



## Estandarización de un método analítico para la cuantificación del índice de peróxido de aceites extraídos de harinas a pequeña escala mediante un extractor Soxtec

Zúñiga-Calderón, P., Zarazúa-Aguilar, Y., Palacios-Rojas, N. y Rosales-Nolasco, A. (2023). Estandarización de un método analítico para la cuantificación del índice de peróxido de aceites extraídos de harinas a pequeña escala mediante un extractor Soxtec.

*CIENCIA ergo-sum*, 32(1). *Postprint*.

Sección: Ciencias Naturales y Agropecuarias

**Universidad Autónoma del Estado de México, México**

Esta obra está bajo una Licencia Creative Commons Atribución-NoComercial-SinDerivar 4.0 Internacional.



Esta versión del artículo es una “versión final del autor” que fue aceptada por un proceso de **evaluación por pares ciegos**. Este documento diferirá en formato respecto a la “versión del editor”, la cual se someterá a un proceso de corrección de estilo y de diseño editorial. De ninguna forma se modificará el contenido. Todas las ideas que se presentan son responsabilidad del autor.

## **Estandarización de un método analítico para la cuantificación del índice de peróxido de aceites extraídos de harinas a pequeña escala mediante un extractor Soxtec**

### **Standardization of an analytical method for quantification of the peroxide index of oils extracted from flours on a small scale using a Soxtec extractor**

**Paola Zúñiga-Calderón, Universidad Autónoma del Estado de México, México**

Correo electrónico: [pzunigac002@alumno.uaemex.mx](mailto:pzunigac002@alumno.uaemex.mx)

ORCID: <http://0000-0002-3923-4459>

**Yohuali Zarazúa-Aguilar, Universidad Autónoma del Estado de México, México**

Correo electrónico: [yzarazuaa@uaemex.mx](mailto:yzarazuaa@uaemex.mx)

ORCID: <http://0000-0003-3788-4682>

**Natalia Palacios-Rojas, Centro Internacional de Mejoramiento de Maíz y Trigo, México**

Correo electrónico: [n.palacios@cgiar.org](mailto:n.palacios@cgiar.org)

ORCID: <http://0000-0002-3072-4611>

**Aldo Rosales-Nolasco, Centro Internacional de Mejoramiento de Maíz y Trigo, México<sup>1</sup>**

Correo electrónico: [a.rosales@cgiar.org](mailto:a.rosales@cgiar.org)

ORCID: <http://0000-0003-4858-1492>

Recepción: 17 de febrero de 2023

Aprobación: 6 de junio de 2023

#### **RESUMEN**

Los cereales son la principal fuente de calorías en la dieta humana. Durante su almacenamiento, las condiciones ambientales inducen el enranciamiento, especialmente en harinas integrales. Programas de mejoramiento de cereales los monitorean mediante indicadores de rancidez para identificar aquellos con una mayor vida de anaquel. El índice de peróxido es uno de estos indicadores, pero la cantidad de grano disponible para analizar usualmente es limitada y las cantidades de aceite extraído son inferiores a 0.5g y no existe método aplicable con esta limitación. Se modificaron los parámetros y sistema de extracción de metodologías existentes y se validaron los resultados obtenidos. El método desarrollado es sensible y preciso para cantidades iguales o menores a 0.5g de aceite extraído.

**PALABRAS CLAVE:** aceite, integral, maíz, trigo, sorgo, mijo.

#### **ABSTRACT**

Cereals are the main source of calories in the human diet. During their storage, environmental conditions induce rancidity, especially in whole meal flours. Cereal improvement programs monitor them using indicators of rancidity to identify those with a longer shelf life. The peroxide index is one of these indicators, but the amount of grain available for analysis is usually limited and the amounts of extracted oil are less than 0.5g, and there is no applicable method with this limitation. The parameters and extraction system of existing methodologies were modified, and the results obtained

---

<sup>1</sup> Autor para correspondencia.

were validated. The developed method is sensitive and accurate for quantities equal to or less than 0.5g of extracted oil.

**KEYWORDS:** oil, whole, refined, maize, wheat, sorghum, millet.

## INTRODUCCIÓN

El grano entero es la semilla madura de un cereal que tiene todos sus componentes comestibles originales (cascarilla o pericarpio, germen y endospermo) y por lo tanto contiene las cantidades completas de nutrientes que este pueda aportar.

El consumo de cereales contribuye a la ingesta calórica en la dieta humana a nivel mundial (Milani et al., 2022). Comúnmente éstos granos se consumen en forma de harinas, las cuales se obtienen con diferentes métodos de molienda y después se someten a procesos de cocción. El tipo y la calidad de los productos obtenidos a partir de los granos de cereales dependen también del tipo y calidad del grano utilizado (Haaland, 1980).

Las harinas se obtienen con métodos de molienda de granos de cereales maduros, los cuales deben estar limpios y con un porcentaje de humedad no mayor al 15 %. Existen harinas integrales y refinadas. La harina integral es un producto resultante de la molienda del grano entero y éste desde el inicio del proceso conserva la cáscara y el germen. La harina refinada es el producto de un proceso de molienda en el cual se retiran la cáscara y el germen, se generan partículas de tamaño uniforme en comparación con la harina integral, y además se pierden una parte de las cantidades totales de nutrientes que contiene el grano (Thielecke et al., 2021).

Por lo general, en las industrias se producen harinas que no contienen el germen ni la cáscara o pericarpio del grano, debido a que se oxidan los ácidos grasos contenidos con mayor rapidez, disminuyendo su tiempo de almacenamiento, por lo que eliminar las estructuras mencionadas retarda el proceso de rancidez (Ermişer & Yalçın, 2021), sin embargo, el consumo de harinas integrales ha demostrado beneficios nutricionales importantes, por lo que se está fomentando su consumo (Milani et al., 2022).

La composición nutricional de diferentes tipos de harinas de grano de cereales por cada 100 g de muestra diferirá según el tipo de harina de la cuál de trate. Las harinas integrales contienen mayor cantidad de aceite en comparación con las harinas refinadas, por lo cual son

más susceptibles al proceso de rancidez. La harina de trigo integral contiene 2.5 g de aceite y la harina refinada apenas alcanza 1 g. La harina de maíz integral abarca alrededor de 4.7 g de aceite, en cambio la harina refinada 1 g aproximadamente. La harina de sorgo integral incluye 3.34 g de aceite y la harina refinada reporta 1.24 g. La harina de mijo integral se compone de 4.5 g de aceite y la harina de mijo refinada, alrededor de 1 g (Ermişer & Yalçın, 2021; Meera et al., 2011; Milani et al., 2022; Ray et al., 2019; Thielecke et al., 2021).

Los ácidos grasos son compuestos de cadena larga de carbono, hidrógeno y oxígeno. Dependiendo de los enlaces que unen a los carbonos de dicha cadena, los ácidos grasos serán saturados o insaturados, siendo los insaturados los que mayor tendencia a la oxidación tienen. A continuación se explicará la composición porcentual de ácidos grasos presentes en el aceite de algunos granos, siendo los ácidos grasos insaturados: oleico, linoleico y linolénico; y los saturados: palmítico y esteárico.

El grano de maíz *Zea mays L.* contiene en su material oleoso un 40 % de oleico, 45 % de linoleico, 1 % de linolénico, 9% de palmítico y 3% de esteárico. El grano de trigo *Triticum aestivum L.* tiene 25 % de oleico, 49 % de linoleico y 21% de linolénico, el aceite de este grano carece de ácidos grasos saturados al momento de su extracción. El grano de sorgo *Sorghum bicolor L.* abarca 38 % de oleico, 47 % de linoleico, 1 % de linolénico, 8 % de palmítico y 5 % de esteárico. El grano de mijo *Pennisetum glaucum* reporta 27 % de oleico, 47 % de linoleico, 2 % de linolénico, 16 % de palmítico y 5 % de esteárico. El grano de arroz *Oryza sativa L.* comprende 45 % de oleico, 35 % de linoleico, 15 % de palmítico y 2 % de esteárico (Rooney, 1978; Rosentrater & Evers, 2018; Slama et al., 2020).

El deterioro de los lípidos ocurre cuando los aceites sufren transformaciones en su estructura molecular, dichas transformaciones pueden ocurrir de dos maneras: lipólisis (también conocida como rancidez hidrolítica) o autooxidación (rancidez oxidativa). La lipólisis es una reacción catalizada por las lipasas y bajo condiciones en las que hay altas temperaturas con presencia de agua. La autooxidación es el tipo de deterioro más común y se refiere a la reacción de oxidación de los ácidos grasos insaturados, en la que se generan compuestos que dan paso al olor característico de grasa oxidada (olor a rancio) (Bai et al., 2017). Así la rancidez es el resultado del proceso de oxidación total de las grasas presentes en las harinas. Los hidroperóxidos producidos en la etapa inicial de las autooxidaciones no son volátiles ni

tienen olor, sin embargo, pueden catalizar otras reacciones de oxidación formando compuestos aromáticos volátiles con aromas no agradables.

Los factores que influyen en la reacción de autooxidación son las condiciones de almacenamiento del producto son: la exposición a la luz UV, la presencia de metales como el hierro y cobre, el contacto con el oxígeno, y la temperatura. Los inhibidores son: la refrigeración, los antioxidantes, los gases inertes o el vacío y los empaques que impidan el paso de la luz (Riaz & Rokey, 2012; Zhang et al., 2022).

Existen métodos para el análisis de peróxidos, por ejemplo, los métodos de la American Oil Chemists' Society (AOCS) Cd 1257 y la norma internacional ISO 3960:2007, ambos aplicables para muestras de grasa y aceites de origen animal y vegetal.

El desarrollo del método propuesto en este trabajo, tomó como referencia el método ácido-cloroformo de la AOCS Cd 8 - 53 (Peroxide Value Acetic Acid-Chloroform Method, n.d.) y el método reportado por Crowe y White (Crowe & White, 2001), ambos tienen procedimientos similares y son aplicables a muestras de aceites de soya, maíz, olivo, girasol y nuez; sin embargo, requieren cantidades de aceite de 0.5 g o mayores y ninguno utiliza el proceso de extracción mediante Soxtec para obtener los de aceites de harinas de cereales, además, cuando se emplean estos métodos en cantidades menores a 0.5 g de aceite los resultados no son precisos ni repetibles.

Para facilitar el monitoreo de peróxidos en aceites de maíz, sorgo, trigo y mijo y contribuir a identificar genotipos con un potencial de menor rancidez, dada la disponibilidad de muestra que se puede tener en estudios de exploración de la diversidad o programas de mejoramiento genético convencional, es importante poder utilizar cantidades menores a 0.5 g de extracto etéreo. El objetivo de este trabajo fue estandarizar y validar un método analítico para la cuantificación del índice de peróxido en muestras de 0.5 g o menores de aceite extraídos de cereales mediante el extractor Soxtec.

## 1. MATERIALES Y MÉTODOS

### 1. 1. Materiales

Se utilizó aceite de oliva extra virgen comercial como muestra de referencia para la realización de las pruebas del método con diferentes pesos.

Se analizaron muestras de harinas comerciales de sorgo, mijo, además de mezclas de maíz y frijol, y mezclas de cereales y leguminosas (maíz, arroz, mijo, cacahuete y soya), éstas harinas son altamente consumidas en algunas zonas de países africanos y se pretende conocer como influyen las mezclas de diferentes cereales y leguminosas en la vida de anaquel; además de granos de maíz y de trigo del Centro Internacional de Mejoramiento de Maíz y Trigo (CIMMYT).

Las harinas de los granos de maíz y trigo (con humedad promedio de 8.64 %) se obtuvieron utilizando un molino de discos Falling Number tipo 3303 como pre-molienda y posteriormente con un molino ciclónico FOSS Cyclotec modelo 1093 con una malla de salida de 0.5 mm. Las condiciones de la molienda en seco fueron a temperatura ambiente, en un cuarto cerrado, limpio y con campanas de extracción. Las harinas comerciales tuvieron una humedad promedio de 10.38 % (el límite de humedad en harinas comerciales es del 15%, de acuerdo a varias normas alrededor del mundo) y no indicaban en su etiqueta si eran refinadas o de grano completo.

### 1.2. Extracción de aceites

La obtención de aceite de harinas se realizó con un equipo de extracción FOSS Soxtec modelo 2050. La extracción consiste en cuatro fases: ebullición, condensación, recuperación del solvente y enfriamiento de la muestra.

Se utilizó el método utilizado por el Laboratorio de Calidad de Maíz del CIMMYT (Palacios-Rojas, 2018). Consistió en pesar 10 g de harina, secar a 130 °C durante una hora y registrar el peso base seca. Después cada muestra se colocó en un dedal de celulosa y se cubrió con algodón desgrasado.

Los dedales de celulosa se ingresaron al equipo Soxtec, se adicionaron 80 mL de éter de petróleo (pureza 90 - 100%, J.T. Backer) a cada vaso de aluminio (previamente pesado en

base seca) y se colocaron en la parrilla de calentamiento del equipo Soxtec para poder iniciar el ciclo de extracción.

Una vez finalizado el proceso, se determinó el peso del aceite extraído mediante diferencia de pesos.

### 1.3. Determinación del índice de peróxido

Las muestras de aceite de oliva comercial fueron analizadas con tres métodos analíticos: el AOCS Cd 8-53, la adaptación del AOCS para la medición de peróxidos de muestras de aceite a pequeña escala, y, el que fue basado en dichas metodologías pero con el proceso de extracción de aceites Soxtec, además de cantidades y concentraciones de reactivos ajustadas a cantidades de aceites inferiores a 0.5 g. En la Tabla 1 se muestran las comparaciones entre los métodos utilizados. Después se procedió a calcular el porcentaje de error y el coeficiente de variación.

Como se observa en la Tabla 1, las diferencias entre los métodos son las concentraciones y volúmenes de los reactivos así como las aplicaciones; el primer método (AOCS método oficial Cd 8-53) es aplicable para todas las grasas y aceites normales incluida la margarina, con un intervalo de peso de  $5 \pm 0.05$  g. El segundo método (Adaptación del AOCS método oficial) es aplicable para aceites comerciales de soya, maíz, oliva y girasol con intervalo de peso de  $0.5 \pm 0.05$  g. La extracción de aceites de grano usando dióxido de carbono supercrítico. El método propuesto en este trabajo (Método estandarizado para la cuantificación del índice de peróxido en harinas de cereales) aplica para cantidades de aceite de 0.5 g o menores extraídos de harinas de maíz, trigo, sorgo y mijo utilizando un equipo FOSS Soxtec 2050 para la extracción de aceites.

**Tabla 1**  
**Diferencias entre los métodos aplicados para medición de peróxido**

	<b>AOCS método oficial Cd 8-53</b>	<b>Adaptación del AOCS método oficial</b>	<b>Método estandarizado para la cuantificación del índice de peróxido en harinas de cereales</b>
<b>Aplicación</b>	Todas las grasas y aceites normales incluida la margarina. Cantidad de muestra: 5 g	Aceites comerciales de soya, maíz, oliva y girasol. Cantidad de muestra: 0.5 g	Aceites extraídos de harinas de maíz, trigo, sorgo y mijo. Cantidad de muestra: 0.5 g o menores.
<b>Proceso de extracción de aceites</b>	No aplica	Dióxido de carbono supercrítico.	FOSS Soxtec 2050.
<b>Reactivos</b>	Solución de tiosulfato de sodio y agua destilada a 0.1 N. Solución indicadora de almidón de papa al 1%.	Solución de tiosulfato de sodio y agua Milli-Q hervida a 0.001 N Solución indicadora de almidón de papa al 1%.	Solución de tiosulfato de sodio y agua Milli-Q a temperatura ambiente a 0.005 N. Solución indicadora de almidón de papa al 1%.
<b>Procedimiento</b>	Adicionar 30 mL de la solución ácido acético – cloroformo y de agua destilada. Agregar 0.5 mL de la solución de yoduro de potasio saturada. Utilizar 2 mL de la solución indicadora de almidón de papa al 1%.	Adicionar 3 mL de la solución ácido acético - cloroformo y de agua Milli-Q. Agregar 0.5 mL de la solución de yoduro de potasio saturada. Utilizar 2 mL de la solución indicadora de almidón de papa al 1%.	Adicionar 15 mL de la solución ácido acético - cloroformo y de agua Milli-Q. Agregar 0.250 mL de la solución de yoduro de potasio saturada. Utilizar 1 mL de la solución indicadora de almidón de papa al 1%.

Fuentes: (American Oil Chemists' Society, 1997; Crowe T. & White P., 2001)

Los reactivos utilizados para el Método estandarizado para la cuantificación del índice de peróxido en harinas de cereales fueron:

a) Solución de ácido acético glacial (pureza 90 - 100%, Meyer) – cloroformo (pureza 95 - 100%, Meyer) en una relación 3:2 en volumen.



b) Solución saturada de yoduro de potasio (KI). Se utilizaron 16.666 g (previamente pulverizados en mortero de porcelana) de KI granular (pureza 99%, J.T. Backer) disueltos en 10 mL de agua Milli-Q caliente en un frasco color ámbar con tapa. La solución se utilizó una vez que estuvo a temperatura ambiente. A la fase traslúcida superior se le denominó sobrenadante.

c) Solución de almidón de papa al 1%. Se pesaron 2 g de almidón de papa (pureza 100%, Sigma Chemical CO) y se añadieron 2 mL de agua Milli-Q a temperatura ambiente para formar una pasta. Se añadieron 200 mL de agua Milli-Q caliente a la pasta de almidón y se agitó la mezcla por unos segundos. Se dejó reposar hasta que se observó separación de fases y la solución estuvo a temperatura ambiente.

d) Solución de tiosulfato de sodio pentahidratado ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) a 0.005 N. Primero se preparó una solución 0.1 N con 248.18 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (pureza 99%, Sigma Aldrich) disueltos en 1 L de agua Milli-Q. Después se hizo una dilución tomando 25 mL de la solución 0.1 N y se aforaron hasta 500 mL con agua desionizada para así obtener una solución al 0.005 N.

El procedimiento general fue:

El vaso de aluminio que contenía el aceite extraído con el equipo FOSS Soxtec 2050 fue calentado a baño María (30 - 40 °C) durante 5 segundos para facilitar su disolución al agregar la solución de ácido acético – cloroformo..

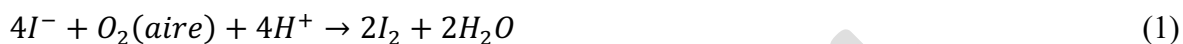
Se agregaron 5 mL de la solución de ácido acético - cloroformo 3:2, se homogeneizó mediante movimientos manuales circulares y se transfirió la solución dentro de un matraz Erlenmeyer de 125 mL, repitiendo éste paso 3 veces (volumen total de 15 mL).

Después se añadieron 0.250 mL del sobrenadante de la solución saturada de yoduro de potasio y se agitó el matraz vigorosamente durante un minuto.

Posteriormente se añadieron 15 mL de agua desionizada a temperatura ambiente y 1 mL del sobrenadante de la solución de almidón de papa al 1% y nuevamente se agitó el matraz durante un minuto y se observó cambio en la coloración de la solución en tonalidades moradas y café.

Se realizó una titulación utilizando una solución de tiosulfato de sodio pentahidratado al 0.005 N, se fue añadiendo gota a gota y con agitación constante hasta que el color de la muestra desapareciera. Se registró la concentración y el volumen gastado de la solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

La reacción que se llevó a cabo en esta titulación volumétrica se presenta a continuación;



Para llevar a cabo este análisis, las titulaciones se realizaron a temperatura ambiente, en una campana de extracción y con luz blanca.

Las cantidades de peróxido presentes en los extractos etéreos de las muestras se determinaron de acuerdo con la fórmula que indica el método acético-cloroformo Cd 8-53 (Crowe & White, 2001).

$$\text{Peróxido} = \frac{(S-B) \cdot N \cdot 1000}{g} \quad (2)$$

Donde;

$S_2$ = gasto de solución de tiosulfato de sodio de la muestra

$B_2$ = gasto de solución de tiosulfato de sodio del blanco

$N_2$ = concentración de la solución de tiosulfato de sodio pentahidratado

$g_2$ = peso de la muestra

El cálculo para la cuantificación de peróxido se aplicó para cada muestra de aceite.

#### 1.4. Proceso de estandarización

Para la estimación de los parámetros para la estandarización de este método se calcularon el error relativo (%Error) y el coeficiente de variación (%CV) de los valores de índice de peróxido de las muestras de aceite de oliva comercial utilizando las ecuaciones que se presentan a continuación.

$$\%Error = \frac{X_{exp} - X_{real}}{X_{real}} \quad (3)$$

Donde:

$X_{exp}$  = Valor experimental

$X_{real}$  = Valor real

$$\%CV = \frac{s}{\bar{X}} 100 \quad (4)$$

Donde:

$s_2$  = Desviación estandar

$\bar{X}_2$  = Promedio

## 2. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 2.1. Extracción de aceites

En la Tabla 2 se presentan las cantidades de aceites contenidas en las muestras de harina de cereal de 10 g cada una y por seis repeticiones cada muestra. Los valores de porcentaje obtenidos de aceite de las harinas integrales de maíz y trigo coinciden con los intervalos reportados en otras investigaciones (Ray et al., 2019; Rooney, 1978; Rosentrater & Evers, 2018); en el caso de la muestras comerciales de harina de sorgo y mijo, el promedio también está dentro de lo reportado en la literatura para granos completos (Jellum & Powell, 1971; Rooney, 1978; Slama et al., 2020) por lo que se puede deducir que son harinas integrales.

Las etiquetas de las mezclas de harinas no indican los porcentajes de cada cereal o leguminosas que las conforman, por lo que no se podría determinar si se utilizan harinas integrales o refinadas.

**Tabla 2**  
**Promedios, desviación estándar e intervalo para la medición de peróxido en harinas de cereales**

<b>Harina</b>	<b>Aceites (% <math>\pm</math> desviación estándar)</b>	<b>Rango de aceite esperado (%)</b>
<b>Maíz</b>	3.55 $\pm$ 0.0079	3 - 6
<b>Sorgo</b>	3.05 $\pm$ 0.0154	3 - 5
<b>Trigo</b>	1.07 $\pm$ 0.0008	1 - 2
<b>Maíz/frijol</b>	3.71 $\pm$ 0.0048	/
<b>Mezcla de cereales y leguminosas</b>	5.62 $\pm$ 0.0185	/
<b>Mijo</b>	4.35 $\pm$ 0.0051	3 - 5

Fuente: (Jellum & Powell, 1971; Ray et al., 2019; Rooney, 1978; Rosentrater & Evers, 2018; Slama et al., 2020)

## 2.2. Determinación del índice de peróxido

En la Tabla 3 se presentan los valores de peróxido de muestras de aceite de oliva comercial a diferentes pesos y utilizando los tres métodos. Se realizaron seis replicas de muestra de aceite de oliva para cada peso considerado en los métodos utilizados. Se aplicó la fórmula 2 a cada muestra.

El método oficial de la AOCS Cd 8-53 (Peroxide Value Acetic Acid-Chloroform Method, n.d.) estableció un intervalo para el índice de peróxido de aceite de oliva de  $8.9 \pm 0.28$  mEq/1000 g con pesos de 5 g, y las muestras de aceite de oliva analizadas con dicho método arrojaron un índice de peróxido ligeramente mayor al promedio establecido. Al utilizar cantidades de 0.5 g de aceite o menores, los resultados fueron muy variables y poco precisos (resultados no reportados en el presente trabajo).

En el método Cd 8-53(Crowe & White, 2001) adaptado para cantidades de aceite de 0.5 g, se esperaba un valor de índice de peróxido para aceite de oliva de  $9.3 \pm 0.21$  mEq/1000 g. Se hicieron pruebas con 0.1, 0.3 y 0.5 g de aceite de oliva, los resultados se muestran en la Tabla 3. Para 0.5 g los resultados estuvieron dentro de lo esperado, pero la variación y poca

exactitud para 0.1 y 0.3 g conllevaron a la necesidad de ajustar el método para obtener datos precisos para aceites en un intervalo de 0.1 a 0.5 g. Posibles causas de las variaciones son el volumen del aceite y el método de extracción.

Tomando como base los métodos anteriores, se hicieron pruebas con diferentes volúmenes y concentraciones de los reactivos hasta encontrar la combinación que arrojó los resultados más precisos y cercanos al valor promedio de peróxido reportado por Crowe y White ( $9.3 \pm 0.21$  mEq/1000 g) para aceite comercial de oliva con pesos de 0.1, 0.3 y 0.5 g.

**Tabla 3**  
**Índice peróxido en aceite de oliva utilizando diferentes métodos**

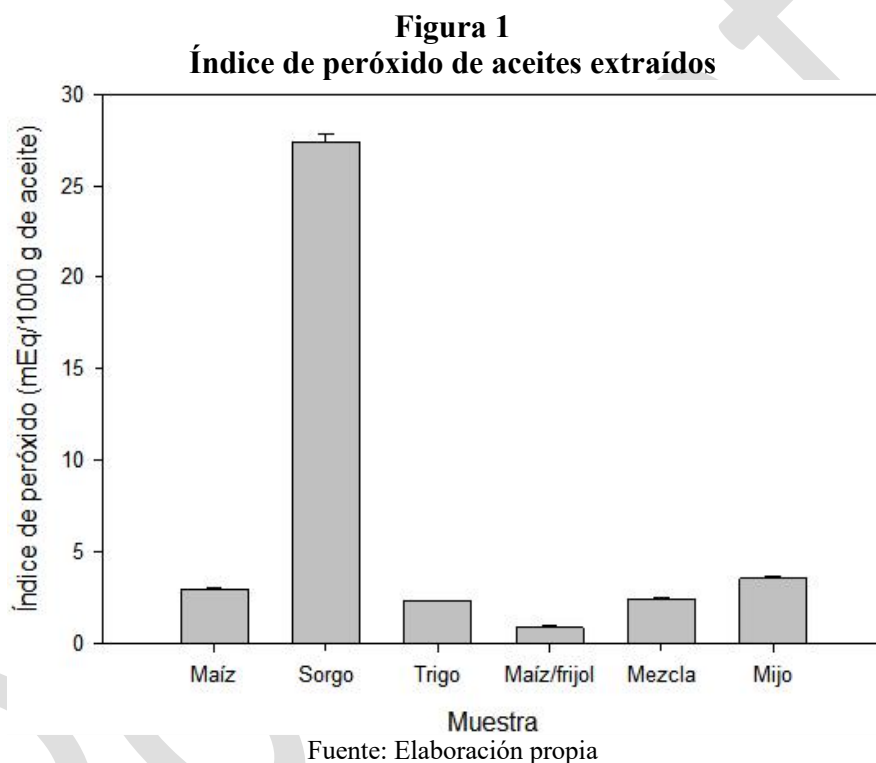
Método	Peso aceite (g)	Tiosulfato de sodio [N]	Índice de peróxido (mEq/1000 g) <sup>1</sup>
<b>AOCS método oficial Cd 8-53</b>	5	0.1	$9.20 \pm 0.27$
<b>Adaptación del AOCS método oficial Cd 8-53</b>	0.1	0.001	$16.28 \pm 3.52$
	0.3		$6.10 \pm 3.88$
	0.5		$9.26 \pm 0.32$
<b>Método estandarizado para la cuantificación del índice de peróxido en harinas de cereal</b>	0.1	0.005	$9.15 \pm 0.20$
	0.3		$9.28 \pm 0.31$
	0.5		$9.33 \pm 0.23$

Fuente: Elaboración propia. <sup>1</sup>n=10

### 2.3. Proceso de estandarización

Se aplicó el método estandarizado para la cuantificación del índice de peróxido a los aceites extraídos de las harinas de granos, realizando diez repeticiones por cada muestra y se procedió a calcular el índice de peróxido con la fórmula 2. Con los valores del índice de peróxido, se hicieron los cálculos necesarios para el análisis de los datos. Para establecer los intervalos de peróxido de cada muestra de harina, se tomaron los valores del promedio de peróxido y los valores de la desviación estándar como el límite máximo y mínimo.

Se encontraron seis grupos distribuidos mediante la prueba estadística de comparaciones de Duncan, tal como se presenta en la Figura 1, se eligió el método Duncan debido a que selecciona conjuntos con menos tratamientos (García-Villalpando et al., 2001) y se consideró adecuado para estas comparaciones. Según el método de Duncan, los aceites de harina comercial que tienen comportamiento de tendencia a oxidación similar son los de trigo y el de mezcla de cereales y leguminosas, ya que entre ellos no hay diferencias significativas, además de presentar bajos niveles de oxidación ( $<5$  mEq/1000 g).



Con los valores de peróxido que se calcularon fue posible determinar cuán oxidados estaban cada uno de los aceites analizados. El aceite extraído de harina con menor oxidación fue el de la mezcla de maíz/frijol (3.54 mEq/1000 g).

El aceite extraído de la mezcla de maíz/frijol, presentó menor nivel de oxidación que el aceite extraído de la muestra de harina pura de maíz; esto puede ser porque el frijol es una leguminosa que contiene flavonoides (antocianinas, flavonoles y proantocianidinas) los cuales tienen una función biológica antioxidante (Mojica et al., 2015).

El aceite de harina con mayor oxidación fue el de sorgo (27.40 mEq/1000 g). Este cereal se puede almacenar durante mucho tiempo sin ningún cambio en la calidad, si el grano

permanece intacto. Sin embargo, durante y después de la molienda del grano, los lípidos sufren muchos cambios debido a la acción de las enzimas lipolíticas, que se localizan principalmente en las regiones de aleurona, subaleurona y germen, lo que afecta la calidad sensorial de los productos. El almacenamiento de la harina de sorgo es un problema debido a la dificultad de separar el germen rico en aceite, que está profundamente incrustado en el endospermo. Durante la molienda, se libera lipasa, que degrada los triglicéridos, lo que da como resultado un aumento de los ácidos grasos libres en un corto período de almacenamiento, lo que afecta las propiedades fisicoquímicas de la harina almacenada (Meera et al., 2011), debido a esto la harina de sorgo mostró el mayor índice de peróxido.

### **PROSPECTIVA**

La medición del índice de peróxido en harinas permite determinar la oxidación de los aceites presentes en las harinas y por tanto es un indicador de la rancidez del producto. Se pueden hacer cambios y mejoras en los empaques y en las formas de almacenamiento para evitar la oxidación de los ácidos grasos insaturados, por ejemplo, la sustitución de los empaques de papel por empaques herméticos o de plástico, de esta manera el producto en su interior se conservará por mayor tiempo aislado del oxígeno del aire, de contaminaciones biológicas y no biológicas, de la ruptura del empaque y, además, brinda mayor estabilidad a las propiedades físicas y químicas del producto con el fin de retardar el tiempo de enranciamiento y tener mayor tiempo de vida de anaquel.

Esto cobra importancia debido a que el consumo de harinas rancias favorece a la aparición de enfermedades cardiovasculares causadas por el consumo de grasas de baja calidad nutrimental. Se consideran grasas de baja calidad a las grasas saturadas y grasas trans. Cuando un ácido insaturado se oxida totalmente, se forma un ácido graso saturado.

Los retos que surgieron durante la ejecución de este método analítico fueron: la reducción del tiempo y reactivos para la obtención de los aceites. Realizar un análisis para la determinación de la sensibilidad de oxidación de los aceites permitirá establecer los intervalos de tiempo en que una muestra de aceite debe ser analizada, ya que a mayor sensibilidad al oxígeno, menor tiempo de exposición tendrá, con la finalidad de evitar obtener mediciones erróneas. La optimización de tiempo y recursos es importante en la ejecución de un proceso.

En México los límites permisibles de índice de peróxido en aceites vegetales es máximo 1 mEq/1000 g al momento de envasado, de acuerdo con la norma mexicana NMX-F-808-SCFI-2018, ésto se determina utilizando el método sugerido en la norma NMX-F-154-SCFI-2010.

### CONCLUSIONES

El método desarrollado arrojó valores de índice de peróxido con poca variabilidad entre resultados y con valores promedio dentro de lo esperado, por lo que se considera un método adecuado para aceites en cantidades de 0.1 a 0.5 g extraídos de harinas de cereales por medio del equipo Soxtec, lo cual brinda a los programas de mejoramiento una técnica confiable, sencilla y relativamente económica comparada con las metodologías existentes.

### AGRADECIMIENTOS

Al Laboratorio de Calidad de Maíz del CIMMYT por el apoyo en la realización de los experimentos.

De igual manera, a los árbitros por sus observaciones realizadas, las cuales aportaron mejoras a la estructura e impacto del presente artículo.

### REFERENCIAS

Peroxide Value Acetic Acid-Chloroform Method, Pub. L. No. Cd 8-53.

Bai, S. H., Darby, I., Nevenimo, T., Hannet, G., Hannet, D., Poienou, M., Grant, E., Brooks, P., Walton, D., Randall, B., & Wallace, H. M. (2017). Effects of roasting on kernel peroxide value, free fatty acid, fatty acid composition and crude protein content. *PLoS ONE*, *12*(9), 1–14. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0184279>

Crowe, T. D., & White, P. J. (2001). Adaptation of the AOCS official method for measuring hydroperoxides from small-scale oil samples. *JAACS, Journal of the American Oil Chemists' Society*, *78*(12), 1267–1269. <https://doi.org/10.1007/s11745-001-0424-7>

Ermişer, D., & Yalçın, E. (2021). Dietary fibre, protein profile and technological characteristics of durum spaghetti enriched with refined / whole grain hull-less barley flour. *Journal of Cereal Science*, *102*(May). <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2021.103315>

García-Villalpando, J. A., Castillo-Morales, A., Ramírez-Guzmán, M. E., Rendón-Sánchez, G., & Larqué-Saavedra, M. U. (2001). Comparación de los procedimientos Tukey, Dunca,



Hsu y Bechhofer para selección de medias. *Agrociencia*, 35(1), 79–86.

[http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=30235107%0Ahttp://www.biblio.colpos.mx:8080/jspui/bitstream/handle/10521/256/Sanchez\\_Borja\\_M\\_DC\\_Fitosanidad\\_2010.pdf?sequence=1](http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=30235107%0Ahttp://www.biblio.colpos.mx:8080/jspui/bitstream/handle/10521/256/Sanchez_Borja_M_DC_Fitosanidad_2010.pdf?sequence=1)

Haaland, R. L. (1980). Part I . Crop Quality and Utilization. In C. S. Hoveland (Ed.), *Crop Quality, Storage, and Utilization* (pp. 4–30). American Society of Agronomy, Inc.

Jellum, M. D., & Powell, J. B. (1971). Fatty Acid Composition of Oil from Pearl Millet Seed. *Agronomy Journal*, 63(1), 29–33.

<https://doi.org/10.2134/agronj1971.00021962006300010011x>

Meera, M. S., Bhashyam, M. K., & Ali, S. Z. (2011). Effect of heat treatment of sorghum grains on storage stability of flour. *LWT - Food Science and Technology*, 44(10), 2199–2204. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2011.05.020>

Milani, P., Torres-Aguilar, P., Hamaker, B., Manary, M., Abushamma, S., Laar, A., Steiner, R., Ehsani, M., de la Parra, J., Skaven-Ruben, D., de Kock, H., Hawkes, C., Covic, N., Mitchell, C., & Taylor, J. (2022). The whole grain manifesto: From Green Revolution to Grain Evolution. *Global Food Security*, 34(April), 100649.

<https://doi.org/10.1016/j.gfs.2022.100649>

Mojica, L., Chen, K., & de Mejía, E. G. (2015). Impact of Commercial Precooking of Common Bean (*Phaseolus vulgaris*) on the Generation of Peptides, After Pepsin-Pancreatin Hydrolysis, Capable to Inhibit Dipeptidyl Peptidase-IV. *Journal of Food Science*, 80(1), H188–H198. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.12726>

Palacios-Rojas, N. (2018). *Calidad nutricional e industrial de Maíz: Laboratorio de Calidad Nutricional de Maíz*. CIMMYT. [conservacion.cimmyt.org/en/component/.../2022-calidad-de-grano-para-tecnicos-](http://conservacion.cimmyt.org/en/component/.../2022-calidad-de-grano-para-tecnicos-)

Ray, K., Banerjee, H., Dutta, S., Hazra, A. K., & Majumdar, K. (2019). Macronutrients influence yield and oil quality of hybrid maize (*Zea mays* L.). *PLoS ONE*, 14(5), 1–23. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0216939>

Riaz, M. N., & Rokey, G. J. (2012). Impact of particle size and other ingredients on extruded foods and feeds. *Extrusion Problems Solved*, 55–63.

<https://doi.org/10.1533/9780857095206.55>

Rooney, L. W. (1978). Sorghum and pearl millet lipids. *Cereal Chemistry*, 55(5), 584–590.

Rosentrater, K. A., & Evers, A. D. (2018). Chemical components and nutrition. In *Kent's Technology of Cereals*. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100529-3.00004-9>

Slama, A., Cherif, A., Sakouhi, F., Boukhchina, S., & Radhouane, L. (2020). Fatty acids, phytochemical composition and antioxidant potential of pearl millet oil. *Journal Fur Verbraucherschutz Und Lebensmittelsicherheit*, 15(2), 145–151.

<https://doi.org/10.1007/s00003-019-01250-4>

Thielecke, F., Lecerf, J. M., & Nugent, A. P. (2021). Processing in the food chain: Do cereals have to be processed to add value to the human diet? *Nutrition Research Reviews*, 34(2), 159–173. <https://doi.org/10.1017/S0954422420000207>

Zhang, B., Li, H., Li, F., Zhou, Q., Wu, X., & Wu, W. (2022). Effects of rice bran phenolics on the structure of rice bran protein under different degrees of rancidity. *Lwt*, 167(July), 113812. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2022.113812>

**CC BY-NC-ND**