

**NORMA VENEZOLANA
ACEITES Y GRASAS.
DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ**

**COVENIN
325:2023
(4ta. Revisión)**

1. OBJETO

Esta norma describe el método de ensayo para la determinación de la acidez en aceites y grasas, la cual puede expresarse como acidez o como ácidos grasos libres.

2. ALCANCE

Esta norma se aplica a la determinación de la acidez en aceites y grasas de origen vegetal y animal por el método de titulación ácido-base.

3. REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones generales utilizadas para la elaboración de la norma o que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta norma; las ediciones indicadas, estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente:

ISO 660:2020	Animal and vegetable fats and oils — Determination of acid value and acidity.
COVENIN 635:1997	Aceites y grasas vegetales. Preparación de la muestra para análisis. (2da. Revisión).
INEN 38:1973	Grasas y aceites comestibles. Determinación de la acidez.
NMX-F-101-SCFI:2012	Alimentos aceites y grasas vegetales o animales-determinación de ácidos grasos libres-método de prueba.
NTF 325:2012	Aceites y grasas vegetales. Determinación de la acidez.
AOCS Ca 5a-40:2017	Free Fatty Acids in Crude and Refined Fats and Oils.

4. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

A los fines de este documento, se aplica la siguiente definición:

Acidez

Es el contenido de ácidos grasos libres de un aceite o grasa, expresada en gramos de ácido oleico, palmítico o láurico, según el tipo de aceite, por 100 g de muestra por cada 100 g de solución.

NOTA. Adaptado de la NTF 325:2012.

5. PRINCIPIO

El método de ensayo descrito en la presente norma consiste en la neutralización de los ácidos grasos libres en una porción determinada de muestra, con una solución valorada de álcali, usando los indicadores descritos en esta norma.

6. MATERIALES Y EQUIPOS

- a) Balanza con apreciación mínima de 0,001 g.
- b) Buretas de capacidad adecuada a la acidez de la muestra y a la normalidad de la solución de álcali empleada (ver tabla 1).
- c) Matraz de Erlenmeyer o botellas de vidrio de aproximadamente 250 mL.
- d) Cilindro graduado de 50 mL o 100 mL.
- e) Balón aforado de 100 mL y de 1 L.
- f) Gotero.
- g) Pipeta graduada.
- h) Potenciómetro con electrodo de pH combinado para la valoración acido-base no acuosa (opcional).

7. REACTIVOS

- a) Alcohol etílico al 95 % mínimo de pureza.
- b) Fenolftaleína.
- c) Azul alcalino 6B.
- d) Timolftaleína.
- e) Azul de metileno
- f) Hidróxido de sodio grado analítico.
- g) Ftalato ácido de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$, patrón primario).

8. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

8.1. Alcohol neutralizado

A una cantidad requerida de alcohol agregar 2 o 3 gotas de fenolftaleína o azul de metileno y la cantidad suficiente de hidróxido de sodio 0,1 N, 0,25 N o 1 N, para producir un color ligeramente rosado o azul pálido permanente. Preparar el alcohol neutralizado antes de emplearlo.

8.2. Solución indicadora de fenolftaleína al 1 %

Disolver 1 g de fenolftaleína en alcohol etílico al 95 % de pureza, en un balón de 100 mL y llevar a volumen con alcohol.

8.3. Solución indicadora de azul alcalino 6B o timolftaleína al 2 %

Disolver 2 g de azul alcalino 6B o timolftaleína en alcohol etílico al 95 % de pureza, en un balón de 100 mL y llevar a volumen con el alcohol.

8.4. Solución de azul de metileno al 0,1 %

Disolver 0,1 g de azul de metileno en alcohol etílico al 95 % de pureza, en un balón de 100 mL y llevar a volumen con el alcohol.

8.5. Solución de azul de metileno en fenolftaleína

Tomar 1 mL de la solución al 0,1 % de azul de metileno y diluir hasta 100 mL con la solución indicadora de fenolftaleína.

8.6. Solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 0,1 N

8.6.1. Medir en un cilindro graduado 500 mL de agua destilada y transfíralo a un balón de 1 L.

8.6.2. Pesar en una balanza 4 g de hidróxido de sodio, agregarlos al balón con el agua destilada y disolverlos por completo, aforar con agua destilada.

8.6.3. Valorar la solución preparada.

8.7. Solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 0,25 N

8.7.1. Medir en un cilindro graduado 500 mL de agua destilada y transfíralo a un balón de 1 L.

8.7.2. Pesar en una balanza 10 g de hidróxido de sodio, agregarlos al balón con el agua destilada y disolverlos por completo, aforar con agua destilada.

8.7.3. Valorar la solución preparada.

8.8. Solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 1 N

8.8.1. Medir en un cilindro graduado 500 mL de agua destilada y transfíralo a un balón de 1 L.

8.8.2. Pesar en una balanza 40 g de hidróxido de sodio, agregarlos al balón con el agua destilada y disolverlos por completo, aforar con agua destilada.

8.8.3. Valorar la solución preparada.

8.9. Estandarización de la solución de hidróxido de sodio (NaOH)

8.9.1. Se utilizará hidróxido de sodio como solución titulante y como patrón primario el ftalato ácido de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$).

8.9.2. Secar el ftalato ácido de potasio en una estufa a temperatura de 130 °C durante dos horas, dejar enfriar en un desecador.

8.9.3. Pesar en un matraz Erlenmeyer seco por triplicado entre (0,2 - 0,5) g de ftalato ácido de potasio previamente seco en una balanza analítica, y disolverlo entre (20 - 50) mL de agua destilada y agregar entre (2 - 4) gotas de la solución indicadora de fenolftaleína.

8.9.4. Titular con la solución de hidróxido de sodio gota a gota agitando vigorosamente hasta que la solución vire a un color rosa pálido, alcanzando el punto final de la valoración.

8.9.5. Para el cálculo de la normalidad del hidróxido de sodio se aplicará la siguiente formula:

$$N = \frac{g \text{ KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}{V \times 0,20423}$$

dónde:

N es la normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

g es la masa del ftalato ácido de potasio, expresado en gramos.

V es el volumen de la solución de hidróxido de sodio gastado en la titulación de la muestra, expresada en mililitros.

0,20423 es el miliequivalente del ftalato ácido de potasio.

9. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

La cantidad de muestra empleada para esta determinación debe cumplir con lo establecido en la tabla 1:

TABLA 1. Rango de ácidos grasos libres, porción de la muestra, volumen de alcohol y normalidad de álcali

Ácidos grasos libres (%)	Porción de la muestra (g)	Volumen de alcohol neutralizado (mL)	Normalidad del NaOH (N)	Apreciación de la bureta (mL)
0,0 a 0,2	30 ± 0,2	50	0,1	0,02
0,2 a 1	28 ± 0,2	50	0,1	0,03
1 a 30	10 ± 0,05	75	0,25	0,05
30 a 50	7,05 ± 0,05	100	0,25 a 1	0,05
50 a 100	3,525 ± 0,001	100	1	0,05

[FUENTE: Elaboración propia del Subcomité Técnico de Normalización SC13 Aceites y Grasas adscrito al Comité Técnico de Normalización CT10 Productos Alimenticios a partir de la AOCS Ca 5a-40 Free Fatty Acids in Crude and Refined Fats and Oils].

10. PROCEDIMIENTO

10.1. Determinación de la acidez en aceites y grasas de baja coloración

10.1.1. Homogeneizar la muestra, en el caso de muestras en estado sólido a temperatura ambiente fundir la misma a una temperatura no mayor a 10 °C por encima del punto de fusión.

10.1.2. Pesar la cantidad de muestra para el análisis en un frasco Erlenmeyer o en una botella de vidrio de acuerdo con las especificaciones de la tabla 1.

10.1.3. Añadir inmediatamente la cantidad de alcohol neutralizado caliente de acuerdo a lo establecido en la tabla 1 y añadir de 3 gotas a 5 gotas (máximo 2 mL) del indicador fenolftaleína garantizando que la muestra se mantenga fundida.

10.1.4. Titular con la solución de hidróxido de sodio estandarizada, de concentración según lo establecido en la tabla 1, agitando vigorosamente hasta que aparezca un color rosado pálido persistente, el cual debe permanecer aproximadamente durante 30 segundos, de la misma intensidad del alcohol neutralizado antes de añadir la muestra.

10.2. Determinación de la acidez en aceites y grasas fuertemente coloreadas

a) Preparar la muestra según los pasos descritos en los apartados 10.1.1 y 10.1.2.

b) Utilizar uno de los siguientes indicadores para facilitar la observación el punto final de la titulación: azul alcalino 6B o solución de azul de metileno en fenolftaleína. En caso de grasas de color muy oscuro utilizar timolftaleína.

c) Añadir inmediatamente la cantidad de alcohol neutralizado caliente de acuerdo a lo establecido en la tabla 1 y añadir de 3 gotas a 5 gotas (máximo 2 mL) de los indicadores descritos en el punto b, garantizando que la muestra se mantenga fundida.

d) Titular con la solución de hidróxido de sodio estandarizada, de concentración según lo establecido en la tabla 1, agitando vigorosamente hasta que ocurra el viraje de rojo a azul para el caso del indicador azul alcalino 6B, viraje rosa pálido persistente para el caso del indicador azul de metileno en fenolftaleína o viraje de incoloro a azul en el caso de timolftaleína, para todos los casos el color debe permanecer aproximadamente durante 30 segundos.

NOTA. La titulación acido-base también puede ser realizada con un indicador electrónico de pH (potenciómetro).

11. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

11.1. El porcentaje de ácidos grasos libres en la mayoría de los tipos de grasas y aceites, se calcula como ácido oleico, aunque en aceites de almendra, de palmiste y coco se calcula como ácido láurico y en el aceite de palma en términos de ácido palmítico. La acidez de la muestra se calcula por medio de las siguientes formulas:

$$\% A = \frac{0,282 \times V \times N \times 100}{g} \text{ (expresada como ácido oleico)}$$

$$\% A = \frac{0,200 \times V \times N \times 100}{g} \text{ (expresada como ácido láurico)}$$

$$\% A = \frac{0,256 \times V \times N \times 100}{g} \text{ (expresada como ácido palmítico)}$$

dónde:

A es la acidez expresada en porcentaje como ácido oleico, láurico o palmítico según los miliequivalentes del ácido graso de referencia.

0,282 es el miliequivalente del ácido oleico.

0,200 es el miliequivalente del ácido láurico.

0,256 es el miliequivalente del ácido palmítico.

V es el volumen de la solución de hidróxido de sodio gastado en la titulación de la muestra, expresada en mililitros.

N es la normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

g es la masa de la muestra, expresada en gramos.

11.2. Los ácidos grasos libres se expresan frecuentemente en términos del valor ácido o índice de acidez. El valor ácido se expresa como el número de miligramos de hidróxido de potasio (KOH), necesarios para neutralizar un gramo de muestra. Se calcula por medio de las siguientes formulas:

$$Va = 1,99 \times Ao$$

$$Va = 2,80 \times Al$$

$$Va = 2,19 \times Ap$$

dónde:

Va es el valor ácido.

Ao es el ácido oleico, expresado en porcentaje.

Al es el ácido láurico, expresado en porcentaje.

Ap es el ácido palmítico, expresado en porcentaje.

- 1,99 es el factor de conversión para ácido oleico.
- 2,80 es el factor de conversión para ácido láurico.
- 2,19 es el factor de conversión para ácido palmítico.

12. INFORME

El informe debe contener lo siguiente:

- a) Fecha de realización del ensayo.
- b) Identificación completa de la muestra.
- c) Resultado del análisis realizado.
- d) Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada.
- e) Nombre del analista.
- f) Observaciones.

PROYECTO DE NORMA

BIBLIOGRAFÍA

AOAC 936.16. 2005. *Official Method Standard Solution of Sodium Hydroxide. A.1.12. Standard Potassium Hydrogen Phthalate Method.* Maryland: Association of Official Agricultural Chemists.

PROYECTO DE NORMA