
NMX-F-152-S-1981. ALIMENTOS PARA HUMANOS. ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES. DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE YODO POR EL MÉTODO DE WIJS. NORMAS MEXICANAS. DIRECCIÓN GENERAL DE NORMAS. (ESTA NORMA CANCELA A LA NMX-F-152-1970).

Al margen un sello con el Escudo Nacional que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Patrimonio y Fomento Industrial.- Dirección General de Normas.- Departamento de Normalización Nacional.- Exp. No. 321.1.

AVISO AL PÚBLICO

Con fundamento en los Artículos 33, Fracción XX y Quinto Transitorio de la Ley Orgánica de la Administración Pública federal, así como en los Artículos 1o., 2o., 4o., 5o., 23, 26, 27, 29, 39, 40, 42, y 43 de la Ley General de Normas y de Pesas y Medidas y en el Artículo 13, fracciones I, II, VII, X, XI, XVIII, XXI, del Reglamento Interior de la Secretaría de Patrimonio y Fomento Industrial y el Artículo 20 fracción III del Reglamento Interior de la Secretaría de Salubridad y Asistencia, estas Secretarías han aprobado la siguiente Norma Mexicana:

PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma participaron los siguientes Organismos:

Subsecretaría de Salubridad
Dirección General de Laboratorios
Instituto Politécnico Nacional
Escuela Nacional de Ciencias Biológicas
Departamento de Graduados e Investigación de Alimentos
Bufete Químico, S.A.
Cremería Americana, S.A.
Ganaderos Productores de Leche Pura, S.A.

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta Norma Mexicana establece el procedimiento para determinar el índice de yodo por el método de Wijs en aceites y grasas vegetales o animales.

2. DEFINICIÓN

Para los efectos de esta Norma, se establece la siguiente definición: Índice de yodo.- Es la medida de la no saturación de las grasas y aceites y se expresa en términos del número de centigramos de yodo absorbido por gramo de muestra (por ciento de yodo absorbible).

3. FUNDAMENTO

Este método se basa en la reacción del monocloruro de yodo en medio acético con los ácidos grasos, y en medir la cantidad de yodo que está presente libremente. En función de éste se determina el grado de insaturación del aceite.

4. REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

4.1.1 Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada.

- Ácido acético glacial (efectuar la prueba del permanganato antes de usarlo).
- Cloro líquido de 99.8% de pureza.
- Tetracloruro de carbono.
- Ácido clorhídrico concentrado con densidad de 1.49 g/ml
- Solución de almidón.
- Monocloruro de yodo.
- Ácido sulfúrico concentrado.
- Solución de yoduro de potasio (KI).
- Solución valorada de tiosulfato de sodio 0.1 N.
- Solución de Wijs.

4.1.2 Preparación de reactivos.

4.1.2.1. Prueba del permanganato.- A 2 cm³ de ácido acético se le adicionan 10 cm³ de agua y solución de permanganato de potasio (KMnO₄) 0.1 N hasta que la coloración rosa persista durante una hora.

4.1.2.2 Solución de almidón.- Determinar la masa de 1.0 g de almidón y agregar suficiente agua fría hasta formar una pasta.

Adicionar agitando continuamente 200 cm³ de agua hirviente, antes de usarla efectuar la prueba de la sensibilidad del almidón.

4.1.2.3 Prueba de sensibilidad del almidón soluble.- A 5 cm³ de la solución anterior se le agregan 100 cm³ de agua y 0.05 cm³ de solución de yodo 0.1 N. El color azul intenso producido, debe desaparecer por la adición de 0.05 cm³ de solución de tiosulfato de sodio 0.1 N.

4.1.2.4 Solución de yoduro de potasio.- Disolver 150 g de yoduro de potasio en agua destilada y aforar a un litro.

4.1.2.5 Solución de Wijs.- Se prepara empleando monocloruro de yodo de la siguiente manera:

- Solución a).- Solución patrón: Se agregan 317 más menos 0.1 g de monocloruro de yodo (ICI) a un litro de ácido acético glacial y filtrar a través de papel filtro, se recibe el filtrado en un recipiente limpio y seco. Se filtra rápidamente para evitar la contaminación con la humedad y posteriormente guardar en un lugar fresco y en la obscuridad.

- Solución b).- Solución Wijs: Tomar una porción de 117 más menos 0.1 cm³ de solución (a) y pasarla a una botella conteniendo dos litros de ácido acético glacial y agitar (véase A.4).

4.1.2.6 Procedimiento para determinar la relación I/Cl.- En un matraz para yodo poner 150 cm³ de agua saturada de cloro, agregar algunas cuentas de vidrio y 5 cm³ de solución de Wijs, agitar y calentar hasta ebullición, hervir activamente durante 10 minutos, enfriar y agregar 30 cm³ de

ácido sulfúrico al 2 %, y 15 cm³ de solución de yoduro de potasio al 15%, mezclar bien e inmediatamente titular con solución de tiosulfato de sodio 0.1 N empleando almidón como indicador.

4.1.2.7 Procedimiento para determinar el contenido de halógeno total.- Poner 150 cm³ de agua recientemente hervida en un matraz limpio y seco. Agregar 15 cm³ de solución de yoduro de potasio al 15 %. Con una pipeta agregar al matraz 20 cm³ de solución de Wijs y agitar Titular inmediatamente con la solución 0.1 N de tiosulfato de sodio, utilizando almidón como indicador.

Cálculo de la relación de halógenos.

Calcular la relación de halógenos mediante la siguiente fórmula:

$$R = \frac{2A}{3B - 2A}$$

R= Relación de halógenos.

A= Titulación del contenido de yodo en cm³ de tiosulfato.

B= Titulación del contenido total de halógenos en cm³ de tiosulfato.

NOTA: La relación I/Cl de la solución de Wijs debe estar entre los límites de 1.10 más menos 0.1

4.2 Materiales

- Matraz Erlenmeyer de 500 cm³ con tapón esmerilado especial para índice de yodo.
- Matraz volumétrico de 1000 cm³.
- Pipetas de 20 a 25 cm³.
- Papel filtro apropiado para este método (véase A.5).
- Material común de laboratorio.

5. APARATOS Y EQUIPO

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

6. MUESTRAS

6.1 Preparación de la muestra de prueba

La muestra de prueba debe estar limpia, transparente y seca, en caso contrario se procede a fundirla, calentándola a una temperatura no mayor de 10 K (10°C) - 15 K (15°C) arriba del punto de fusión, filtrado a través de papel filtro para eliminar cualquier impureza y los últimos vestigios de humedad.

7. PROCEDIMIENTO

7.1 Según la Tabla 1 determinar la masa exactamente de la muestra necesaria en un matraz de 500 cm³ en el que previamente han sido puestos 20 cm³ de tetracloruro de carbono. La determinación de la masa de la muestra debe ser tal, que permita la existencia después de la absorción, de un exceso de 50 a 60% de la solución de Wijs agregada.

TABLA 1

ÍNDICE DE YODO PARA COLORES MENORES DE:	PESO DE LA MUESTRA EN GRAMOS		APROXIMACIÓN DE LA PESADA EN GRAMOS
	EXCESO DE 100 %	EXCESO DE 150 %	
3	10.0	10.0	0.001
3	10.576	8.4613	0.005
5	6.346	5.0770	0.0005
10	3.173	2.5384	0.0002
20	1.5865	0.8461	0.0002
40	0.7935	0.6346	0.0002
60	0.5288	0.4231	0.0002
80	0.3966	0.3173	0.0001
100	0.3173	0.2538	0.0001
120	0.2644	0.2115	0.0001
140	0.2266	0.1813	0.0001
160	0.1983	0.1587	0.0001
180	0.1762	0.141	0.0001
200	0.1586	0.1269	0.0001

7.2 Poner con pipeta 25 cm³ de la solución de Wijs en el matraz que contiene la muestra y con movimiento circular asegurar la homogeneización.

7.3 Preparar y usar un mínimo de dos blancos intercalados en cada grupo de muestras; es conveniente hacer las determinaciones con diferencia de 5 minutos con el fin de lograr en esta forma las mismas condiciones en todas las muestras y los blancos.

- Máquinas y Herramientas Especiales, S.A. de C.V. Máquinas transfer rotativas y lineales, máquinas estáticas que realicen 2 o más operaciones y máquinas pendulares.
- Maquinaria Plástica Moderna, S. A. Extrusoras para materiales termoplásticos.
- Melco de México, S. A. de C. V. Equipos de control chopper para el metro.
- Mercator Agrícola, S. A. Secadoras continuas verticales, cepilladoras, secadoras especiales, mesas de flotación o fluidizadoras, mesas de selección despredadoras, equipos para prelimpia y cribado, pulidoras rotativas, elevadores de cangilones, cribadoras de zarandas.
- Midland Ross de México. Hornos para tratamientos térmicos, quemadores de productos sólidos, líquidos y gaseosos, generadores de gas inerte y secadores industriales.
- Mecánica Falk, S. A. de C. V. Coples flexibles semirrígidos y reductores de velocidad.
- Nacional de Bombas y Válvulas, S.A. de C.V. Bombas con columnas para pozo profundo con diámetro de descarga hasta 12 pulg.
- Oerlikon Italiana de México, S. A. de C. V. Fresadoras universales, horizontales y verticales.
- Pfaudler, S. A. de C. V. Reactores de acero vidriado.
- Siemens, S. A. Amperímetros y voltímetros.
- Suizer Hermanos, S. A. Bombas de vacío y bombas centrifugas de alta presión.
- Tecnología y Maquinaria Mexicana, S. A. Maquinaria y equipo para la producción de empaques de cartón moldeado.

NOTA: Véase A.1, A.2, A.3 y A.4.

7.4 Guardar los matraces al abrigo de la luz durante 30 minutos a una temperatura de 293 K (20°C) - 298 K (25°C), al cabo de los cuales adicionar 20 cm³ de yoduro de potasio al 15 %,

mezclar y en seguida añadir 100 cm³ de agua destilada, lavando el tapón.

7.5 Titular con solución de tiosulfato de sodio 0.1 N adicionándolo gradualmente con agitación constante y vigorosa.

Continuar la titulación hasta que el color amarillo, casi desaparezca, adicionar 1 o 2 cm³ de solución indicadora de almidón y proseguir la titulación hasta la desaparición del color azul.

8. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Se calcula el índice de yodo mediante la siguiente fórmula:

$$I = \frac{(V_t - V_m) N \times 12.69}{G}$$

En donde:

I = Índice de yodo.

V_t = Volumen de solución de tiosulfato de sodio gastado en la titulación del blanco, en cm³.

V_m = Volumen de solución de tiosulfato de sodio gastado en la titulación de la muestra, en cm³.

N = Normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

12.69 = Equivalente del yodo.

G = Masa de la muestra en gramos.

9. REPETIBILIDAD

La diferencia entre resultados sucesivos, obtenidos con el mismo método, sobre materiales de prueba idénticos y bajo las mismas condiciones (mismo operador, material, reactivos y laboratorio): no debe ser mayor de 0.5 %.

APÉNDICE A

A.1 En muestras de aceite de Tung, determinar la masa de 0.1 a 0.2 g de muestra usando un exceso de 55 más menos 3% de solución de Wijs y dejar que la absorción proceda durante una hora, a 293 K (20°C) - 298 K (25°C).

A.2 En muestras de aceite de ricino deshidratado y ácidos grasos de aceite de ricino deshidratado, determinar la masa de 0.11 a 0.13 g.

A.3 Las muestras de aceite cuyo índice esté por arriba de 150 como el aceite de linaza y perilla, se dejarán reaccionar durante una hora en un lugar obscuro a 293 K (20°C)-298 K (25°C) y en el informe indicar el tiempo empleado.

A.4 Todas las soluciones de Wijs son sensibles a la temperatura, humedad y luz por eso deberán guardarse en un lugar fresco obscuro y nunca permitir que estén a una temperatura superior a 303 K (30°C).

A.5 Se recomienda el empleo de papel filtro Wathman No. 41 u otro similar.

10. BIBLIOGRAFÍA

NMX-R-50 1977. Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas

Mexicanas.

NMX-F-152-1970. Método de prueba para la determinación del índice de yodo por el método de Wijs en los aceites y grasa vegetales o animales.

Official and tentative methods of the American Oil Chemist's Society (AOCS).

Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemist's (AOAC). Ed. 1980.

México, D. F. a 19 de noviembre de 1981.- El Director General de Laboratorios de Salud Pública de la Subsecretaría de Salubridad, Ernesto Favela Alvarez.- Rúbrica.- El Director General de Normas, Román Serra Castaños.- Rúbrica.- El Director General de Normas Comerciales de la Secretaría de Comercio, Héctor Vicente Bayardo Moreno.- Rúbrica.