

COMISION GUATEMALTECA DE NORMAS COGUANOR-MINISTERIO DE ECONOMIA, GUATEMALA, C. A.

|  |  |  |
|--|--|--|
|  | <p><b>MAYONESA</b><br/>Determinación del índice de peróxido.</p> | <p><b>COGUANOR</b><br/>NGO 34 143 h3</p> |
|--|--|--|

**1. OBJETO**

Esta norma tiene por objeto establecer el método para determinar el índice de peróxido en la mayonesa.

**2. NORMA COGUANOR A CONSULTAR**

COGUANOR NGO 34 143 h2 Mayonesa. Determinación de grasa total.

**3. DEFINICIONES**

**3.1 Índice de peróxido.** Es la cantidad total de sustancias que oxidan el yoduro de potasio en las condiciones del ensayo, y se expresa en miliequivalentes de oxígeno peróxido por kilogramo de muestra. Generalmente se asume que estas sustancias son peróxidos y otros productos similares provenientes de la oxidación de las grasas.

**4. REACTIVOS O MATERIALES**

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica reconocida. El agua debe ser destilada o de pureza equivalente.

**4.1 Sulfato de sodio anhidro**

**4.2 Eter etílico,** libre de peróxidos, que no haya sido usado anteriormente

**4.3 Solución de ácido acético y cloroformo.** Se mezclan 3 volúmenes de ácido acético glacial con dos volúmenes de cloroformo.

**4.4 Solución saturada de yoduro de potasio.** Se prepara con yoduro de potasio y agua destilada recientemente hervida. Debe asegurarse de que la solución permanezca saturada, lo que se comprueba por la presencia de cristales sin disolver. Se guarda en la oscuridad. Para preparar eficientemente de la siguiente manera: a 30 cm<sup>3</sup> de la solución de yoduro de potasio se agregan 0.5 cm<sup>3</sup> de la solución de yoduro de potasio y dos gotas de la solución de almidón; si se forma un color azul que requiera más de una gota de solución 0.1 N de tiosulfato de sodio para desaparecer, se descarta la solución de yoduro de potasio y se prepara una nueva.

**4.5 Solución 0.1 N de tiosulfato de sodio,** debidamente titulada.

**4.6 Solución 0.01 N de tiosulfato de sodio.** Con una pipeta se miden cuidadosamente 100 cm<sup>3</sup> de la solución 0.1 N de tiosulfato de sodio, se colocan en un matraz volumétrico de 1 000 cm<sup>3</sup> y se completa al volumen con agua destilada recientemente hervida.

**4.7 Solución indicadora al 1% de almidón soluble.** Se prepara mezclando cuidadosamente 1 g de almidón de papa en polvo fino con agua recientemente hervida.

Continúa

luego se agregan aproximadamente  $200 \text{ cm}^3$  de agua hirviendo, agitando constantemente, e inmediatamente se interrumpe el calentamiento. Se agrega aproximadamente  $1 \text{ cm}^3$  de mercurio, se agita y se deja asentar el mercurio en el mismo frasco en que se guarda el indicador.

4.8 Papel filtro, para filtración rápida.

## 5. APARATOS

5.1 Balanza analítica de precisión, que aprecie  $0.1 \text{ mg}$

5.2 Vaso de precipitados, de  $500 \text{ cm}^3$

5.3 Agitador magnético, con barra magnética de longitud ligeramente inferior al diámetro del vaso de precipitados de  $500 \text{ cm}^3$

5.4 Embudo, de vidrio

5.5 Evaporador rotatorio

5.6 Erlenmeyer, de  $250 \text{ cm}^3$ , con tapón de vidrio esmerilado

5.7 Probetas graduadas, de  $50 \text{ cm}^3$

5.8 Pipeta de Mohr, de  $1 \text{ cm}^3$

5.9 Pipeta volumétrica, de  $0.5 \text{ cm}^3$

5.10 Bureta, de  $50 \text{ cm}^3$

5.11 Instrumental de laboratorio

## 6. PREPARACION DE LA MUESTRA

6.1 Se pesan  $20 \text{ g}$  de la muestra en el vaso de precipitados y se mezcla con un exceso de sulfato de sodio anhidro.

6.2 Se agregan al vaso de precipitados  $100 \text{ cm}^3$  de éter etílico, se inserta el agitador magnético en el vaso y se agita durante  $5 \text{ min}$ , se dejan separar las 2 capas y se drena la capa etérea hacia un embudo con papel filtro recogiendo el filtrado directamente en el balón del evaporador rotatorio.

6.3 Se efectúa una segunda extracción agregando al vaso de precipitados  $50 \text{ cm}^3$  de éter etílico e igualmente recogiendo el filtrado etéreo en el mismo balón del evaporador rotatorio.

6.4 Finalmente se elimina el éter del filtrado en el evaporador rotatorio o mediante otro sistema que no exponga la grasa a una temperatura mayor de  $40^\circ\text{C}$ .

## 7. PROCEDIMIENTO

- a) En un matraz erlenmeyer de 250 cm<sup>3</sup> se pesan 5.00 g  $\pm$  0.05 g de la grasa libre de solvente, obtenida en 6.4, y se agregan 30 cm<sup>3</sup> de la solución de ácido acético y cloroformo.
- b) Se le da al matraz un movimiento de rotación para que la grasa se disuelva y se agregan 0.5 cm<sup>3</sup> de la solución saturada de yoduro de potasio, empleando la pipeta de Mohr.
- c) Se deja la solución en reposo durante 1 min exactamente, agitando ocasionalmente, y luego se agregan 30 cm<sup>3</sup> de agua destilada.
- d) Se titula con la solución 0.1 N de tiosulfato de sodio, agregándola con agitación vigorosa y constante, hasta que la coloración amarilla casi haya desaparecido.
- e) Se agrega entonces 0.5 cm<sup>3</sup> de la solución de almidón y se continúa la titulación, agitando el matraz vigorosamente cuando se acerque el punto final, para liberar todo el yodo de la capa de cloroformo. El tiosulfato se agrega gota a gota hasta que el color azul haya desaparecido. Si en la titulación se emplea menos de 0.5 cm<sup>3</sup> de la solución de tiosulfato, se repite la determinación usando la solución 0.01 N.
- f) Se efectúa también una prueba en blanco usando la misma cantidad de reactivos y titulando en igual forma que con la muestra. La cantidad de solución 0.1 N de tiosulfato empleada no debe exceder de 0.1 cm<sup>3</sup>.
- g) Esta determinación se efectúa en duplicado.

## 8. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El índice de peróxido, expresado como miliequivalentes de oxígeno peróxido por kilogramo de muestra, se calcula empleando la siguiente ecuación y promediando los resultados obtenidos en las determinaciones en duplicado:

$$\text{Índice de peróxido} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times G}{m} \times 10$$

En la que:

- V<sub>1</sub> = Volumen de la solución de tiosulfato empleado en la titulación de la grasa, en centímetros cúbicos
- V<sub>2</sub> = Volumen de la solución de tiosulfato empleado en la prueba en blanco, en centímetros cúbicos.
- N = Normalidad de la solución de tiosulfato de sodio
- G = Porcentaje de grasa total en la muestra
- m = Masa de la grasa en que se efectuó la titulación, en gramos, véase 7 (a).

Nota. Esta es un método empírico y cualquier variación en el procedimiento descrito se traduce en una variación de los resultados.

Continúa

8.2 **Repetibilidad.** La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista no deberá ser mayor del 5% del valor medio.

8.3 El resultado final será la media aritmética de las determinaciones, siempre que el requisito de repetibilidad se haya cumplido.

## 9. INFORME DEL ENSAYO

En el informe del ensayo debe indicarse lo siguiente:

9.1 El método usado y el resultado obtenido en cada determinación así como la media aritmética de las determinaciones.

9.2 Cualquier condición no especificada en la norma, o señalada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido en el resultado.

9.3 Todos los detalles necesarios que permitan la completa identificación de la muestra.

## 10. CORRESPONDENCIA

Para la redacción de la presente norma se tomó en cuenta:

- a) El método de la "American Oil Chemists Society, Cd 8-53 Peroxide Value, 3rd. edition, including additions and revisions- 1976"; y
- b) Literatura técnica.

----- Ultima Línea -----