

# Desarrollo de un método analítico alternativo para la determinación del porcentaje humedad y materia volátil en aceite vegetal de uso comestible

Carmen Osiris Rivera Montalván, Patricia Paola Rivera Montalván, Jahoska Mercedes Rizo Penado y Leonardo Mendoza Blanco\*

Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua, León (UNAN-León)  
Facultad de Ciencias y Tecnologías  
Departamento de Química  
e-mail: lmendoza@ct.unanleon.edu.ni

Recibido: 09/05/2016

Aceptado: 24/06/2016

## Resumen

Se realizó un estudio de desarrollo de un método analítico alternativo para la determinación del porcentaje de humedad y materia volátil en aceite vegetal de uso comestible basado en las normas de la American Oil Chemists' Society (AOCS) Ca 2b-38 y la NMX-F-211-SCFI-2012. El método está basado en la técnica de volatilización en horno. Se estudiaron diferentes tiempos de calentamiento (0.5, 1, 1.5 y 2 horas), masas (5, 10, 15 y 20 g) y temperaturas de calentamiento (96°C, 116°C y 125°C). Se seleccionaron las variables más óptimas: temperatura de calentamiento a 116°C, tiempo de calentamiento 1 hora y masa de 10 g para realizar la determinación de humedad y materia volátil en muestras de aceite vegetal de uso comestible. El estudio se realizó en cinco marcas de aceites vegetales de uso comestible que son comercializados en Nicaragua, en las que determino un porcentaje de humedad menor del 0.1% que es el límite establecido por REGLAMENTO TÉCNICO CENTROAMERICANO (RTCA). Se concluyó que la repetibilidad interna de cuatro de las cinco marcas de aceite vegetal de uso comestible presentaron valores de % CV menores a un 8%. Existen diferencias significativas en las varianzas de cada grupo de resultado, encontrando para algunas muestras valores elevados de variabilidad.

**Palabras claves:** *Humedad, repetibilidad interna, método analítico, aceite comestible*

## Abstract

A development study of an alternative analytical method for the determination of the percentage of humidity and volatile matter in vegetable oil for edible use was carried out based on the standards of the American Oil Chemists' Society (AOCS) Ca 2b-38 and the NMX-F-211-SCFI-2012. The method is based on the oven volatilization technique. Different heating times (0.5, 1, 1.5 and 2 hours), masses (5, 10, 15 and 20 g) and heating temperatures (96°C, 116°C and 125°C) were studied. The most optimal variables were selected: heating temperature at 116°C, heating time 1 hour and mass of 10 g to carry out the determination of humidity and volatile matter in samples of vegetable oil for edible use. The study was carried out on five brands of vegetable oils for edible use that are marketed in Nicaragua, in which I determine a percentage of humidity less than 0.1%, which is the limit established by CENTRAL AMERICAN TECHNICAL REGULATION (RTCA). It was concluded that the internal repeatability of four of the five brands of vegetable oil for edible use had % CV values of less than 8%. There are significant differences in the variances of each result group, finding high variability values for some samples.

**Keywords:** *Humidity, internal repeatability, analytical method, edible oil*

## INTRODUCCIÓN

Los aceites comestibles de origen vegetal son uno de los ingredientes más utilizados en las recetas, tanto en salsas y aliños, como para la cocción de alimentos mediante la técnica de fritura. En ésta, la aplicación del calor puede provocar si no se realiza de forma adecuada, la formación de sustancias no recomendables que pueden poner en peligro la seguridad de su consumo. Las principales situaciones que originan este riesgo son dos: un exceso de temperatura durante la fritura (sobrecalentamiento) y un abuso en el tiempo de utilización del aceite (Nielssen, 2007).

El deterioro de los aceites, además de alterar las características fisicoquímicas y sensoriales, sabor y olor de los alimentos que en ellos se fríen, puede poner en riesgo la salud del consumidor. Los factores que influyen en esta alteración son: la acción del aire, la humedad y la temperatura sobre los componentes del aceite (los ácidos grasos), que dan lugar a una degradación y desmejoramiento de las propiedades del aceite, entre ellas, la formación de compuestos polares: hidroperóxidos, peróxidos, etc. (Bailey, 1961; Rivera, 2014). Estos compuestos surgen del deterioro durante el calentamiento, condiciones inadecuadas de almacenamiento, transporte y disposición final hasta el consumidor. Formando una relación directa entre el grado de deterioro del baño de fritura y su contenido en compuestos polares. Cuanto mayor es la degradación, más elevada es la presencia de estas sustancias. La alteración oxidativa del aceite consiste en la acción del oxígeno sobre los ácidos grasos y favorece la formación de compuestos inestables (hidroperóxidos o peróxidos y radicales libres), en donde la luz actúa como catalizador. Las frituras en sartenes grandes con poco aceite tienen más superficie de oxidación que los baños más estrechos y profundos, como las freidoras (Bailey, 1961; Ordoñez, 2013).

La alteración hidrolítica la aporta el alimento, el agua del producto se libera de manera continua en el aceite caliente y acelera la hidrólisis. Así se incrementa el contenido en ácidos grasos libres responsables del grado de acidez (Durán, 2015).

La alteración térmica, surge cuando la temperatura aumenta, acelerando todos los procesos químicos y enzimáticos en el aceite, que se degrada con bastante rapidez, sobre todo, si hay residuos que potencian las reacciones de alteración. Tanto la alteración oxidativa como la térmica provocan la transformación de los ácidos grasos y generan compuestos polares (Bailey, 1961; Durán, 2015).

Debido a estas alteraciones y la falta de detalle experimental que presentan las normativas técnicas de calidad: American Oil Chemists' Society (AOCS) Ca 2b-38 y la NMX-F-211-SCFI-2012 (*Alimentos. Aceites y grasas vegetales o animales. Determinación de humedad y materia volátil*), en lo relativo al procedimiento, ya que no establecen los valores de las variables: masa a utilizar, la temperatura a la cual se debe introducir la muestra o el tiempo que requiere para su calentamiento, es que se realizó este estudio para el desarrollo de un método analítico alternativo para determinar el porcentaje de humedad y materia volátil en el aceite vegetal de uso comestible, realizando los siguientes estudios: influencia de los factores temperatura, tiempo y masa en el método alternativo de determinación de humedad y materia volátil en aceite vegetal comestible, el análisis de la repetibilidad interna en la determinación de humedad y materia volátil en aceite vegetal comestible, y la determinación del porcentaje de humedad y materia volátil en muestras de marcas de aceite vegetal comestible disponibles en el mercado nicaragüense.

## DISEÑO METODOLÓGICO

### *Selección del método analítico*

La normativa de determinación de humedad y materia volátil en aceite vegetal comestible está basado en un método gravimétrico de volatilización (método indirecto), considerando algunas ventajas que presenta: es un método bajo costo y relativamente rápido (Harttaman, 1992 y NMX, 2006).

La determinación de humedad se puede efectuar en forma indirecta, calentando una cantidad conocida de muestra a una temperatura conveniente y pesando el residuo. Para esto se requiere que la muestra sea térmicamente estable y que no contenga una cantidad significativa de compuestos volátiles (Masson, 1997). Los resultados de las mediciones de humedad a través del método por volatilización se expresan en valores porcentuales.

### *Tipo de estudio*

Se realizó un diseño cuasiexperimental, para estudiar el comportamiento de las variables masa de aceite, temperatura y tiempo de calentamiento de las muestras de aceite. Para cada variable, se estudiaron tres niveles de variación, ensayándolas en cada muestra de marca de aceite vegetal seleccionado. Primeramente, se realizó un estudio para determinar los valores "más óptimos" de las variables para posteriormente realizar la determinación del porcentaje de humedad en las muestras de aceite vegetal de consumo en la población nicaragüense.

### Descripción del procedimiento

Se utilizó el método de volatilización con placa calentadora a la atmosfera.

Para el estudio de factores analíticos, al no contar con un estándar de referencia, se seleccionó una marca de aceite de mayor consumo nacional, y se estudió la variabilidad del efecto en las variables seleccionadas a partir de los valores de referencia (NMX, 2006; American Oil Chemists' Society Ca 2b-38): tiempos de calentamiento: 0.5, 1, 1.5 y 2 horas; masas de muestras de aceites: 5, 10, 15 y 20 g y temperaturas de calentamiento: 96 °C, 116 °C y 125 °C.

Para la determinación, se seleccionaron las variables “óptimas” del estudio previo: temperatura de calentamiento a 116°C, tiempo de calentamiento 1 hora y masa de 10 g para determinar el porcentaje de humedad y materia volátil en muestras de cinco marcas de aceite vegetal de uso comestible. Cada ensayo se realizó por triplicado.

*Equipos utilizados:* Horno. WBT Binder serie 970570, temperatura máxima 300°C ; Balanza analítica –Sartorius MC1 AC210S, serie 40120235, Max: 120 g, d: 0.1 mg y Desecador con sulfato de calcio (Drierite™), Termómetro de mercurio de inmersión parcial. El procedimiento experimental se describe a continuación en la figura 1.

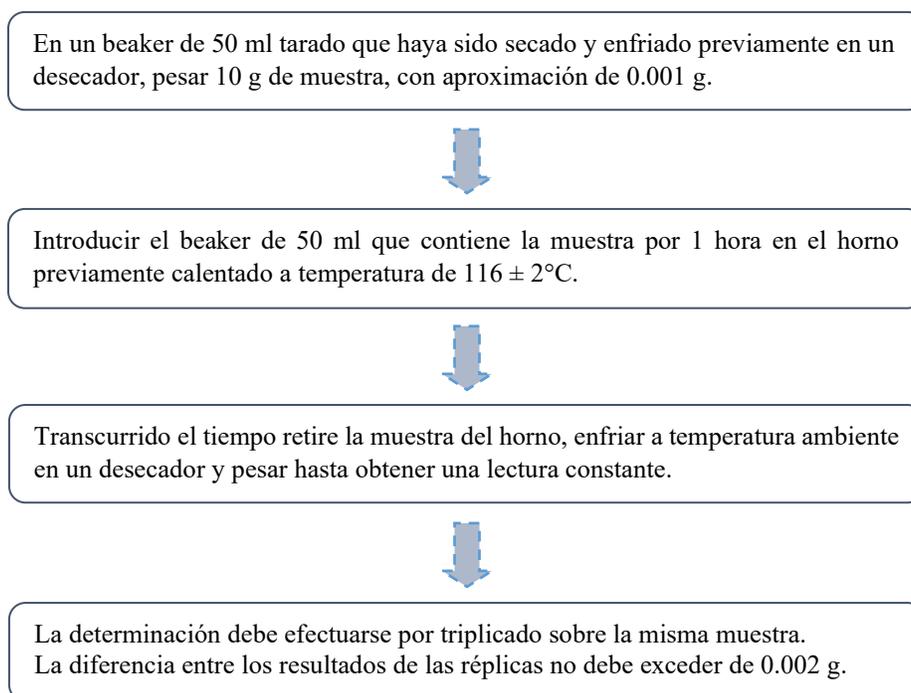


Figura 1. Procedimiento seleccionado para la determinación de la humedad y materia volátil en muestras de marcas de aceites vegetal comestible.

### Expresión de resultados:

Cálculo del contenido de humedad y materia volátil con la siguiente ecuación

$$\% \text{ Humedad y materia volátil} = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100 \quad \text{Ec. 1}$$

En donde:

$M_1$  es la masa de la muestra de aceite inicial en gramos,

$M_2$  es la masa de la muestra de aceite final en gramos

Los datos obtenidos fueron procesados en el programa MS. Excel 2010 y el analizador estadístico SSPS versión 22 para Windows.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 1 Influencia de variables.

Se estudió la influencia de los factores: masa, tiempo y temperatura en la determinación de la humedad y materia volátil en muestras de aceite vegetal comestible.

#### 1.1 Influencia de la masa de muestra

La mediana entre las diferentes masas de muestras de aceite homogéneas, sin embargo, presentan mejor simetría (dispersión de una distribución normal) las muestras de 15 g y 20 g, siguiendo el patrón la de 10 g. La de menor ajuste es la de 5 g (figura 2).

Para una masa de 20 g existe una menor dispersión de los datos lo que indica una mayor precisión en los resultados.

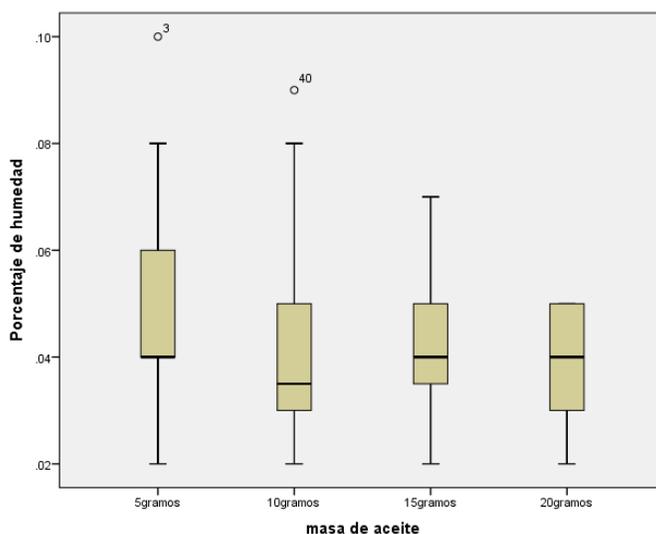


Figura 2. Diagrama de caja y bigotes para masa y porcentaje de humedad de la muestra de aceite vegetal. Elaboración propia

#### 1.2 Influencia del tiempo de calentamiento de la muestra de aceite

Los valores de las medianas de las cajas se encuentran alrededor del 0.04% de humedad, no existen diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) al variar las horas de calentamiento. Sin embargo, teniendo menor dispersión en el intervalo de tiempo 0.5 h hasta 1.5 h, dado que a 2 h, se pierde la simetría de dispersión de una distribución normal (figura 3).

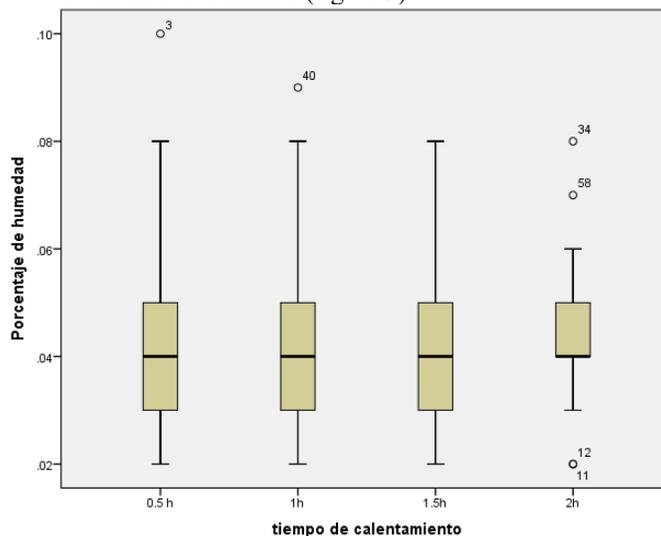


Figura 3. Diagrama de caja y bigotes para tiempo de calentamiento y porcentaje de humedad de la muestra de aceite vegetal. Elaboración propia.

### 1.3 Influencia de la temperatura de calentamiento de la muestra de aceite

Los valores de la mediana del % de humedad se encuentran a 0.04%, no existen diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) al variar la temperatura (figura 4). En general, la dispersión en los tres casos es muy buena, los resultados a 116 °C presentan una menor dispersión (mejor distribución) en comparación con las otras variables debido a una mayor precisión en estos resultados (figura 4).

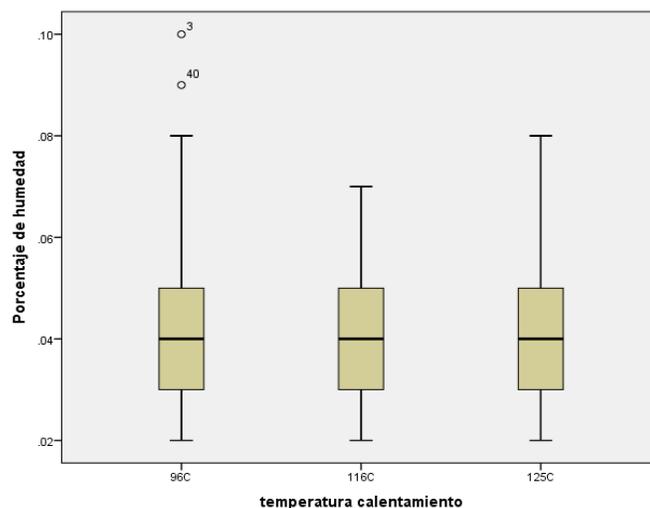


Figura 4. Diagrama de caja y bigotes para temperatura de calentamiento y porcentaje de humedad en la muestra de aceite vegetal

### 1.4. Influencia combinada de los factores estudiados

La temperatura de calentamiento a 116 °C presenta las mejores condiciones para tratar las muestras, ya que existe una menor dispersión de los datos en comparación con los promedios de humedad en relación a la variación de los pesos, a las diferentes horas (Figura 5)

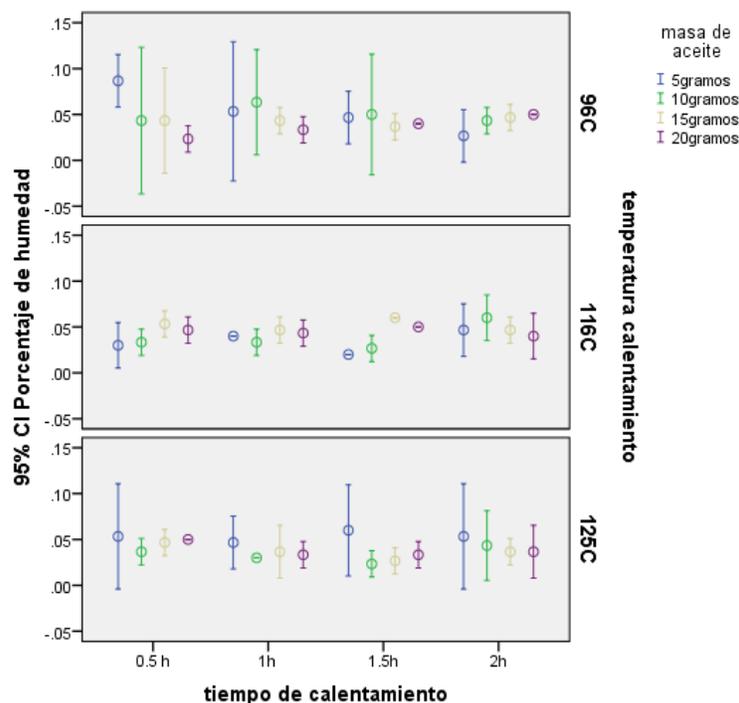


Figura 5. Diagrama de intervalos de barras de error referente a horas contra % de humedad y temperatura de la muestra de aceite vegetal estudiada.

### 1.5 Selección de valores de óptimos de variables experimentales

Considerando los resultados previamente expresados: una masa de 10g, un tiempo de calentamiento de 1h a una temperatura de 116 °C, resultan ser las condiciones más idóneas para determinar el porcentaje de humedad y materia volátil en aceites vegetales de uso comestible, ya que los promedios de las diferentes masas están próximo, lo que muestra una distribución normal debido a que no existen diferencias significativas entre los datos.

Otro aspecto que se tomó en cuenta para la selección de estos parámetros fue el consumo energético más bajo del horno con respecto a la placa de calentamiento, ya que lo que se quiere plantear es un método rápido, fácil y de bajo costo.

## 2. Análisis de repetibilidad interna en la determinación de humedad y materia volátil en aceite vegetal comestible

Las réplicas se realizaron nueve veces a tres intervalos de tiempo consecutivos en el mismo día por el mismo analista.

Cuatro de las cinco marcas de aceite vegetal de uso comestible presentan valores de % Coeficiente de Variación menores a un 9 %, respondiendo satisfactoriamente al criterio del valor máximo del coeficiente de variación permitido (<11%) por la AOAC (1998). Por lo que, la precisión de la determinación de la humedad y materia volátil en las diferentes marcas de aceite vegetal comestible es satisfactoria para este tipo de métodos de análisis. Sin embargo, existen diferencias significativas en la precisión intermedia entre las muestras de marcas de aceite vegetal estudiadas ( $p < 0.05$ ).

Tabla 1. Valores de % de Humedad y de materia volátil para marcas de aceite vegetal de uso comestible estudiadas.

Estadístico	Marcas de aceite				
	1	2	3	4	5
Promedio	0.0767	0.0572	0.0812	0.085	0.0786
Desviación Estándar	0.00598	0.00314	0.00377	0.00744	0.00555
% CV	7.8 %	5.4 %	4.6 %	8,7 %	7.1 %

## 3. Determinación de la humedad y materia volátil en muestras de aceite vegetal comestible.

Una vez establecidas las condiciones experimentales más óptimas para el análisis de las muestras de aceite vegetal comestible, se procedió a los ensayos de determinación realizando nueve replicas para cada marcar de aceite. A continuación los resultados de cálculo de porcentaje de humedad relativa y materia volátil resumidos en la tabla 2.

Existen diferencias significados en los valores promedios de porcentaje de humedad relativa entre las muestras de aceite vegetal estudiadas (ANOVA-1-Factor,  $p < 0.05$ ). (Figura 6)

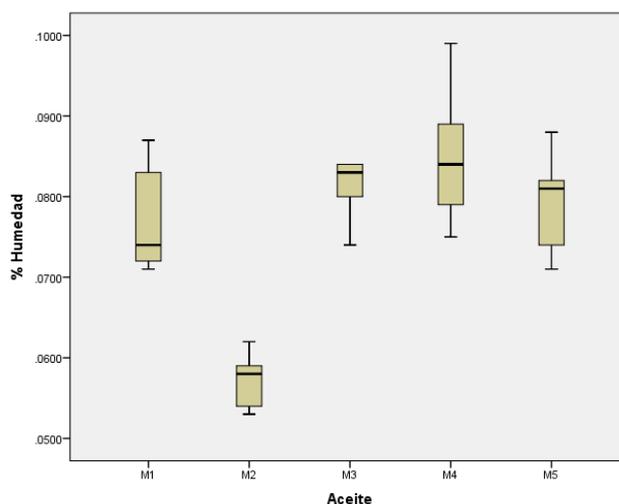


Figura 6. Diagrama de intervalos de barras de error referente al % de humedad en las muestras de aceites vegetal estudiada.

Los valores encontrados de porcentaje de humedad y materia volátil en las muestras de aceite vegetal comestible son menores a 0.1 % establecido por la Norma Técnica Obligatoria Nicaragüense y el Reglamento Técnico Centroamericano.

Tabla 2. Resultados de determinación de % de Humedad y de materia volátil para cinco marcas de aceite vegetal de uso comestible estudiadas.

Estadístico	Marcas de aceite									
	1		2		3		4		5	
<b>Promedio</b>	0.077		0.057		0.081		0.085		0.079	
<b>Intervalo de confianza, 95 %</b>	Min	Max	Min	Max	Min	Max	Min	Max	Min	Max
<b>Desviación Estándar</b>	0.006		0.00314		0.003		0.007		0.006	
<b>% CV</b>	7.8 %		5.4 %		4.6 %		8,7 %		7.1 %	

## CONCLUSIONES

Se estudió la variabilidad de parámetros experimentales (temperatura y tiempo de calentamiento y masa de muestra de aceite) para la determinación precisa del porcentaje de humedad y materia volátil en las muestras de aceite vegetal; lo que permitió seleccionar los valores más óptimos (tiempo, temperatura y masa) para realizar las determinaciones de humedad y materia volátil en aceites vegetales de usos comestibles en Nicaragua.

La repetibilidad interna del método presenta valores aceptables por las normativas internacionales (AOAC), sin embargo, existen diferencias significativas en las mediciones entre cada tipo de marca de aceite vegetal estudiado.

Al determinar los valores de humedad y materia volátil se encontró que los aceites vegetales de uso comestible analizados se encuentran dentro del límite establecido en el Reglamento Técnico Centro Americano de Grasas y Aceites.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AOAC (1998). Peer-Verified Methods Program: Manual on Policies and Procedures, Arlington, VA .(pp-144) Recovery from <http://www.aoac.org/vmeth/PVM.pdf>
- Bailey, Alton Edward (1961). Grasas y Aceites Industriales. Editorial Reverte Capitulo 23 pág. 616.ISBN 8429179011
- Durán Agüero, Samuel, Torres García, Jairo, & Sanhueza Catalán, Julio. (2015). Frequently used vegetable oils in south america: features and properties. *Nutrición Hospitalaria*, 32(1), 11-19. <https://dx.doi.org/10.3305/nh.2015.32.1.8874>
- Hartman, L., Jablonka, F.H. (1992). A modified moisture and volatile matter determination in fats and oils. *Journal of the American Oil Chemist Society* 69, 1276 <https://doi.org/10.1007/BF02637702>
- NORMA TÉCNICA OBLIGATORIA NICARAGÜENSE. REGLAMENTO TÉCNICO CENTROAMERICANO (2011). Alimentos y Bebidas Procesados. Grasas y Aceites. Especificaciones. NTON 03 075-07/ RTCA 67.04.40:07 Gaceta no. 28-29, acápite 2.2 [Consulta 05 de mayo 2015]
- MASSON, Lilia. (1997) Métodos Analíticos para la Determinación de Humedad, Alcoholes, Energía, Materia Grasa y Colesterol en Alimentos. Consulta FAO/OMS de expertos. DEPOSITO DE DOCUMENTOS DE LA FAO/Departamento de Agricultura. Capítulo 14 [Consulta 25 de mayo 2015] disponible en <http://www.fao.org/docrep/010/ah833s/ah833s16.htm>
- NIELSEN, S. S. (2007) Análisis de Alimentos- Manual de Laboratorio. Purdue University West Lafayette, Indiana. Editorial Acribia. ISBN 84-0010-59-6
- Norma Mexicana NMX-F-211-SCFI-2006. (2006). Alimentos –aceites y grasas vegetales o animales-determinación de humedad y materia volátil-método de prueba. <http://www.colpos.mx/bancodenormas/nmexicanas/NMX-F-211-1987.PDF>
- Rivera, Y., Gutiérrez, C., Gómez, R., Matute, M., y Izaguirre, C. (2014). Cuantificación del deterioro de aceites vegetales usados en procesos de frituras en establecimientos ubicados en el Municipio Libertador del Estado Mérida. *Ciencia e Ingeniería*, 35(3), 157-164
- Ordoñez, B. M., Moreno, L. C. C., Pérez, W. R., Murcia, M. A., y Alvarado, E. R. (2013). Caracterización de biodiesel obtenido de aceite residual de cocina. *Revista Colombiana de Biotecnología*, 15(1), 61-70.