

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3277:1999**

**ACEITE Y GRASAS VEGETALES.
MEDICIÓN DEL CONTENIDO DE
GRASA SÓLIDA POR RESONANCIA
MAGNÉTICA NUCLEAR**

(1^{ra} Revisión)



PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN 3277:1997, fue elaborada de acuerdo a los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT10 Productos Alimenticios** por el Subcomité Técnico **SC13 Aceite y grasas** a través del convenio de cooperación suscrito entre **ASOGRASA** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior No. 99-04 de fecha 14/04/99.

En la elaboración de esta Norma participaron las siguientes entidades: Ministerio de Sanidad y Asistencia Social, Instituto Nacional de Higiene, Fundación CIEPE, ASOGRASA (Asociación de Industriales de Aceites y Grasas Vegetales Comestibles), COPOSA, Grasas Valencia, Kraft Foods, MAVESA, OLEOGRASAS, REMAVENCA y UNILEVER - FACEGRA.

(1ª Revisión)



NORMA VENEZOLANA
ACEITES Y GRASAS VEGETALES. MEDICIÓN
DEL CONTENIDO DE GRASA SÓLIDA POR
RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR

COVENIN
3277:1999
(1^{era} Revisión)

1 OBJETO

Esta norma venezolana establece los requisitos y procedimientos analíticos básicos para determinar el contenido de grasa sólida en las muestras de aceites y grasas no estabilizadas (fase grasa de margarina, sustitutos de grasa de cacao, etc.) las cuales no necesitan estabilización poliformica, por resonancia magnética nuclear de baja resolución RMN.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Venezolana COVENIN, se aplican las siguientes definiciones:

3.1 El método directo. La señal de RMN de las dos fases, sólida y líquida es medido y comparado. El contenido de grasa sólida es definido como relación expresada en %, entre señal de RMN de núcleo de hidrógeno de la muestra en estado sólido y señal de RMN de núcleos de hidrógeno en las dos fases sólida y líquida de la muestra.

3.2 El método indirecto. La señal de RMN de fase líquida de la muestra en temperatura dada es comparado con la señal de la misma muestra totalmente fundida.

3.3 El método paralelo. En este método la muestra es dividida en cuatro (4) tubos de medición y condicionada paralelamente en diferentes temperaturas de medición (10, 20, 30, 35 °C).

3.4 El método directo paralelo. La muestra es acondicionada en la forma paralela y medida directamente.

3.5 El método indirecto paralelo. La muestra es acondicionada en la forma paralela y medida indirectamente. Cada muestra o lote de muestras tienen que estar acompañadas por la muestra patrón (aceite de oliva).

El contenido de grasa sólida es definido como 1 menos la relación entre la señal de RMN de núcleos de hidrógeno en la fase líquida en temperatura dada de la muestra y la señal de núcleos de hidrógeno en la muestra totalmente fundida corregida por diferencias de temperatura de medición.

El resultado es explicado generalmente en porcentaje.

Para eliminar el efecto de temperatura la señal de RMN de aceite líquido (aceite de oliva) es medida en todas las temperatura de medición.

4 MÉTODO DE ENSAYO

4.1 Principio

La muestra es acondicionada térmicamente y el contenido de grasa sólida es medido por el método directo o indirecto en temperaturas 10, 20, 30 y 35 °C, paralelamente.

4.2 Aparatos

4.2.1 Cualquier equipo de RMN (impulso u onda continua) de baja resolución.

4.2.2 Baños con temperatura controlada con exactitud de $\pm 0,1$ °C.

4.2.3 Bloques de aluminio con huecos para los tubos, el diámetro del hueco no puede ser más grande que 0,4 mm del diámetro del tubo de medición.

La profundidad del hueco debe ser tal que la muestra a analizar esté totalmente dentro del bloque.

El bloque de aluminio debe ser equipado con un termostato que permita el control de la temperatura con exactitud de $\pm 0,1$ °C.

El baño externo con temperatura regulada, puede ser usado para controlar la temperatura del bloque.

5 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

5.1 Calentar la muestra hasta por lo menos 100 °C y guardar en esta temperatura por 15 min.

5.2 Homogeneizar la muestra y llenar el tubo de ensayo de acuerdo con manual del equipo.

Las paredes externas del tubo tienen que ser limpias y secas. Preparar una muestra para cada temperatura de medición.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Pasar los tubos de ensayo con la muestra al baño de 60 °C por lo menos 5 minutos, pero no más de 15 minutos.

6.2 Pasar los tubos al baño de 0° por 60 ± 2 min.

6.3 Pasar los tubos al baño de temperatura de medición (10, 20, 30 y 35 °C) utilizando una muestra (un tubo) por cada temperatura de medición. Los tubos tienen que permanecer en baño por 30-35 minutos.

6.4 Medición de la muestra

6.4.1 Remover el tubo donde en el baño, secarlo con servilleta de papel, poner en el equipo RMN y medirla inmediatamente.

Todas las operaciones hay que realizarlas lo más rápido posible.

6.4.2 Método directo paralelo

Leer el resultado de contenido de grasa sólida directamente del equipo.

6.4.3 Método indirecto paralelo

Cada tubo de la muestra es acompañado por su respectivo patrón (aceite de oliva) y medidos en la temperatura de 60° (referencia) y las temperaturas de medición.

Es conveniente utilizar la siguiente fórmula para calcular los resultados finales

$$S = 100 \left(\frac{1 - A \times C}{B \times D} \right)$$

Donde:

S = Contenido de grasa sólida en temperatura T.

A = Señal de RMN de aceite patrón en temperatura 60°C.

B = Señal de RMN de la muestra en temperatura 60°C.

C = Señal de RMN de la muestra en temperatura T.

D = Señal de RMN del aceite patrón en temperatura T.

NOTA 1: En el caso del método directo paralelo se debe utilizar los siguientes parámetros del equipo:

- Tiempo de repetición de pulso (trigger time) 2 sec.

- 4 pulsos para promediar la señal.

- F. Factor establecido durante calibración de equipo

7 INFORME

El informe debe contener lo siguiente:

- 7.1 Fecha de realización del ensayo
- 7.2 Identificación completa de la muestra
- 7.3 Resultado del análisis realizado.
- 7.4 Número y título de la norma COVENIN consultada.
- 7.5 Nombre del analista.
- 7.6 Observaciones

BIBLIOGRAFÍA

AOCS Oficial method Cd 16B - 93

Braker. Manual de operaciones

Oxford 4000. (1987) Manual de operaciones

Praxis. Manual de operaciones.

Participaron en la primera revisión de esta norma: Benavente, Hector; Chacín, Yulay; Dávila, Saskia; Dramiński, Wojciech; Gil, Wilma; González, Mario; Noguera, Deinny; Rosa, Yadira; Useche, Morelia

Participaron en la revisión de esta norma: Benavente, Hector; Chacín, Yulay; Dávila, Saskia; Dramiński, Wojciech; Gil, Wilma; González, Mario; Noguera, Deinny; Rosa, Yadira; Useche, Morelia.

COVENIN
3277:1999

CATEGORÍA
B

FONDONORMA
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



I.C.S: 67.200.10

ISBN: 980-06-2284-5

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Aceite y grasa vegetal, grasa sólida, resonancia magnética nuclear.