



NORMA MEXICANA

NMX-FF-090-SCFI-2008

PRODUCTOS NO INDUSTRIALIZADOS PARA USO HUMANO - OLEAGINOSAS – GRANO DE CÁRTAMO (Carthamus tinctorius L) - ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-FF-090-SCFI-1994).

NON INDUSTRIALIZED FOOD PRODUCTS FOR HUMAN USE –
OILSEEDS - SAFFLOWER (Carthamus tinctorius L) –
SPECIFICATIONS AND TEST METHOD



NMX-FF-090-SCFI-2008

PREFACIO

En la elaboración de esta norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- AARHUSKARLSHAMN México, S.A. de C.V.

- ASOCIACIÓN NACIONAL DE INDUSTRIALES DE ACEITES Y MANTECAS COMESTIBLES, A. C. (ANIAME)

- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ACEITES, GRASAS, JABONES Y DETERGENTES (CANAJAD)

- COMITÉ NACIONAL SISTEMA PRODUCTO OLEAGINOSAS (CONASIPRO).

- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL PARA PRODUCTOS AGRÍCOLAS Y PECUARIOS.

- CORAL INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.

- FABRICA DE JABÓN LA CORONA, S.A. DE C.V.

- GRUPO ACEITES DEL MAYO, S.A. DE C.V.

- INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES FORESTALES, AGRICOLAS Y PECUARIAS (INIFAP)
Coordinación de Investigación, Innovación y Vinculación (CIIV).
Centro de Investigación Regional del Noroeste (CIRNO).
Centro de Investigación Regional del Noreste (CIRNE).



NMX-FF-090-SCFI-2008

- INSTITUTO MEXICANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, S.C. (IMNC)
- SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, S.C. (NORMEX)
- SECRETARÍA DE AGRICULTURA, GANADERÍA, DESARROLLO RURAL, PESCA Y ALIMENTACIÓN
Dirección General de Fomento a la Agricultura
- SECRETARÍA DE ECONOMÍA
Dirección General de Normas
- SERVICIO NACIONAL DE INSPECCIÓN Y CERTIFICACIÓN EN SEMILLAS (SNICS)
- TRON HERMANOS, S.A DE C.V. (Aceites crudos, pastas y derivados).



NMX-FF-090-SCFI-2008

INDICE

Número de Capítulo		Página
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	REFERENCIAS	2
3	DEFINICIONES	3
4	CLASIFICACIÓN	5
5	ESPECIFICACIONES	5
6	MUESTREO	8
7	MÉTODOS DE PRUEBA	8
8	VIGENCIA	25
9	BIBLIOGRAFÍA	25
10	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	28



NORMA MEXICANA

NMX-FF-090-SCFI-2008

PRODUCTOS NO INDUSTRIALIZADOS PARA USO HUMANO - OLEAGINOSAS – GRANO DE CÁRTAMO (*Carthamus tinctorius* L) - ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-FF-090-SCFI-1994).

NON INDUSTRIALIZED FOOD PRODUCTS FOR HUMAN USE – OILSEEDS - SAFFLOWER (*Carthamus tinctorius* L) – SPECIFICATIONS AND TEST METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Objetivo

Esta norma mexicana establece las especificaciones de calidad del grano¹ de cártamo (*Carthamus tinctorius* L.), utilizado para producir aceite crudo de cártamo.

1.2 Campo de aplicación

Esta norma mexicana aplica al grano de cártamo destinado a la elaboración de productos para consumo humano o para la elaboración de otros alimentos que se producen o comercializan en los Estados Unidos Mexicanos.

¹ Para efectos de la presente norma mexicana la palabra “grano” deberá considerarse como el equivalente al inglés “seed”.



2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma, se deben consultar las siguientes normas mexicanas vigentes:

- | | |
|---------------------|--|
| NMX-B-231-SCFI-1991 | Cribas para clasificación de materiales granulares. Declaratoria de Vigencia publicada en el DOF el 9 de enero de 1991. |
| NMX-F-017-SCFI-2005 | Alimentos – Aceites y Grasas – Determinación de la Composición de Ácidos Grasos por Cromatografía de Gases – Método de Prueba. Declaratoria de Vigencia publicada en el DOF el 11 de abril de 2005 |
| NMX-F-101-SCFI-2006 | Alimentos – Aceites y grasas vegetales o animales – Determinación de ácidos grasos libres – Método de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de febrero de 2006. |
| NMX-F-161-SCFI-2007 | Alimentos – Aceite comestible puro de cártamo – Especificaciones (Cancela a la NMX-F-161-SCFI-2005), publicada en el Diario Oficial de la Federación el 8 de marzo de 2008. |
| NMX-Y-111-SCFI-2001 | Muestreo de alimentos balanceados e ingredientes mayores para animales. Declaratoria de vigencia publicada en el DOF el 18 de julio de 2001. |



3 DEFINICIONES

Para los efectos de la presente norma, se establecen las siguientes definiciones:

3.1 Aceite crudo de cártamo:

Es un líquido graso de color ambarino obtenido por expresión mecánica y/o por extracción de solventes del grano de cártamo de la especie *Carthamus tinctorius*, tanto de variedades que producen aceite con alto contenido de grasas poli-insaturadas, como de variedades que producen aceite con alto contenido de grasas mono-insaturadas. El aceite crudo debe de identificarse como proveniente de una u otra de las variedades mencionadas.

3.2 Aceite de cártamo de alto contenido de grasas poli-insaturadas:

Aquel que se obtiene de los granos de cártamo (*Carthamus tinctorius* L.) con un alto contenido de grasas poli-insaturadas.

3.3 Aceite de cártamo de alto contenido de grasas mono-insaturadas:

Aquel que se obtiene de los granos de variedades de cártamo (*Carthamus tinctorius* L.) con un alto contenido de grasas mono-insaturadas.

3.4 Beneficio de los granos:

Proceso a que se someten los frutos o granos para siembra, que consiste en un conjunto de operaciones manuales o mecánicas, tales como la limpieza, selección y almacenaje con el objeto de conservar o mejorar su calidad física.

3.5 Grano de cártamo:

Se entiende por grano de cártamo al obtenido de la especie *Carthamus tinctorius* L., de forma ovoidea, más ancha en el extremo superior; el color del grano de cártamo varía de blanco a grisáceo, dependiendo de la variedad.



3.6 Granos dañados:

Son los granos de cártamo o fracciones de grano, que han sido afectados por la acción de microorganismos o insectos que modifiquen sus características originales tanto internas como externas, hasta el grado de volverlos objetables para su consumo.

3.6.1 Granos dañados por microorganismos:

Son los granos o fracciones de grano que presenten en la superficie o en su interior colonias de hongos o bacterias afectándolos total o parcialmente.

3.6.2 Granos dañados por insectos:

Son los granos o fracciones de grano con perforaciones o galerías originadas por insectos, tanto de campo como de almacén.

3.7 Humedad:

Es el agua contenida en el grano, expresada en porcentaje con relación al peso total del grano.

3.8 Impurezas:

Es todo aquel material extraño que no sea semilla de cártamo, incluyendo otro tipo de semillas, material vegetal, piedras, residuos o excretas de roedores.

3.9 Contenido de aceite:

Es la parte oleosa del grano que consta principalmente de ésteres de glicerol o glicerina con ácidos grasos; se caracteriza por ser soluble en disolventes orgánicos (éter, éter de petróleo, hexano, benceno y otros), tener pesos específicos menores que el agua y ser fácilmente saponificables con álcalis.

3.10 Producto para consumo:

Producto que puede ser un fruto, grano, plántula o cualquier otra estructura vegetal para consumo humano, animal o industrial.



4 CLASIFICACIÓN

4.1 Grados de calidad

Para los efectos de comercialización de las diferentes variedades de cártamo se manejan en la presente norma tres grados de calidad:

- Primera (Grado I)
- Segunda (Grado II)
- Tercera (Grado III)

4.2 Grado muestra no clasificado

Se refiere a los lotes de granos de cártamo que estén fuera de la clasificación propuesta en la presente norma o que por cualquier motivo excedan los límites de tolerancia para el grado de calidad tercera. Este producto puede ser comercializado en territorio nacional mediante acuerdo entre las partes, sujeto a las reglamentaciones que en materia de sanidad sean establecidas por las instancias competentes.

5 ESPECIFICACIONES

El grano de cártamo comercial debe cumplir con las especificaciones mínimas que se establecen a continuación:

5.1 Sensoriales, las cuales se verifican organolépticamente:

5.1.1 Olor

Los lotes de granos de cártamo deben tener el olor suave característico de la especie y libre de olores a putrefacción o rancidez.

5.1.2 Color

Dependiendo de la variedad pueden presentarse coloraciones que van de blancos a grisáceos.

5.2 Físicoquímicas

El grano de cártamo comercial debe cumplir con las especificaciones físicas y químicas establecidas en las Tablas 1 y 2.

5.2.1 Impurezas

Para efectos de comercialización del cártamo se considera como máximo de aceptación el 5 %. Se evalúa conforme a lo indicado en el inciso 7.1.

5.2.2 Daños

El grano de cártamo se acepta con un máximo de 5 % de daños. Su determinación se apoya en el inciso 7.2.

5.2.3 Humedad

5.2.3.1 En los tres grados de calidad la humedad base debe ser del 6%. La humedad se verifica con el método de prueba señalado en el inciso 7.3.

NOTA 1: Parámetros comerciales superiores al 6 % y hasta el 8 % como máximo serán acordados entre partes en los contratos de compraventa, debiendo asegurarse ambas partes que se cuenta con buenas prácticas de manejo postcosecha, transporte y almacenamiento del grano.

5.2.4 Contenido de aceite

Para efectos de esta norma se considera como límite mínimo de 32 % de aceite. Esto se verifica con el procedimiento descrito en el inciso 7.4.

TABLA 1.- Especificaciones fisicoquímicas para el grano de cártamo

Parámetros	Primera (Grado I)	Segunda (Grado II)	Tercera (Grado III)	Método de Prueba
Físicoquímicas				
Impurezas (%)	1,0	2,0	3,0	Inciso 7.1
Granos dañados (% máximo)	1,0	1,5	2,0	Inciso 7.2
Humedad (%)	6,0	6,0	6,0	Inciso 7.3
Contenido de aceite (%)	>35	32 a 35	<32	Inciso 7.4

TABLA 2.- Especificaciones de composición de ácidos grasos en aceites proveniente de granos de cártamo de las variedades alto poli-insaturado y alto mono-insaturado (*Carthamus tinctorius* L)

Parámetro Acido Graso	Alto poli-insaturado %		Alto mono-insaturado %	
	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo
Ácido mirístico C14:0	0	0,2	0	0,1
Ácido palmítico C16:0	5,3	8,0	5	6
Ácido esteárico C18:0	1,9	2,9	1,5	3,5
Ácido araquídico C20:0	0,2	0,4	0	0,5
Ácido behénico C22:0	0,2	0,8	0	0,2
Ácido lignocérico C24:0	0	0,2	ND	ND
Total ácidos grasos saturados	7,6	12,5	6,5	10,3
Ácido palmitoléico C16:1	0	0,2	0	0,2
Ácido oleico C18:1	8,4	30,0	70	83
Ácido gadoléico C20:1	0,1	0,3	0	0,5
Ácido erúcico C22:1	0	1,8	ND	ND
Ácido tetracosadecenóico C24:1	0	0,2	ND	ND
Total ácidos grasos mono- insaturados	8,5	32,5	70	83,7
Ácido linoleico C18:2	67,8	83,2	13	18
Ácidos 18:3, sin asignar cis o trans	0	0,1	0	0,5
Total ácidos grasos poli- insaturados	67,8	83,3	13	18,5
NOTA: ND- No detectados				
Método de Prueba: NMX-F-017-SCFI-2005 Determinación de ácidos grasos por cromatografía de gases (véase 2 REFERENCIAS)				



6 MUESTREO

Cuando se requiera el muestreo del producto, éste puede ser establecido de común acuerdo entre vendedor y comprador; a falta de éste se recomienda el uso de la NMX-Y-111-SCFI-2001 (véase 2 REFERENCIAS).

7 MÉTODOS DE PRUEBA

De acuerdo con los fundamentos y procedimientos recomendados en la bibliografía que se cita, se han elaborado los siguientes procedimientos para análisis de los lotes de grano de cártamo.

7.1 Determinación de Impurezas

7.1.1 Fundamento

Determinar por cribado todas las materias extrañas de la muestra a analizar como son terrones, pajas, semillas extrañas, piedras y otros. El procedimiento para determinar impurezas puede ser por tamizado manual, utilizando zarandas de 3,175 mm (8/64 in) de perforaciones triangulares.

7.1.2 Materiales y equipo

7.1.2.1 Juego de tamices con zaranda de orificios de 3,175 cm (8/64 in) de perforaciones triangulares de preferencia con tapa y charola de fondo;

7.1.2.2 Balanza granataria

7.1.3 Preparación y acondicionado de la muestra

Debe llevarse a cabo de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-Y-111-SCFI-2001 (véase 2 REFERENCIAS).

7.1.4 Procedimiento

Se pesan 100 g de muestra y se colocan al centro de la zaranda con las especificaciones descritas; se acoplan a la charola; se agitan vigorosamente con movimientos circulares a fin de que las impurezas sean depositadas en la charola receptora.



En el caso de que haya impurezas que por su tamaño no crucen ésta, se pueden separar con la mano y depositarlas en la charola receptora en forma conjunta pesar el total de impurezas. Todo material que permanezca en la charola y que sea diferente puede considerarse como extraño.

7.1.5 Expresión de resultados

Se pesa todo el material que pase por la zaranda y el que quede en la charola, además del que manualmente se retiro de la muestra.

El peso total de impurezas es directamente el porcentaje de las mismas.

Si se desea, en esta determinación se pueden separar por tipo el material extraño y una vez clasificado se pesa por separado.

El peso debe ser directamente el porcentaje de cada tipo de material extraño expresado, en porcentaje.

7.2 Determinación de granos dañados

7.2.1 Fundamento

Separar los granos dañados de los enteros y sanos.

7.2.2 Procedimiento

Tomar entre 25 g y 100 g de grano de cártamo de la muestra de la que permaneció en la zaranda y observar el grano para detectar algún tipo de daño, por calor, insectos, hongos u otras causas.

7.2.3 Expresión de resultados

$$\% \text{ grano dañado} = \frac{\text{Peso de granos dañados}}{\text{Peso total de la muestra}} \times 100$$



7.3 Determinación de humedad

7.3.1 Principio.

Este método está basado en el método propuesto por la Organización Internacional de Normalización ISO 665 (véase 9 BIBLIOGRAFÍA). El presente método es uno de los métodos internacionalmente reconocidos para la determinación del contenido de humedad y materia volátil en granos provenientes de oleaginosas.

NOTA 2: Si bien este método determina simultáneamente humedad y materia volátil, particularmente se busca el resultado obtenido para humedad.

El análisis de humedad y materia volátil en la muestra se determinará en la muestra tal y como se recibe (semilla e impurezas) o, si se requiere solamente en semilla pura, por medio de secado a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ en horno a presión atmosférica hasta alcanzar masa constante

7.3.2 Aparatos.

Aparatos de uso normal en laboratorio y en particular los siguientes:

7.3.2.1 Balanza analítica, capaz de pesar lo más cercano a 0,001 g.

7.3.2.2 Molino mecánico, fácil de limpiar, apropiado para diferentes clases de semilla y que permita la molienda sin calentamiento del material, sin cambios apreciables en humedad, materia volátil y contenido de aceite.

7.3.2.3 Rayador mecánico, o si no tiene uno disponible. Use un rayador manual.

7.3.2.4 Contenedor fondo plano, (porta muestra) metálico o de vidrio a discreción del analista.

Si el contenedor es metálico, éste deberá ser resistente bajo las condiciones de la prueba. El contenedor deberá estar provisto de tapa hermética y permitirá que la porción a ensayar sea extendida en una capa a cerca de 0.2 g/cm^2 . (Por ejemplo un contenedor de 70 mm de diámetro por 30mm a 40 mm de alto). Contenedores de vidrio con unión esmerilada pueden ser utilizados.



7.3.2.5 Horno eléctrico, con control por termostato y buena ventilación natural, capaz de ser regulado de manera que la temperatura del aire y de los estantes internos del horno en vecindad con la muestra a ensayar permanezcan entre 101 °C y 105 °C durante su operación normal.

7.3.2.6 Desecador, que contenga un desecante eficiente tales como óxido de fósforo (V), sílica gel, alúmina activada, etc., provisto con un plato de porcelana que permita a los contenedores enfriarse rápidamente.

7.3.3 Procedimiento

7.3.3.1 Porción de muestra para análisis

- Seque el contenedor con su tapa por espacio de una hora a 103 °C posteriormente colóquelo en el desecador antes de pesarlo. Pese el contenedor con la tapa, lo más cercano a 0,001 g, después de haber permanecido abierto en el desecador un mínimo 30 minutos a la temperatura del laboratorio.

- Distribuya uniformemente la muestra (5 g a 10 g de grano entero de soya) sobre el fondo del contenedor y cierre con la tapa. Después pese dentro del contenedor, lo más cercano a 0,001 g.

NOTA 3: Lleve a cabo todas estas operaciones tan rápido como sea posible, para evitar cualquier cambio apreciable en el contenido de humedad.

7.3.3.2 Determinación

- Coloque el contenedor con la muestra en el horno al que previamente ha removido la tapa y colocado en el fondo; fije la temperatura del horno a 103 °C ± 2 °C. Cierre el horno. Después de 3 horas de secado contadas a partir del tiempo en el que el horno alcanza la temperatura de 103 °C abra el horno, retire el contenedor y cúbralo inmediatamente con la tapa y colóquelo en el desecador. Tan pronto como el contenedor se ha enfriado a la temperatura del laboratorio, pese lo más cercano a 0,001 g.

- Regrese el contenedor al horno con la tapa colocada en el fondo. Después de 1 hora, repita la operación. Saque el contenedor del horno, tápelo inmediatamente, colóquelo en el desecador, enfríe y pese.
- Si la diferencia entre los dos pesos es igual o menor a 0,005 g (para muestras de 5 g) considere finalizada la determinación. Si no es así, someta la muestra a periodos sucesivos de secado de 1 hora en el horno hasta que la diferencia entre dos pesadas sucesivas sea igual o menor a 0,005 g.
- Nunca coloque muestras húmedas en el horno junto con las muestras que están por finalizar el periodo de secado pues esto da lugar a que las muestras secas sean parcialmente rehidratadas.
- Realice dos determinaciones por cada muestra (duplicado).

7.3.4 Expresión de resultados.

7.3.4.1 El contenido de humedad y materia volátil, w , como porcentaje en masa de la muestra tal como se recibe es igual a:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \%$$

Donde

- m_0 es la masa en gramos del contenedor (porta muestra)
- m_1 es la masa en gramos del contenedor y la porción de muestra antes del secado
- m_2 es la masa en gramos del contenedor y la porción de muestra después del secado



- 7.3.4.2** Tome el resultado como la media aritmética de las dos determinaciones; si la diferencia entre los resultados es menor que 0,2 % (fracción de la masa). De lo contrario, repita las determinaciones usando otras dos porciones de muestra. Si esta vez el resultado nuevamente excede 0,2 % por 100 g de muestra, tome el resultado como la media aritmética de las cuatro determinaciones realizadas, a condición de que la máxima diferencia entre los resultados individuales de las muestras analizadas no excedan 0,5 g por 100 g de muestra.
- 7.3.4.3** Reporte el resultado con un decimal.
- 7.3.4.4** Si, antes de realizar el análisis se separaron de la muestra grandes porciones de materia extraña no oleaginosa, multiplique el resultado obtenido, de acuerdo con 7.3.4.1 por:

$$\frac{100 \% - X}{100 \%}$$

Donde:

X es el porcentaje en masa de las impurezas, previamente separadas, en el material de inicio tal como lo recibió.

- 7.3.4.5** Si la determinación del contenido de humedad y materia volátil fue realizado solamente en puro grano, calcule el contenido de humedad y materia volátil por medio de la fórmula dada en 7.3.4.1
- 7.3.5** Repetibilidad

La diferencia en valor absoluto entre dos resultados simples e independientes, obtenidos usando el mismo método en idéntico material de prueba, en el mismo laboratorio y por el mismo analista, usando el mismo equipo dentro del mismo intervalo de tiempo no deberá ser mayor del 5 %.



7.3.6 Reproducibilidad

La diferencia en valor absoluto entre dos resultados simples, obtenidos usando el mismo método en idéntico material de análisis, en diferentes laboratorios por diferentes analistas, usando diferentes equipos, no deberá ser mayor del 5 %.

7.3.7 Reporte del análisis

El reporte deberá especificar:

- Toda la información necesaria para la identificación de la muestra.
- El método de muestreo utilizado.
- El método de análisis utilizado, con referencia a esta norma mexicana.
- Todas las condiciones de operación no especificadas en esta norma, consideraciones opcionales con los detalles de cualquier incidente el cual pueda haber influenciado el resultado.
- El resultado obtenido (la media aritmética de las dos determinaciones, si las condiciones de repetibilidad han sido verificadas) indicando claramente si el resultado representa el contenido de humedad del producto tal como se recibió o si representa el contenido de humedad solamente del grano puro.

NOTA 4: El presente método no excluye la determinación del contenido de agua por otros métodos y equipos tales como determinadores de humedad electrónicos o equipo Steinlite, que hayan sido estandarizados para la cuantificación de humedad en el grano de cártamo. En este caso se deben efectuar dos determinaciones en cada una de dos submuestras representativas y la expresión de los resultados dependerá del tipo de determinador de humedad, por lo que se deben considerar las especificaciones de uso y la calibración sistemática del equipo.



7.4 Determinación de contenido de aceite

7.4.1 Objetivo y alcance:

Este método es aplicable a los granos de cártamo usados como materia prima industrial, para determinar su contenido de aceite. Adicionalmente, se pueden analizar separadamente los granos puros y las impurezas; los granos puros, el total de finos, las impurezas y las no impurezas de oleaginosas. En general este método es aplicable en el comercio internacional y en la resolución de las disputas comerciales. Este método está basado en el método propuesto por la Organización Internacional de Normalización ISO 659.

7.4.2 Principio

Este método determina el contenido de aceite de los granos de cártamo usadas como materia prima industrial por medio de extracción por solvente. El contenido de aceite se define como el total de las sustancias extractadas bajo condiciones de operación especificadas en este método y expresadas como un porcentaje en peso del producto, ya sea como es recibido o de grano limpio. Si se solicita, se podría expresar relativo en peso seco

7.4.3 Equipo, material y reactivos

7.4.3.1 Equipo y Material

7.4.3.1.1 Balanza analítica, con aproximación a 0,0001 g

7.4.3.1.2 Molino Mecánico, fácil de lavar, apropiado para la naturaleza de los granos de oleaginosas y para permitir que los granos de cártamo oleaginosas se muelan hasta obtener un tamaño uniforme de las partículas sin calor o un apreciable cambio en la humedad, la materia volátil o el contenido de aceite (véase notas al método).

7.4.3.1.3 Micro molidor mecánico, capaz de producir partículas de granos oleaginosas menores de 160 μm , con la excepción de la "cáscara". Cuyas partículas pueden llegar a 400 μm .

7.4.3.1.4 Cartucho de extracción y lana de algodón.- Libre de materia soluble en hexano o petróleo liviano.

- 7.4.3.1.5** Aparato de extracción, (adaptado con unos vasos de 200 ml a 250 ml). Extractores directos (tipo Butt o Smalley) se han encontrado que son apropiados. Los extractores de sifonaje tipo Soxhlet no son apropiados y no deben de usarse.
- 7.4.3.1.6** Piedra de vidrio.- En pequeñas partículas, u otros gránulos antichoque, previamente secados en un horno a $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ y enfriados en un desecador.
- 7.4.3.1.7** Aparato para remover solvente, de una manera segura, los solventes del cartucho de extracción (ejemplo; En una corriente de aire caliente en una campana de extracción que esté funcionando correctamente).
- 7.4.3.1.8** Baño de calefacción eléctrica.- (baño de arena, baño de agua, etc.) o placa caliente.
- 7.4.3.1.9** Horno calentado eléctricamente.- Con control termostático, capaz de ser mantenido en lo particular a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. El horno deberá ser capaz de ser usado a una presión atmosférica reducida.
- 7.4.3.1.10** Desecador.- Conteniendo un desecante eficiente.
- 7.4.3.1.11** Horno calentado eléctricamente.- Capaz de ser mantenido a $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 7.4.3.1.12** Discos de metal.- De fondo plano, de 100 mm de diámetro, de alrededor de 40 mm de altura.
- 7.4.3.2** Reactivos
- 7.4.3.2.1** n-Hexano grado técnico o petróleo liviano.- Esencialmente compuesto de hidrocarburos con 6 átomos de carbón, de los cuales menos del 5 % se destilan más abajo de $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ y más del 95 % se destilan entre $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ y el cual tiene un valor de bromo de menos de 1 (véase 7.4.7).



7.4.4 Procedimiento

7.4.4.1 Preparación de la muestra para el Análisis

Los términos usados en el texto para describir la muestra están indicados esquemáticamente de la siguiente manera:

7.4.4.1.1 Muestra para laboratorio

7.4.4.1.1.1 Tal y como la recibe el analista (véase 7.4.1), y preparada conforme a la metodología aceptada para el grano de cártamo.

7.4.4.1.1.2 Reducida en tamaño conforme a la metodología aceptada para el grano cártamo que se esté analizando.

7.4.4.1.2 Muestra para análisis:

7.4.4.1.2.1 Remueva las impurezas si es necesario (por ejemplo, análisis de granos de cártamo puros) (véase 7.1.4),

7.4.4.1.2.2 Muélase.

7.4.4.1.3 Muestra para prueba:

7.4.4.1.3.1 Pésese

7.4.4.1.4 Porción para la prueba.

Porciones de 5 g a 15 g son usadas en pruebas individuales.

7.4.4.1.4.1 Tome una muestra para análisis (véase preparación 7.4.4.1.2) de la muestra para laboratorio (véase preparación 7.4.4.1.1). Si se ha separado materia extraña no oleaginosa antes de reducir la muestra de laboratorio, haga los ajustes para esto en los cálculos finales (véase cálculos 7.4.5)

7.4.4.1.4.2 Conforme con los requisitos del contrato, use una muestra para análisis como fue recibida o después de la separación de las impurezas.

7.4.4.1.4.3 El contenido de humedad en la muestra de prueba tiene que ser menor de 10 % cuando la extracción del aceite se comience.

- 7.4.4.1.4.4** Use un método rápido de prueba para evaluar el contenido de humedad. Si es más del 10 % redúzcalo a menos del 10 % secando la muestra de prueba en una charola dentro de un horno manteniendo la temperatura a no más de 80 °C.
- 7.4.4.1.4.5** Almacene el material parcialmente secado en un frasco hermético. Determine el contenido de humedad de acuerdo al método correspondiente de la muestra parcialmente secada y de la muestra original.
- 7.4.4.1.4.6** Se debe tener cuidado de limpiar completamente todos los molinos antes y después de moler cada muestra. Cualquier material que se adhiera al molino tiene que incorporarse con el volumen del material molido.
- 7.4.4.1.4.7** En todos los casos la determinación del aceite se tiene que comenzar lo más pronto posible, y no más de 30 min después que se haya molido la muestra de prueba.
- 7.4.4.1.4.8** En el siguiente texto “grano” designa a ambos tanto como granos enteros, como los fragmentos quebrados de ellos.
- 7.4.4.1.4.9** Prepare las muestras de prueba moliendo por separado 600 g de granos perfectamente mezclados, y toda la cáscara y suciedad separada durante la determinación cuantitativa de impurezas de acuerdo al método correspondiente (véase 7.1).
- 7.4.4.1.5** Granos pequeños

Tome una porción representativa de aproximadamente 100 g de la muestra para análisis y muélala (véase 7.4.3.1.2) de tal manera que no quede ningún grano entero. Asegúrese que cualquier material fino que quede en el molino se incorpore en el volumen de la materia molida y que el total quede completamente mezclado. Se debe tener cuidado que no se pierda la humedad de la muestra de prueba molida. El tiempo de molienda y la velocidad (si es variable) deberá estar predeterminado para cualquier molino o grano en particular. La molienda no debe de causar separación de la almendra y la cáscara del grano. La muestra de prueba no deberá estar aceitosa y al menos 95 % (p/p) deberá pasar en un tamiz de 1 mm.

NOTA 5: Si el aceite del grano se requiere libre de impurezas, remueva las impurezas por el método adecuado (véase 7.1) y prepare al menos 30 gramos de grano limpio (incluyendo grano quebrado).

7.4.4.2 Procedimiento de Análisis

7.4.4.2.1 Preparación del vaso.- Pese con exactitud a miligramos, un frasco (véase 7.4.3.1.5) que contenga algunos gránulos de piedra de vidrio (véase 7.4.3.1.6), previamente secados en un horno y enfriados en un desecador.

7.4.4.2.2 La porción de prueba.- Pese 9.5 a $10,5 \pm 0,001$ gramos de la muestra para prueba (véase 7.1.4). Para el tratamiento de las impurezas; (véase 7.4.8.1).

7.4.4.2.3 Transfiera la porción de la prueba al cartucho (véase 7.4.3.1.4) usando una bolita de lana de algodón (véase 7.4.3.1.4) mojada con solvente (véase 7.4.3.2.1) para transferir los últimos rastros de granos molidas del recipiente donde se pesaron al cartucho. Use esta lana de algodón para tapar el cartucho.

7.4.4.2.4 Extracción con solvente.- Los tiempos estipulados para las tres extracciones pueden variar un poco (ejemplo: por ± 10 min). De ninguna manera se debe emplear una extensión del tiempo de extracción (ejemplo: de la noche a la mañana).

7.4.4.2.5 Primera extracción.- Ponga el cartucho conteniendo la porción de la prueba en el aparato de extracción (véase 7.4.3.1.5). Vierta en el vaso la cantidad necesaria de solvente. Coloque el vaso en el aparato de extracción sobre el baño de calefacción o placa calentadora eléctrica (véase 7.4.3.1.8). Lleve a cabo la calefacción de tal manera que la tasa de reflujo sea por lo menos 3 gotas por segundo (hirviendo moderadamente, no violentamente).

NOTA 6: Después de hacer la extracción por 4 h permita que se enfríe. Remueva el cartucho del aparato de extracción y póngalo en una corriente de aire dentro de una campana de extracción que funcione apropiadamente, para extraer la mayor parte del solvente residual (véase 7.4.3.1.7).



7.4.4.2.6 Segunda extracción.- Vacíe el contenido del cartucho dentro de un cilindro del micro molino y muélalo por 7 min. Para la mayoría de los granos, se ha encontrado que el uso de seis bolas de acero de 1 cm de diámetro en un cilindro de 150 ml es satisfactorio.

NOTA 7: Ponga la mezcla otra vez en el cartucho, usando un pedazo pequeño de lana de algodón para remover cualquier partícula de residuos de grano del aparato molidor y añada esto al cartucho y ponga esta última en al aparato de extracción otra vez; extraiga de nuevo por 2 horas usando el mismo vaso conteniendo el primer extracto. Permita que se desagüe y enfríe, remueva el cartucho de nuevo, elimine la mayoría del solvente y repita el paso 7.4.4.2.6.

7.4.4.2.7 Tercera extracción.- Ponga la mezcla de nuevo en el cartucho, limpie el molino como anteriormente se realizó, y ponga el cartucho otra vez dentro del aparato de extracción. Extraiga así como antes por 2 h más.

7.4.4.2.8 Remoción del solvente y peso del extracto.- Remueva la mayoría del solvente del vaso por medio de una destilación en el baño de calefacción o en la placa calentadora. Ayude la remoción del solvente con un soplado con aire o, de preferencia con un gas inerte (tal como el nitrógeno o el dióxido de carbono) en el vaso por períodos cortos. Remueva los últimos rastros de solvente calentando el vaso por espacio de 30 min a 60 min en el horno (véase 7.4.3.1.9) a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ a presión atmosférica.

7.4.4.2.9 Permita que el vaso se enfríe en un desecador (véase 7.4.3.1.10) por lo menos por una hora, hasta llegar a la temperatura ambiente y péselo hasta una aproximación de 0,001 g.

7.4.4.2.10 Calientelo de nuevo por espacio de 10 min bajo las mismas condiciones, permita que se enfríe y péselo.

7.4.4.2.11 La diferencia entre las dos veces que se pesaron no debe exceder de 10 mg. Si es así, repita las operaciones de calentamiento, enfriamiento y peso hasta que la diferencia entre dos pesadas sucesivas no exceda los 10 mg; anote el peso final.



- 7.4.4.2.12** Si se observa un pequeño aumento de peso, tome el peso anterior más bajo.
- 7.4.4.2.13** Si el peso aumenta significativamente (más de 5 mg), la oxidación de un aceite que esta secándose puede ser lo que esté ocurriendo y se deba llevar a cabo más análisis tomando las precauciones para excluir el oxígeno.
- 7.4.4.2.14** Contenido de impurezas en el aceite extraído.- El aceite extraído debe ser claro; si no lo es, determine el contenido de las impurezas. Para este propósito, disuelva la materia grasosa en el solvente usado para la extracción; fíltrelo a través de un filtro de papel, previamente secado a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ a un peso constante; lave el filtro de papel varias veces con el mismo solvente para remover el aceite completamente y vuélvalo a secar a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ a un peso constante (para enfriar y pesar el filtro de papel, use un recipiente apropiado que tenga tapa).
- 7.4.4.2.15** Realice por lo menos dos determinaciones de la misma muestra de prueba.
- 7.4.5** Cálculos
- 7.4.5.1** En todos los casos exprese los resultados hasta centésimas y tome como resultado el promedio aritmético de las dos determinaciones, siempre y cuando el requisito referente a la repetición se cumpla. Si no, repita la determinación en otras dos porciones de prueba. Si la diferencia continúa excediendo el 0,60 %, tome como resultado el promedio aritmético de las cuatro determinaciones llevadas a cabo, siempre y cuando la máxima diferencia entre los resultados individuales no exceda al 1,50 %.
- 7.4.5.2** La determinación de un producto tal como se recibe.- El contenido de aceite, expresado como porcentaje en peso del producto como es recibido (tal cuál, tale quale, TQ):

Contenido de aceite % peso así como es recibido es igual:

$$\% \text{ Aceite} = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$



Donde:

m_0 es el peso de la porción de prueba (véase 7.4.4.2.2), gramos.

m_1 es el peso del extracto secado seco (véase 7.4.4.2.12), gramos.

7.4.5.3 El contenido de aceite expresado en relación a la materia seca.- Bajo petición, el contenido de aceite se puede expresar como un porcentaje en peso de la materia seca:

$$\% \text{ Aceite} = \frac{H_o \times 100}{(100 - U)}$$

Donde:

H_o es el % en peso de aceite en el producto así como es recibido.

U es el % en peso de agua y materia volátil, (véase 7.3).

7.4.5.4 El contenido de aceite expresado en base de cualquier contenido de humedad prescrito.- Puede ser necesario convertir el aceite de una muestra, determinada con un contenido de humedad, a otro contenido de humedad, ejemplo: si una muestra de prueba húmeda se ha secado parcialmente antes que la muestra de prueba se haya pesado. En este caso:

$$H_2 = H_1 \times \frac{(100 - m_2)}{(100 - m_1)}$$



Donde:

H1 es el contenido de aceite al contenido de humedad m1.

H2 es el contenido de aceite al contenido de humedad m2.

m1 es el contenido de humedad 1, %

m2 es el contenido de humedad 2, %

7.4.5.5 Contenido de aceite con separación de materia extraña no oleaginosa.

$$\% \text{ Aceite} = H_o \times \frac{100 - Y}{100}$$

Donde:

H_o es el % en peso de aceite en la materia analizada.

Y es el % en peso no oleaginoso de cuerpos extraños previamente separados del producto original así como fue recibido.

7.4.7 Notas de Precaución

7.4.7.1 El n-Hexano es inflamable y de alto riesgo de incendio. El TLV es de 50 ppm en el aire. OSHA recomienda que la exposición no exceda de 350 ng/m³ para un promedio de tiempo ponderado. El vapor del hexano causa irritaciones a los pulmones y produce efectos neurotóxicos. Una campana de extracción debe usarse en todo momento cuando se esté usando el hexano.



- 7.4.7.2** El éter de petróleo es extremadamente flamable, evite la electricidad estática. Los límites de explosividad en el aire son 1 % – 6%. Una campana de extracción debe usarse en todo momento cuando se esté usando el éter de petróleo.
- 7.4.8** Notas
- 7.4.8.1** Para determinar el contenido de aceite de las impurezas, lleve a cabo el análisis de la misma manera como para los granos, con las siguientes modificaciones: la porción de la prueba debe ser de 5 g a 10 g; sólo una extracción, por un período de 4 h, es suficiente, el pequeño error introducido de este modo dentro del contenido de aceite del producto así como se recibe, es insignificante.
- 7.4.8.2** Se ha hallado que los siguientes molinos dan resultados satisfactorios:
- 7.4.8.2.1** El molino de 8 pulgadas (20,3 cm) Molino Ultra Centrifugo (UCM) con placa perforada o rejas de tipo barra, dependiendo en el tipo de semilla (ejemplo placas perforadas de 0,8 mm, rejas de barra de 3 mm y 6 mm) (véase preparación de la muestra para el análisis 7.4.4.1).
- 7.4.8.2.2** Molino Ultra centrifugo (UCM) con zaranda de 1 mm para el grano de cártamo y otra zaranda de acuerdo al tipo de grano.
- 7.4.8.2.3** Otros molinos pueden ser satisfactorios, siempre y cuando cumplan con los criterios señalados en (Véase 7.4.3.1.2).
- 7.4.8.3** Un molino analítico con un cilindro de 150 ml y con bolas de acero de diámetros de 1 cm, 2 cm y 3 cm (aproximadamente 7 g, 30 g y 130 g), de acuerdo con la muestra que se esté moliendo, ha sido encontrado satisfactorio.
- 7.4.8.4** Varios problemas han sido identificados, en las temperaturas de las varias extracciones.

Cuando se enfría el solvente puro sifonea sobre el extracto caliente, una rápida volatilización puede dar lugar, permitiendo una inundación en el condensador y otros problemas los cuales involucran pérdida de aceite y resultados pobres.



- 7.4.8.5** Para cualquier solvente, el residuo de una completa evaporación no deberá exceder 2 mg/100 ml.
- 7.4.8.6** Las siguientes técnicas de molienda han sido encontradas adecuadas:
- Para grano puro: muela en un molino para laboratorio con una zaranda de 6 mm.
 - Para cáscara y suciedad: Muela por 10 min en un micro molino usando un balín de acero de 3 cm.

8 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

9 BIBLIOGRAFÍA

- Ley Federal de Producción, Certificación y Comercio de Semillas, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de junio.
- NOM-006-FITO-1995 Por la que se establecen los requisitos mínimos aplicables a situaciones generales que deberán cumplir los vegetales, sus productos y subproductos que se pretendan importar cuando éstos no estén establecidos en una norma oficial específica.
- NMX-FF-090-SCFI-1994 Productos No Industrializados para Uso Humano – Oleaginosas – Cártamo (*Carthamus tinctorius* L.) – Especificaciones y Métodos de Prueba. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de enero de 1995.



- NMX-F-116-SCFI-2006 Alimentos – Aceites y grasas vegetales o animales – Determinación de color – Método de Prueba. Declaratoria de vigencia, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de febrero de 2006.
- NMX-F-161-2007 Alimentos – Aceite Comestible Puro de Cártamo – Especificaciones. Cancela a la NMX-F-161-SCFI-2005. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 8 de marzo de 2008.
- NMX-F-211-SCFI-2006 Alimentos – Aceites y grasas vegetales o animales – Determinación de humedad y materia volátil – Método de Prueba. Declaratoria de vigencia, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de febrero de 2006.
- NMX-F-215-SCFI-2006 Alimentos – Aceites y grasas vegetales o animales – Determinación de impurezas insolubles – Método de Prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de febrero de 2006.
- NMX-F-473-SCFI-2006 Alimentos – Aceites y grasas vegetales o animales – Determinación sensorial de impurezas indeseables – Olor – Método de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de febrero de 2006.
- CODEX Stan 210 (enmendado 2003,2005) Norma del Codex Alimentarius para Aceites Vegetales Especificados. FAO/OMS.



- ISO 542:1990 Oilseeds — Sampling. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza.
- ISO 658:2002 Oilseeds -- Determination of content of impurities. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza.
- ISO 659:1998 Oilseeds – Determination of oil content. Reference Method. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza.
- ISO 664:2008 Oilseeds -- Reduction of laboratory sample to test sample. Organización Internacional de Normalización.
- ISO 665:2000 Oilseeds -- Determination of moisture and volatile matter content, Edition: 2. Organización Internacional de Normalización
- ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions. Organización Internacional de Normalización.
- ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement. Organización Internacional de Normalización.
- American Oil Chemist´Society AOCS OFFICIAL METHOD AA 6-38, Procedure 2-4 Reapproved 1993. Free Fatty Acids.
- American Oil Chemist´Society AOCS OFFICIAL METHOD AC 5-41. Reapproved 1993. Free Fatty Acids.
- American Oil Chemists´Society AOCS Recommended Practice AK 3-94. Revised 1999, 2000. Oil content of oilseeds by nuclear magnetic resonance.
- American Oil Chemists´Society AOCS OFFICIAL METHOD AM 2-93. Revised 2000. Determination of oil content in oilseeds.
- American Oil Chemists´Society AOCS OFFICIAL METHOD AM 3-96. Reapproved 1997. Revised 2000: Oil in oilseeds. Supercritical fluid extraction method.



- American Oil Chemists´ Society AOCs OFFICIAL METHOD AM 4-02. Approved 2002. Determination of impurities in oilseeds.

10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no concuerda con ninguna norma Codex por no existir referencia para el grano de cártamo en estado fresco al momento de su elaboración. Coincide totalmente con la Norma ISO 659:1998: Oilseeds – Determination of oil content. Reference Method, en el inciso 7.4 Determinación de contenido de aceite, del Capítulo 7, Métodos de Prueba.

México D.F., a

DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS