeñas porciones de acetonitrilo no saturado y transferir con una pipeta 5 ml del lavado a una probeta. Lavar la pipeta y continuar lavando el matraz con pequeñas porciones de 2-propanol; hasta que exactamente 10 ml sean colectados. Mezclar el contenido de las probetas.

NOTA: Evitar demorarse en el análisis después de preparar la solución de la muestra, ya que puede haber pérdida de TBHQ.

b) Cromatografía. Inyectar a la columna por duplicado, 20 ml de la solución preparada de la muestra y programar los solventes como se describió.

Inyectar 20 ml de la solución preparada de la solución estándar de antioxidante (10 microgramos/ml) y programar los solventes como se describió para antes y después cada muestra. Para los picos de muestras en la

escala, cuantificar las soluciones de muestras diluidas con 2-propanol y acetonitrilo (1:1). Identificar los picos por comparación con los tiempos de retención del estándar.

Realizar la determinación de un blanco de reactivos, sustituyendo 25 ml de hexano por aceite-hexano. Continuar la extracción como en (1) comenzando en "Pipetear una alícuota de 25 ml...". Inyectar 20 microlitros de la solución blanco de reactivos y programar los solventes como se describió. Los picos que interfieran con la determinación de algún antioxidante no deben estar presentes. Usando el cromatograma del blanco de gradiente como guía para seguir la línea base. Determinar la altura del pico de la muestra del antioxidante de las inyecciones por duplicado (corregidas por el blanco de reactivos y gradiente) y la altura del pico del estándar de antioxidante de las inyecciones por duplicado antes y después de la muestra (corregidas por el blanco de gradiente).

### 3.19.5 CALCULOS

Calcular la concentración de antioxidante como sigue:

$$\text{ppm Antioxidantes} = \left( \frac{R}{R'} \right) \times (C_s W_x) \times D$$

R = Altura del pico de la muestra.

R' = Altura del pico del estándar.

$C_s$  = Concentración del estándar en microgramos/ml.

$W_x$  = Peso de la muestra en gramos/ml en 10 ml de la extracción final.

D = Factor de dilución, si la solución inyectada es diluida

### 3.19.6 ESPECIFICACIONES (46-51, 81, 82, 83)

El valor de antioxidantes es el mismo para todos los aceites (Girasol, Maíz, Algodón, Cártamo, Soya, Oliva, Cacahuete, Ajonjolí y Colza).

ANTIOXIDANTE	RANGO (ppm)	$S_x$	$S_o$
PG	19-201	3.3-7.6	2.2-7.6
THBP	20-210	1.3-6.5	1.0-5.2
TBHQ	19-205	2.5-26.0	1.5-9.5
NDGA	18-98	0.5-4.9	0.3-4.7
BHA	19-207	0.7-7.8	0.4-6.5
Ionox-100	20-217	0.7-14.7	0.7-12.2
BHT	20-210	0.9-5.2	0.9-3.5

## 3.20 PRUEBA DE ESTABILIDAD

Método del Oxígeno Activo (AOM). (26, 40)3.20.1 DEFINICION

Estabilidad de grasas. Es el tiempo medido en horas que tarda una grasa en alcanzar un índice de peróxido preestablecido bajo las condiciones específicas de la prueba de la oxidación de los ácidos grasos insaturados.

3.20.2 FUNDAMENTO

Este método se basa en medir el tiempo requerido de una grasa para alcanzar un valor de peróxido específico. La rancidez de la grasa se acelera considerablemente al llevarla a una temperatura de 97.8°C y hacerle pasar una corriente de aire a un flujo constante, lo que permite la formación de peróxido como producto de la oxidación de la grasa.

3.20.3 APARATOS

- 1) Tubo de ensayo de 25 x 200 mm con tapón de plástico.
- 2) Tubos capilares de 50 mm.
- 3) Frascos de boca ancha con tapón de plástico horadado.
- 4) Pinza Mohr.
- 5) Mangueras de plástico.
- 6) Pipetas volumétricas de 10 ml.

- 7) Material común de laboratorio.
- 8) Balanza analítica.
- 9) Bomba de aire.
- 10) Baño de temperatura constante o calentador el cual mantendrá todas las muestras a una temperatura de  $97.8^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ .
- 11) Distribuidor de aire construido de acero inoxidable, níquel, aluminio o vidrio. Los capilares deben ser calibrados para permitir el mismo flujo ( $\pm 10\%$ ) a través de cada salida cuando el flujo total sea ajustado a 2.33 ml por tubo por segundo.
- 12) Tren purificador de aire:
  - a) Tubo de entrada de aire comprimido equipado con válvula de aguja de acero inoxidable.
  - b) Columna lavadora de aire consistente de una probeta de 50 mm diámetro exterior y 375 mm de altura, que contenga agua destilada.
  - c) Columna lavadora de aire consistente de una probeta de 50 mm diámetro exterior y 375 mm de altura, que contenga una solución de 2% de dicromato de potasio en ácido sulfúrico al 1%.

Llenarla a aproximadamente 25 cm de profundidad y cambiarla después de 72 hrs. de operación continua.
  - d) Columna lavadora de aire consistente en una probeta de 50 mm de diámetro exterior a 375 mm de

altura. Conteniendo agua destilada llenar a aproximadamente 25 cm de profundidad. Reempláze ésta a la primera aparición de un color amarillo.

- e) Condensador enfriado con agua.
- f) Trampa, botellas de 16 Oz. de boca ancha conteniendo fibra de vidrio.
- g) Dos columnas reguladoras de presión de 50 mm de diámetro exterior y 375 mm de altura, conteniendo agua destilada. Llenar a una profundidad de 20 cm.

La regulación de la presión puede también obtenerse por medio de una válvula de presión apropiada.

#### 3.20.4 REACTIVOS

- 1) Agua, mencionándose cuando deberá utilizarse destilada y/o desmineralizada.
- 2) Solución de Permanganato de Potasio al 2% (m/v).
- 3) Solución de Dicromato de Potasio al 2% (m-v) conteniendo 1% (v/v) de ácido sulfúrico concentrado.
- 4) Vaselina líquida U.S.P. 130.

#### 3.20.5 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra líquida deberá agitarse para lograr una completa homogeneidad. Debe estar libre de Humedad y lim

pía.

### 3.20.6 PROCEDIMIENTO

Vacfe cuidadosamente 20 ml en tres tubos, vacfese cuidadosamente en el centro del tubo de modo que no se manche la parte superior del tubo y consecuentemente el tapón.

Insértese el ensamble aereador al tubo y ajuste de modo que el tubo de descarga del aire esté 5 cm (2") debajo de la superficie de la muestra.

Colóquese el tubo con la muestra a bañomaria por 5 minutos. Al final de este tiempo, sáquese del baño, séquese y cámbiese inmediatamente al baño de temperatura constante manteniendo la temperatura de la muestra a  $97.8^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ . Conéctese el tubo de aereación al capilar del tren aereador, habiéndose ajustado previamente el flujo del aire y anotando el tiempo de inicio de la prueba. Conectar un tubo y después los otros exactamente 1 hora después el segundo del primero y 1 hora después el tercero del segundo.

El número que se reporta como el valor de estabilidad AOM es el tiempo requerido en horas por la muestra para llegar a un valor de peróxido de 100 miliequivalentes y debe ser el promedio de 2 muestras.

Periódicamente y de preferencia a intervalos de 1 hora,

inspeccionar el olor de los tubos. Al notar un olor rancio, tomar una muestra de 1 g del primer tubo y determinar el índice de peróxido de la muestra. Si el número de peróxido determinado está entre 75 y 175 miliequivalentes, efectuar otra determinación usando 5 g de muestra. Si el resultado indica un número de peróxido mayor de 175, descartar la muestra. Si el valor es de menos de 75 m.e. estime la muestra. Si el valor es de menos de 75 m.e.; estime cuando la muestra alcanzará el valor de 75 m.e. y haga otra determinación del número de peróxido.

Haga una segunda determinación de número de peróxido sobre la misma muestra, usando 5 g de muestra, exactamente 1 hora después de la primera muestra.

Lo anterior da 2 valores de peróxido entre 75 y 225 m.e. Use papel milimétrico rectangular para graficar estos valores contra sus respectivos tiempos de aereación en horas. El valor de estabilidad AOM es el tiempo en horas en el cual una línea recta que conecta estos 2 puntos cruza la coordenada de 100 m.e. Repita este procedimiento sobre la muestra duplicada y reporte el promedio de los 2 resultados.

3.20.7 ESPECIFICACIONES. (46-51, 81, 82, 83)



	VALOR (horas)
ACEITE*	MÍN.
GIRASOL	16
MAIZ	20
ALGODON	16
CARTAMO	10
SOYA	10
OLIVA	20
CACAHUATE	16
AJONJOLI	16
COLZA	10

\* Sin antioxidantes.

## **CAPITULO IV**

### **RECURSOS MATERIALES**

#### 4. RECURSOS MATERIALES.

Los recursos materiales que va a necesitar el laboratorio para su montaje, se van a clasificar en dos:

4.1 Aparatos de Laboratorio.

4.2 Material Químico.

##### 4.1 APARATOS DE LABORATORIO

En este punto aparece una tabla (Tabla No.1), en donde se mencionan los aparatos de laboratorio requeridos para cada uno de los análisis. También en esta tabla se sugieren algunos modelos de alta precisión.

El laboratorio debe contar como mínimo con el siguiente equipo para realizar los análisis fisicoquímicos mencionados en el capítulo IV.

Tabla No. 1 LISTA DE APARATOS REQUERIDOS PARA EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD.

A P A R A T O	CAPACIDAD	CANTIDAD
1. POTENCIOMETRO -Digital pH-Meter ES32 Metrohm Herisau	1 muestra	2
2. MUFLA -Hevi Duty Electronic Corporation Tipo 051-PT	7 - 8 muestras (hasta 1,100°C)	1
3. ESTUFA -Doble capacidad Napco Modelo 430	6 muestras	1
4. BALANZA ANALITICA -Mettler H80	Lectura hasta 4 décimas Rango: 0.1mg-160.0g	1
5. BALANZA GRANATARIA -Hartner	Cargo máximo 2000 g	1
6. BANO DE AGUA CALIENTE -Water bath GCA Corporation Modelo 4632	Tamaño grande	1
7. BOMBA PARA VACIO -Feli-Weah Modelo 1402	1 muestra	1
8. RAFRACTOMETRO -Tipo depping Modelo 1673	1 muestra	1

Continuación de la Tabla No. 1.

A P A R A T O	CAPACIDAD	CANTIDAD
9. ESPECTROFOTOMETRO a) Perkin Elmer Infrarojo 398	1 muestra	1
b) UV/VIS Hewlett Pack Modelo 8450 A	1 muestra	1
10. CAMARA PARA CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA Incluye: Placa de Vi- drio	1 muestra	1

#### 4.2 MATERIAL QUIMICO (67, 80)

El material químico se encuentra representado en una lista donde se indica el tipo, clase de material y las medidas de dicho material, para poder empezar a trabajar en el Laboratorio.

El mínimo de material necesario para poder realizar los análisis se indica en la tabla No. 2.

Tabla No. 2 MATERIAL QUIMICO REQUERIDO PARA EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD.

MATERIAL	MEDIDA	CANTIDAD
Matraz Kitazato	250 ml	10
"	500 ml	10
Alargadoras para el Kitazato	para 250 ml	10
"	para 500 ml	10
Matraz Erlenmeyer	125 ml	6
"	250 ml	20-25
"	300 ml	20-25
"	500 ml	10-15
"	1000 ml	10
Matraz aforado	50 ml	10
"	100 ml	10
"	250 ml	6-8
"	500 ml	10
"	1000 ml	10
"	2000 ml	3
Vaso de precipitados	40 ml	10
"	80 ml	10
"	150 ml	20
"	250 ml	20
"	300 ml	15
"	600 ml	10-15
Pipeta graduada	0.1 ml	5
"	1 ml	15-20
"	5 ml	15-20
"	10 ml	15-20
"	20 ml	15-20
Pipeta volumétrica	1 ml	15
"	5 ml	15
"	10 ml	20
"	25 ml	20
"	50 ml	20

Continuación de la Tabla No. 2 .

MATERIAL	MEDIDA	CANTIDAD
Probeta	5 ml	10
"	10 ml	10
"	25 ml	10
"	100 ml	8
"	250 ml	5
"	1000 ml	5
Termómetro	De 10 a 110°C	5
"	De 10 a 150°C	3
"	De 10 a 360°C	2
Bureta	25 ml	3
"	50 ml	3
Embudo de separación	125 ml	4
"	500 ml	6
Embudo	Tallo largo vidrio	10
"	Tallo corto plástico	5
"	Tallo corto vidrio	5
Matraz Erlenmeyer con tapón esmerilado	250 ml	6
Varilla de vidrio		2 metros (para 6 varillas)
Desecador	22 cm	1
"	25 cm	2
"	29.5 cm	1
Frasco con tapón esmerilado (para reactivos)	De todos los tamaños. El más usado de 1 lt.	15
Frasco oscuro ámbar con tapón esmerilado	De todos los tamaños	7 - 8
Frasco gotero	60 - 75 ml	10 - 15



Continuación de la Tabla No. 2 .

M A T E R I A	MEDIDA	CANTIDAD
Vidrio de reloj	De diferentes tamaños	15
Crisol de porcelana	Forma baja	20-25
Crisol de porcelana Gooch	Forma baja	20
Embudo buchner de porcelana	Diámetro 10.5 cm	5
Mortero de porcelana con mano	Grande chico	2 1
Cápsula de porcelana	Diámetro 7.5 cm Diámetro 9.5 cm	2 2
Triángulo de porcelana		3
Anillo de fierro	Grande chico	5 5
Bunsen	Grande normal	2 5
Soporte Universal	Grande normal	5 5
Tela de alambre con asbesto		10
Taladracorchos	En todos los tamaños	1
Tripié		5-6
Pinzas	De tenedor	10
"	Para mufia	1
"	Para crisol	2
"	Para matraz	2
"	Para bureta	2
"	Para vasos	2
"	Para cápsulas	1
"	Normales	6

Continuación de la Tabla No. 2 .

M A T E R I A L	MEDIDA	CANTIDAD
Tapones de hule	De todos los tamaños	50-60
Piceta		6
Espátula	De diferentes tamaños	6-8
Guantes de asbesto	Normal	3 pares
Perillas de succión		10
Papel filtro Wathman	No. 4 No. 1 No. 42	2 cajas 2 cajas 1 caja
Tira placas para cromatografía en capa fina		1
Varilla magnética para sacar agitador magnético	Diferentes tamaños	5
Escobillón	Diferentes tamaños	10-15

## **CAPITULO V**

### **CAPACIDAD INSTALADA**

## 5. CAPACIDAD INSTALADA.

En el Laboratorio de Control de Calidad los análisis que se llevarán a cabo de acuerdo a las normas y que requieren del uso de aparatos son los siguientes:

### 5.1 CAPACIDAD DEL APARATO

- |                              |                       |
|------------------------------|-----------------------|
| 1) Humedad y Materia Volátil | 35 muestras/ 3 hrs.   |
| 2) Material Insaponificable  | 6 muestras/ 1 1/2 hr. |
| 3) Indice de Saponificación  | 6 muestras/ 1 hr.     |
| 4) Indice de Refracción      | 6 muestras/ 1 hr.     |
| 5) Cromatografía de líquidos | 20 muestras/ 1 hr.    |

Se contará en el laboratorio como mínimo con 4 químicos analistas, los cuales podrán ir turnando los diferentes análisis. En un día cada uno se podrá dedicar a dos tipos de análisis, tomando en cuenta que en la mayoría de análisis se tienen tiempos ahorcados como son tiempos de destilación, reflujos, etc.

En ese tiempo es cuando se pueden llevar a cabo los otros análisis (análisis rápidos).

Los análisis rápidos son:

- 1) Humedad y Materia Volátil.
- 2) Densidad.

- 3) Índice de Acidez.
- 4) Índice de Saponificación
- 5) Índice de Peróxido.
- 6) Índice de Yodo.
- 7) Identificación de Aceite de Algodón.
- 8) Impurezas Insolubles.
- 9) Identificación de Aceite de Ajonjolí.
- 10) Identificación de Aceite Mineral.
- 11) Identificación de Aceite de Cacahuete.
- 12) Determinación de Color.
- 13) Prueba de Enfriado.
- 14) Prueba de Títer.
- 15) Números de Reichert-Meisel y Polenske.
- 16) Cromatografía de Líquidos (Antioxidantes).

Los análisis que requieren de más tiempo son:

- 1) Materia Insaponificable.
- 2) Índice de Refracción.
- 3) Identificación de Aceite de Nabo.
- 4) Prueba de Estabilidad.

5.2 CAPACIDAD DEL LABORATORIO EN UN DIA\*

(EN CUANTO A EQUIPO)

ANALISIS	No. DE ANALISIS/DIA
1) Humedad y Materia Volátil	35
2) Material Insaponificable	6
3) Densidad	Indefinido
4) Índice de Acidez	30
5) Índice de Saponificación	12
6) Índice de Peróxido	13
7) Índice de Refracción	12
8) Índice de Yodo	15
9) Prueba de Halpen	15
10) Impurezas Insolubles	16
11) Prueba de Twitchell	6
12) Prueba de Renard-Evers	10
13) Prueba de Villavechia-Baudouin	12
14) Identificación de Aceite Mineral	12
15) Determinación de Color	10
16) Prueba de Enfriado	17
17) Prueba de Títer	15
18) Número de Riechert-Meissl y Polenske	13
19) Cromatografía de Líquidos (Antioxidantes)	5
20) Prueba de Estabilidad	5

\* Esta capacidad está calculada para 4 químicos analistas.

Hay que tomar en cuenta tiempo para:

- Preparación de Material.
- Reportes.
- Cálculos.

## **CAPITULO VI**

### **INSTALACIONES**



## 6. INSTALACIONES

### 6.1 DEPARTAMENTO DE QUIMICA (25, 74, 75)

Para que un laboratorio sea reconocido oficialmente, necesita tener las siguientes características:

- 1) Un lugar especial para las balanzas analíticas, ya que éstas son de gran precisión y se descalibran muy fácilmente. Se deben encontrar en mesas firmes y en un cuarto especial.
- 2) Un lugar especial para guardar los reactivos en diferentes estantes. Es muy importante separar los reactivos inflamables, así como los reactivos peligrosos para la salud (Acido Sulfúrico, Sosa, etc).
- 3) Un lugar especial para guardar las muestras en diferentes estantes.
- 4) Es muy importante que el laboratorio cuente con un sistema de extracción, así como una campana, ya que se utilizarán muchos solventes nocivos para la salud.
- 5) Deberán existir instalaciones de gas, agua y vacío.
- 6) Deberá existir un sistema de recirculación de agua, el cual consiste en que el agua sale de un tinaco (que se encuentra en la parte superior del laboratorio) y se reparte en las tuberías. El agua usada caerá en un tanque que se encuentra en la parte inferior del laboratorio;

cuando este tanque está lleno, sube el agua al tinaco y así se sigue la recirculación.

- 7) Deberán existir llaves de seguridad para el gas.
- 8) Debe existir una cantidad de luz suficiente.
- 9) Todos los aparatos se deberán encontrar en espacios amplios, mínimo el espacio que ocupa el aparato a su alrededor.
- 10) Las estufas deberán estar apartadas de los demás aparatos, en un lugar especial.
- 11) La mufla se deberá encontrar separada ya que alcanza muy altas temperaturas.
- 12) Deberá haber un departamento de análisis instrumental para los aparatos especiales como espectrofotómetro, refractómetro, colorímetro, etc.
- 13) La tubería de gas estará por el techo y pintada de un color específico.
- 14) Deberá contar con regaderas distribuidas en diferentes partes para la prevención de accidentes.
- 15) Deberá contar con extinguidores.
- 16) Una mesa para muestreo.
- 17) Mesas de trabajo con un lavabo.
- 18) En cada mesa existirán diferentes gavetas para guardar

material.

- 19) Deberá haber un lavabo específico para lavar todo el material (más grande que el de la mesas de trabajo).
- 20) Es importante que el laboratorio cuente con un manual para la técnica de muestreo.
- 21) Un manual para las técnicas de análisis.
- 22) Un manual de todos los aparatos en uso.
- 23) Debe haber un cubículo dentro del departamento de química para el jefe de Departamento.

6.2 DEPARTAMENTO ADMINISTRATIVO (25, 64, 74, 76, 77)

El área administrativa estará dividida en:

1) Gerencia General.

Se contará con una oficina para el Gerente General, con un apartado para la Secretaria.

2) Gerencia Administrativa.

Se contará con una oficina para el Gerente Administrativo, con un apartado para la Secretaria.

Además se contará con dos privados, uno para el Departamento de Relaciones Humanas y otro para el Departamento de Contabilidad.

3) Gerencia de Supervisión.

Se contará con una oficina para el Gerente de Supervisión con un apartado para la Secretaria.

Además se contará con un privado para el Departamento de Oficinas.

4) Gerencia Técnica.

Se contará con una oficina para el Gerente Técnico, con un apartado para la Secretaria.

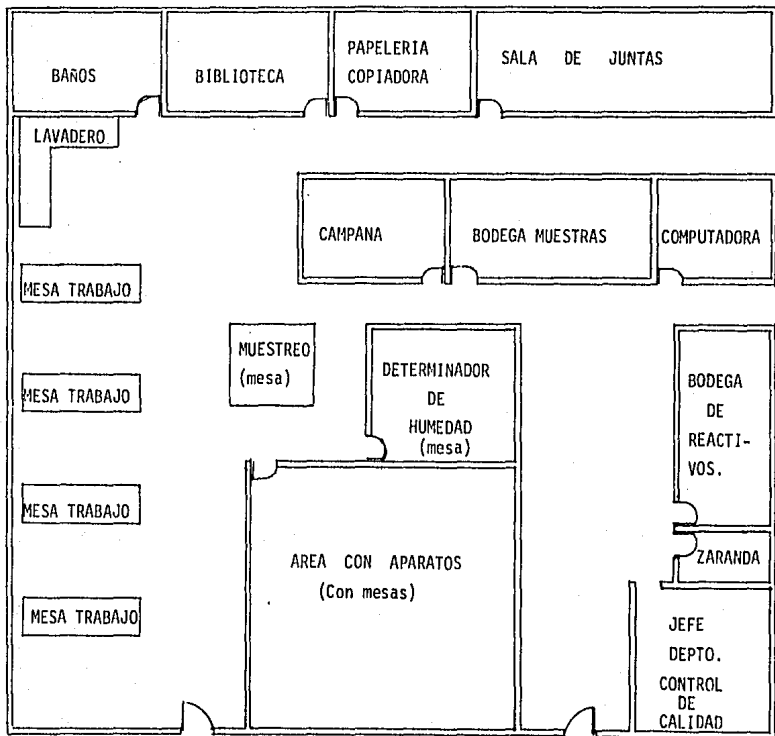
Además se contará con un privado para el Departamento de

## Normalización.

- 5) Se tendrá una sala de juntas cuyas funciones serán:
  - 1) Para juntas.
  - 2) Para proyección.
  - 3) Para capacitación.
- 6) Se tendrá una biblioteca, que estará a cargo de Normalización.
- 7) Un apartado para la fotocopidora y otro para la computadora.
- 8) Baños.

El plano del Laboratorio de Control de Calidad se encuentra re presentado en la figura No. 4 .

Fig. No. 4 PLANO DEL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD



ESC. 1:125

## **CAPITULO VII**

### **INFORMES Y CERTIFICADOS**

## 7. INFORMES Y CERTIFICADOS

Después de que los químicos analistas realicen los análisis fisicoquímicos, deberán registrar los resultados en un cuaderno de notas individual.

La forma a llevar el registro en los cuadernos, dependerá de cada químico.

Una vez que los químicos analistas tengan los resultados en sus cuadernos de registro, los deberán pasar a una libreta de Control de Informes, en la cual se incluirán los siguientes datos:

- 1) Designación.
- 2) Fecha de recepción.
- 3) Fecha de muestreo.
- 4) Procedencia.
- 5) Contrato.
- 6) Registro (interno).
- 7) Destinatario.
- 8) Humedad y Materia Volátil (%).
- 9) Materia Insaponificable (%).
- 10) Densidad (25°C).
- 11) Índice de Acidez (%).
- 12) Índice de Saponificación (%).
- 13) Índice de Peróxido (ppm).
- 14) Índice de Refracción (25°C).
- 15) Índice de Yodo (%).



- 16) Identificación de Aceite de Algodón (neg).
- 17) Impurezas Insolubles (%).
- 18) Identificación de Aceite de Nabo (neg).
- 19) Identificación de Aceite de Cacahuete (neg).
- 20) Identificación de Aceite de Ajonjolí (neg).
- 21) Identificación de Aceite Mineral (neg).
- 22) Determinación de Color (Rojos, Amarillos).
- 23) Prueba de Enfriado (Horas).
- 24) Prueba de Titer (°C).
- 25) Números de Reichert-Meissl y Polenske (%).
- 26) Antioxidantes (ppm).
- 27) Prueba de Estabilidad (Horas).

Fig. No. 5 FORMATO DE CERTIFICACION DE ACEITES VEGETALES COMESTIBLES

CERTIFICADO NO. _____		
PRODUCTO:		
DESCRIPCION DEL TRABAJO:		
PROCEDENCIA:		
CONTRATO:		
	PESO: _____	
<u>ANALISIS DE CALIDAD</u>		
CONCEPTO:		
	RESULTADO: _____	
HUMEDAD Y MATERIAL VOLATIL	(%)	_____
MATERIAL INSAPONIFICABLE	(%)	_____
DENSIDAD	(25°C)	_____
INDICE DE ACIDEZ	(%)	_____
INDICE DE SAPONIFICACION	(%)	_____
INDICE DE PEROXIDOS	(ppm.)	_____
INDICE DE REFRACCION	(25°C)	_____
INDICE DE YODO	(%)	_____
ID. ACEITE DE ALGODON	NEG.	_____
IMPUREZAS INSOLUBLES	(%)	_____
ID. ACEITE DE NABO	NEG.	_____
ID. ACEITE DE CACAHUATE	NEG.	_____
ID. ACEITE DE AJONJOLI	NEG.	_____
ID. ACEITE DE MINERAL	NEG.	_____
COLOR (LOVIBOND)	(R,A)	_____
P. DE ENFRIADO	(HRS)	_____
P. DE TITER	(°C)	_____
NUM. DE REICHERT-MEISSL	(%)	_____
NUM. DE POLENSKE	(%)	_____
ANTIOXIDANTES	(ppm)	_____
P. DE ESTABILIDAD	(HRS)	_____
OBSERVACIONES:	_____	
RESPONSABLE: _____		

## **CAPITULO VIII**

### **CONCLUSIONES**

## 8. CONCLUSIONES

1. Este trabajo presenta una alternativa para implantar, conducir y organizar un Laboratorio de Control de Calidad que analice Aceites Vegetales Comestibles y funcione como un organismo descentralizado que actúe como soporte técnico en empresas gubernamentales e industrias alimentarias.
2. A través del manual de técnicas descrito en esta tesis, el personal estará capacitado para realizar los diferentes tipos de muestreo y las técnicas de análisis que soliciten las industrias; así mismo, se propone un departamento que actualice las normas y técnicas a nivel nacional e internacional.
3. Una de las principales funciones que va a llevar a cabo el Laboratorio, es realizar estrictamente las pruebas fisicoquímicas para detectar adulteraciones, garantizando así la confiabilidad de los certificados expedidos que determinen la aceptación o rechazo de un lote.
4. El buen seguimiento de las técnicas fisicoquímicas mencionadas en este trabajo, reducirá el porcentaje de error, asegurando de esta manera un resultado óptimo.

Con todo esto, se deja la opción abierta a todas las posibilidades, tanto económicas como territoriales que tengan los técnicos y empresarios interesados en montar y dirigir un Laboratorio de Control de Calidad para Aceites Vegetales Comestibles, valorando la impor-

tancia en el mejoramiento de la calidad de nuestros aceites y la creación de fuentes de trabajo dentro de la Industria Nacional.

## **CAPITULO IX**

### **BIBLIOGRAFIA**

1. Ayres, G.H. ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO. Ed. Harper., N.Y. 4a. ed. 1975.
2. Badui, S. QUIMICA DE LOS ALIMENTOS. Ed. Alhambra. Barcelona, España, 2da. ed., 1982.
3. Bernardini, E. TECNOLOGIA DE ACEITES Y GRASAS. Ed. Alhambra. Barcelona, España, 2da. ed., 1973.
4. Cruz Madueño, E. POSIBILIDADES PARA LA EXTRACCION CONTINUA DEL ORUJO DE ACEITUNA HUMEDA. Grasas y Aceites. Vol. 34, Fase. 1, 1983.
5. Charalambous, G. INSTRUMENTAL ANALYSIS OF FOOD. Ed. Academic Press Inc., N.Y., U.S.A., 7a. ed., Vol. I, 1983.
6. Charalambous, G. INSTRUMENTAL ANALYSIS OF FOOD. Ed. Academic Press Inc., N.Y., U.S.A., 7a. ed., Vol. II, 1983.
7. Davis, et al. TRATADO DE MICROBIOLOGIA. Ed. Salvat. Barcelona, España, 5a. ed., 1976.
8. Del Barrio Pérez, A. APLICACION DE LA CROMATOGRAFIA GAS-LIQUIDO, TECNICA DE ESPACIO DE CABEZA, AL PROBLEMA DEL ATROJADO DE ACEITES DE OLIVA. Grasas y Aceites. Vol. 34, Fac. 1, 1983.
9. Desrosier, N.W. CONSERVACION DE LOS ALIMENTOS. Compañía Editorial Continental. México, 2da. ed., 1980.

10. DGN-R-18. METODO DE MUESTREO Y TABLAS PARA LA INSPECCION POR ATRIBUTOS, CONSIDERANDO UN NIVEL DE INSPECCION II Y % DE NIVEL DE CALIDAD ACEPTABLE. Dirección General de Normas, México. SECOFI, 1975.
11. Eckey, E.W. VEGETABLE FATS AND OILS. Reinhold Publishing Press, Inc. N.Y., U.S.A. 7a. ed., Vol.I, 1983.
12. El-Shatory y F.S. Taha. ESTUDIOS ESTADISTICOS SOBRE LAS CARACTERISTICAS FISICAS Y QUIMICAS Y LA COMPOSICION EN ACIDOS GRASOS DEL ACEITE DE GIRASOL. Grasas y Aceites. Vol. 31, Fasc.1, 1980.
13. Erickson, E.H. HANDBOOK OF SOY OIL PROCESSING AND UTILIZATION. Food Technology, Vol. 34, 1981.
14. Erickson, R.D. y Col. MANUAL DE PROCESAMIENTO Y UTILIZACION DE ACEITE DE SOYA. Ed. American Soybean Association. Champaign, III., 2da. ed. 1980.
15. Farag, R.S. EFECTOS DEL TRATAMIENTO TERMICO Y DE LA MACERACION SOBRE LAS CARACTERISTICAS FISICAS Y QUIMICAS DEL ACEITE DE GERME DE MAIZ. Grasas y Aceites. Vol. 32, Fasc. 4, 1981.
16. Fennema, O.R. INTRODUCCION A LA CIENCIA DE LOS ALIMENTOS. Ed. Reverté. Barcelona, España, Vol.I, 1982.
17. Fennema, O.R. INTRODUCCION A LA CIENCIA DE LOS ALIMENTOS. Ed. Reverté. Barcelona, España, Vol. II, 1982.



18. Fernández J. y Col. OLIGOSACARIDOS EN LA SEMILLA DE ACEITUNA. Grasas y Aceites. Vol. 34, Fasc. 4, 1983.
19. Filley, Hall. OILSEED PROTEINS. Food Technology, Vol. 34, 1981.
20. Gracciani, C. y Vázquez Roncero. ESTUDIO DE LOS COMPONENTES POLARES DEL ACEITE DE OLIVA POR CROMATOGRAFIA LIQUIDA DE ALTA EFICIENCIA. Grasas y Aceites. Vol. 31, Fasc. 4, 1980.
21. Gravlach y Adams. LAS PLANTAS OLEAGINOSAS. Ed. Limusa-Willey, México. 2da. ed., 1976.
22. Heredia Moreno, A. COMPOSICION DE FIBRA EN ACEITUNAS. Grasas y Aceites. Vol. 31, Fasc. 4, 1980.
23. Hernández Mercedes, et. al. TABLAS DE VALOR NUTRITIVO DE LOS ALIMENTOS MEXICANOS. Publicación de la Div. de Nutrición L-12. 8va. ed. Instituto Nacional de la Nutrición. México, 1980.
24. Hilditch, T. THE CHEMICAL CONSTITUTION OF NATURAL FATS. Ed. Wiley & Sons, Inc. N.Y., U.S.A. 3a. ed., 1976.
25. Hopeman, R.J. PRODUCCION, CONCEPTOS Y ANALISIS DE CONTROL. Ed. C.E.C. S.A., México, 10a. ed., 1984.
26. Horwitz, W. OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF THE ASSOCIATION OF THE OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Ed. The association Washington, D.C.

12va. ed., 1976.

27. Información Agropecuaria y Forestal. Dirección General de Economía Agrícola. Secretaría de Agricultura y Recursos Hidráulicos. México, 1983.
28. Jacobs, M.B. THE CHEMICAL ANALYSIS OF FOODS AND FOOD PRODUCTS. Ed. O.N. Nostrand Company Inc. N.Y., 5a. ed., 1978.
29. Jugenheimer, R.W. MAIZ. Ed. Limusa, México, 2a. ed., 1981.
30. Kent, N.L. TECNOLOGIA DE LOS CEREALES. Ed. Acribia, Zaragoza, España, 5a. ed., 1978.
31. Kirschenbauer, H.G. FATS AND OILS. Reinhold Publishing Co., N.Y., U.S.A., 2a. ed., Vol. 1, 1976.
32. Kirschenbauer, H.G. FATS AND OILS. Ed. Reinhold Publishing Co., N.Y. U.S.A., 2a. ed., Vol. II, 1976.
33. Kolthoff, et al. QUANTITATIVE CHEMICAL ANALYSIS. Ed. The McMillan Company, N.Y., U.S.A., 4a. ed., 1976.
34. Kramer and Twingg. QUALITY CONTROL FOR THE FOOD INDUSTRY. Ed. The AVI Publishing Co. Westport, Connecticut, 3a. ed. Vol. 1, 1973.

35. Kramer and Twingg. QUALITY CONTROL FOR THE FOOD INDUSTRY. Ed. The AVI Publishing Co. Westport, Connecticut, 3a. ed. Vol. II, 1973.
36. Lampi, R.A. OILS, FATS & OILSEEDS & PROCESSING. Food Technology, Vol. II, 1982.
37. Larmond, E. LABORATORY METHODS FOR SENSORY EVALUATION OF FOOD. Research Brand. Canada Dep. of Agriculture Publication 1637, Canadá, 1977.
38. Leach, S.B. FOOD INSPECTION AND ANALYSIS. Ed. Wiley & Sons Inc., N.Y. U.S.A., 4a. ed., 1979.
39. Lehninger, A.L. BIOQUIMICA. Ed. Omega, Barcelona, España. 2da. ed. 1981.
40. Link, W.E. OFFICIAL AND TENTATIVE METHODS OF THE AMERICAN OIL CHEMISTS SOCIETY. Ed. The Society, Champaign, Illinois. 3a. ed., 1976.
41. Matz, S.A. CEREAL TECHNOLOGY. Ed. The AVI Publishing Co., Westport, Connecticut, 7a. ed., 1977.
42. Mehnlenbacher, V.C. ANALISIS DE ACEITES Y GRASAS. Ed. URMO., Bilbao, España, 7a. ed., 1970.
43. Mermelstein, N.H. INDUSTRIAL ACHIEVEMENT AWARD. Food Technology, Vol. 32, 1978.

44. Mounts, T.L. RECIENTES DESARROLLOS EN LA TECNOLOGIA DE LOS TRATAMIENTOS DEL ACEITE DE SOYA. Grasas y Aceites. Vol. 31, Fasc. 1, 1980.
45. Muller, G. MICROBIOLOGIA DE LOS ALIMENTOS. Ed. Acribia, Zaragoza, España, 1981.
46. NOM-F-4. ACEITE DE ALGODON. Dirección General de Normas. SECOFI, México, 1976.
47. NOM-F-30. ACEITE DE MAIZ. Dirección General de Normas. SECOFI, México, 1975.
48. NOM-F-56. ACEITE DE GIRASOL. Dirección General de Normas. SECOFI, México, 1975.
49. NOM-F-252. ACEITE DE SOYA. Dirección General de Normas. SECOFI, México, 1975.
50. NOM-F-161. ACEITE DE CARTAMO. Dirección General de Normas. SECOFI, México, 1975.
51. NOM-F-109. ACEITE DE OLIVA. Dirección General de Normas. SECOFI, México, 1965.
52. NOM-F-155. NORMA OFICIAL DE METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE LA PRESENCIA DE ACEITE DE AJONJOLI EN ACEITES VEGETALES. Dirección General de Normas, SECOFI, México, 1970.

53. NOM-F-156. DETERMINACION CUALITATIVA DE ACEITE MINERAL EN ACEITE VEGETAL COMESTIBLES. Dirección General de Normas. SECOFI, México, 1970.
54. NOM-F-175. NORMA OFICIAL DE METODO DE PRUEBA PARA LA IDENTIFICACION DE ACEITE DE NABO EN ACEITES VEGETALES COMESTIBLES. Dirección General de Normas SECOFI, México, 1970.
55. NOM-F-177. NORMA OFICIAL DE METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE LA PRESENCIA DE ACEITE DE ALGODON. Dirección General de Normas. SECOFI. México, 1970.
56. NOM-F-178. NORMA OFICIAL DE METODO DE PRUEBA PARA LA IDENTIFICACION DE ACEITE DE CACAHUATE EN ACEITES VEGETALES COMESTIBLES. Dirección General de Normas. SECOFI, México, 1970.
57. NOM-Z-12. MUESTREO DE ACEITES VEGETALES MIXTOS COMESTIBLES. Dirección General de Normas. SECOFI, México, 1976.
58. Orozco, F. ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO. Ed. Porrúa, México, D.F. 5a. ed., 1976.
59. Owen, R.F. PRINCIPLES OF FOOD SCIENCE. Ed. Marcel Dekker Inc., N.Y. U.S.A. 6a. ed., Vol. I, 1976.
60. Owen, R.F. PRINCIPLES OF FOOD SCIENCE. Ed. Marcel Dekker Inc., N.Y. U.S.A., 6a. ed., Vol. II, 1976.

61. Potter, N. LA CIENCIA DE LOS ALIMENTOS. Ed. EDUTEX, D.F., México, 3a. ed., 1982.
62. Ramos F. y A. Ortega. POSIBLES MEJORAS EN EL PROCESO DE EXTRACCION CON DISOLVENTES DEL ACEITE DE ACEITUNA. Vol. 32, Fasc. 1, 1981.
63. Restrepo, I. et al. ALIMENTACION BASICA Y DESARROLLO AGROINDUSTRIAL. Ed. Fondo de Cultura Económica, México, 1977.
64. Reyes Ponce A. ADMINISTRACION DE EMPRESAS. Ed. Limusa, D.F., México, 21va. ed., Vol. I, 1983.
65. Reyes Ponce A. ADMINISTRACION DE EMPRESAS. Ed. Limusa, D.F., México, 21va. ed., Vol. II, 1983.
66. Romero Guzmán, F. APLICACION DE LA RMN A LA DETERMINACION DE LA RIQUEZA GRASA DE OLEAGINOSAS. Grasas y Aceites. Vol. 34, Fasc. 4, 1983.
67. Skoog, D. ANALISIS INSTRUMENTAL. Ed. Interamericana, D.F., México, 4a. ed., 1982.
68. Smith and Cristol. QUIMICA ORGANICA. Ed. Reverté, D.F., México, 2a. ed., Vol. I, 1975.
69. Smith and Cristol. QUIMICA ORGANICA. Ed. Reverté, D.F., México, 2a. ed., Vol. II, 1975.

70. Sorum, C.H. INTRODUCCION AL ANALISIS CUALITATIVO SEMIMICRO. Ed. Prentice-Hall International, D.F., México, 3a. ed., 1974.
71. Streitwieser/Heatcock. QUIMICA ORGANICA. Ed. Interamericana, D.F., México, 3a. ed., 1983.
72. Swern D. and S. Matz. BATLEY'S INDUSTRIAL OIL AND FAT PRODUCTS FOOD. Technology, Vol. II, 1982.
73. Tressler et al. CEREALS, BAKED GOODS, DAIRY AND OIL PRODUCTS. Ed. AVT Publishing Corporations. Westport, U.S.A., 3a. ed. 1977.
74. Trujillo, J. ELEMENTOS DE INGENIERIA INDUSTRIAL. Ed. Limusa, D.F., México, 5a. ed., Vol. I, 1982.
75. Trujillo, J. ELEMENTOS DE INGENIERIA INDUSTRIAL. Ed. Limusa, D.F., México, 5a. ed., Vol. II, 1982.
76. Velázquez Mastreta, G. ADMINISTRACION DE LOS SISTEMAS DE PRODUCCION. Ed. Limusa, D.F., México, 5a. ed., Vol. I, 1983.
77. Velázquez Mastreta, G. ADMINISTRACION DE LOS SISTEMAS DE PRODUCCION. Ed. Limusa, D.F., México, 5a. ed., Vol. III, 1983.
78. Vogel, A. QUIMICA ANALITICA CUANTITATIVA. Ed. Kapeluz, Buenos Aires, Argentina, 4a. ed., 1973.

79. **79. HOLT REINHART** **CONTEMPORARY ORGANIC CHEMISTRY**. Ed. Holt-Reinhart  
 Winston, **MININGTON, N.Y., U.S.A.**, 2a. ed., 1977.
80. **80. MILLARD** **MÉTODOS INSTRUMENTALES DE ANALISIS**. Ed. C.E.C.S.A., D.  
 F.F., **MÉXICO**, 1980 ed., 1980.
81. **81. NOM-F-27** **DE ACEITE DE CACAHUATE**. Dirección General de Normas. SECOFI.  
**México**, 1976.
82. **82. NOM-F-66** **DE ACEITE DE COLZA**. Dirección General de Normas. SECOFI.  
**México**, 1976.
83. **83. NOM-F-2** **DE ACEITE DE AJONJOLÍ**. Dirección General de Normas. SECOFI.  
**México**, 1976.