



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, Paola; Zarazúa-Aguilar, Yohuali; Palacios-Rojas, Natalia; Rosales-Nolasco, Aldo
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*, vol. 31, 2024 | e241

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.



Zúñiga-Calderón, P., Zarazúa-Aguilar, Y., Palacios-Rojas, N. y Rosales-Nolasco, A. (2024). 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*, 31. <http://doi.org/10.30878/ces.v31n0a26>

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

pzunigac002@alumno.uaemex.mx

 <http://orcid.org/0000-0002-3923-4459>

Recepción: 17 de febrero de 2023

Aprobación: 6 de junio de 2023

Yohuali Zarazúa-Aguilar

Universidad Autónoma del Estado de México, México

yzarazuua@uaemex.mx

 <http://orcid.org/0000-0003-3788-4682>

Natalia Palacios-Rojas

Centro Internacional de Mejoramiento de Maíz y Trigo, México

n.palacios@cgiar.org

 <http://orcid.org/0000-0002-3072-4611>

Aldo Rosales-Nolasco*

Centro Internacional de Mejoramiento de Maíz y Trigo, México

a.rosales@cgiar.org

 <http://orcid.org/0000-0003-4858-1492>

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 0.5 g, por lo que 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 0.5 g 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 0.5 g, and there is no applicable method with this limitation. The parameters and extraction system of existing methodologies were modified, and the results obtained were validated. The developed method is sensitive and accurate for quantities equal to or less than 0.5 g of extracted oil.

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

*AUTOR PARA CORRESPONDENCIA

a.rosales@cgiar.org

INTRODUCCIÓN

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

El consumo de cereales contribuye a la ingesta calórica en la dieta humana a nivel mundial (Milani *et al.*, 2022). Es común que estos granos se consuman en forma de harinas, las cuales se obtienen con diferentes métodos de molienda y después se someten a procesos de cocción. En este sentido, el tipo y la calidad de los productos obtenidos a partir de los granos de cereales dependen también del tipo y calidad del grano (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; en cuanto a esto, la harina integral es un producto resultante de la molienda del grano entero que desde el inicio del proceso conserva la cáscara y el germen. La harina refinada es el producto de un proceso de molienda en donde se retira 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 y disminuye su tiempo de almacenamiento; en consecuencia, eliminar las estructuras mencionadas retarda el proceso de rancidez (Ermişer y Yalçın, 2021). Sin embargo, el consumo de harinas integrales ha demostrado beneficios nutricionales relevantes, 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 que se trate. Las harinas integrales contienen mayor cantidad de aceite en comparación con las harinas refinadas, de ahí que 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, de alrededor de 1 g (Ermişer y 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, donde los insaturados son 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, donde los ácidos grasos insaturados son el oleico, linoleico y linolénico y los saturados, el palmítico y el 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 y Evers, 2018; Slama *et al.*, 2020).

El deterioro de los lípidos sucede cuando los aceites sufren transformaciones en su estructura molecular, dichas transformaciones pueden ocurrir de dos maneras: lipólisis (también conocida como *rancidez hidrolítica*) o autooxidación (también *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: 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 y 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 artículo tomó como referencia el método ácido-cloroformo de la AOCS Cd 8-53 (AOCS, 2003) y el método reportado por Crowe y White (Crowe y 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 utilizar cantidades menores a 0.5 g de extracto etéreo. Con base en lo anterior, el objetivo de este artículo 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 empleó 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 también mezclas de cereales y leguminosas (maíz, arroz, mijo, cacahuete y soya), las cuales son muy consumidas en algunas zonas de países africanos. En este sentido, se pretende conocer cómo 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 a partir de un molino de discos Falling Number tipo 3303 como premolienda 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 y 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 con 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 puso en marcha con un equipo de extracción FOSS Soxtec modelo 2050. La extracción consistió en cuatro fases: ebullición, condensación, recuperación del solvente y enfriamiento de la muestra.

Se empleó el método que utiliza el Laboratorio de Calidad de Maíz del CIMMYT (Palacios-Rojas, 2018), que 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 se analizaron con tres métodos analíticos: el AOCS Cd 8-53, la adaptación del AOCS para la medición de peróxidos de muestras de aceite en 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 diferentes métodos. 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 ± 0.05 g. El segundo método (adaptado del AOCS método oficial) es aplicable para aceites comerciales de soya, maíz, oliva y girasol con intervalo de peso de 0.5 ± 0.05 g. 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 con un equipo FOSS Soxtec 2050 para la extracción de aceites.

TABLA 1
Diferencias entre los métodos aplicados para medición de peróxido

	AOCS método oficial Cd 8-53	Adaptación del AOCS método oficial	Método estandarizado para la cuantificación del índice de peróxido en harinas de cereales
Aplicación	· 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
Proceso de extracción de aceites	· No aplica	· Dióxido de carbono supercrítico	· FOSS Soxtec 2050
Reactivos	· 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%
Procedimiento	· 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: The American Oil Chemists’ Society, 2003; Crowe y White, 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:

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

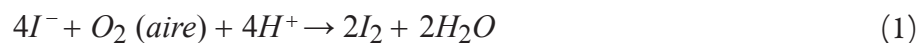
2) Se agregaron 5 mL de la solución de ácido acético-cloroformo 3:2, se homogeneizó mediante movimientos manuales circulares y se transfirió la solución dentro de un matraz Erlenmeyer de 125 mL. Este paso se repitió tres veces (volumen total de 15 mL).

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.

Acto seguido, 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 de nuevo se agitó el matraz durante un minuto; se observó cambio en la coloración de la solución en tonalidades moradas y café.

Se llevó a cabo una titulación con base en una solución de tiosulfato de sodio pentahidratado al 0.005 N y posteriormente 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 en esta titulación volumétrica se presenta de la siguiente manera:



Para este análisis, las titulaciones se hicieron 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 (2) que indica el método acético-cloroformo Cd 8-53 (Crowe y 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_{exp2} = Valor experimental

X_{real2} = Valor real

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

Donde:

S_2 = desviación estándar

$\bar{X}_2$ = promedio

2. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

2. 1. Extracción de aceites

En el cuadro 1 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 y 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 y 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, motivo por el que no se podría determinar si se trata de harinas integrales o refinadas.

CUADRO 1

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

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

Fuente: Jellum y Powell, 1971; Ray *et al.*, 2019; Rooney, 1978; Rosentrater y Evers, 2018; Slama *et al.*, 2020.

2. 2. Determinación del índice de peróxido

En el cuadro 2 se presentan los valores de peróxido de muestras de aceite de oliva comercial a diferentes pesos con los tres métodos. Se realizaron seis replicas de muestra de aceite de oliva para cada peso considerado en cada uno de los métodos. Se aplicó la fórmula 2 a cada muestra.

El método oficial de la AOCS Cd 8-53 (AOCS, 2003) estableció un intervalo para el índice de peróxido de aceite de oliva de 8.9 ± 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 este trabajo).

En el método Cd 8-53 (Crowe y 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 ± 0.21 mEq/1000 g. Se hicieron pruebas con 0.1, 0.3 y 0.5 g de aceite de oliva, resultados mostrados en el cuadro 2. 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. Las 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 ± 0.21 mEq/1000 g) para aceite comercial de oliva con pesos de 0.1, 0.3 y 0.5 g.

CUADRO 2
Índice peróxido en aceite de oliva en diferentes métodos

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

Fuente: elaboración propia.

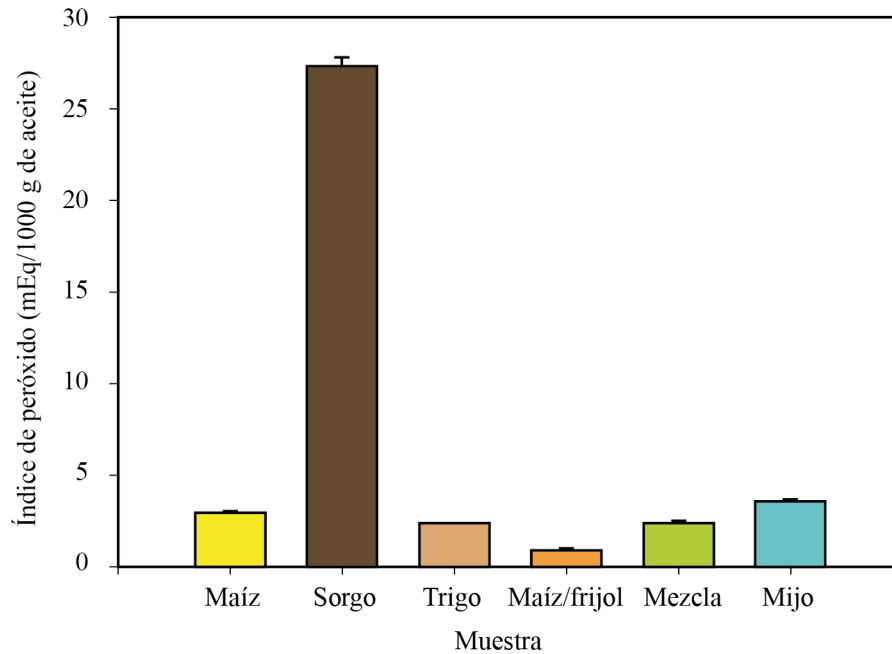
Nota: ¹n =10

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 gráfica 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 que presentan bajos niveles de oxidación (<5 mEq/1000 g).



GRÁFICA 1
Índice de peróxido de aceites extraídos
Fuente: elaboración propia.

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 localizadas en especial en las regiones de aleurona, subaleurona y germen, que afectan 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, lo cual degrada los triglicéridos y da como resultado un aumento de los ácidos grasos libres en un corto periodo de almacenamiento que afecta las propiedades fisicoquímicas de la harina almacenada (Meera *et al.*, 2011). Debido a esta situación, 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 aislado por mayor tiempo 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, ya que el consumo de harinas rancias favorece a la aparición de enfermedades cardiovasculares causadas por el consumo de grasas de baja calidad nutricional. Se consideran grasas de baja calidad a las grasas saturadas y grasas trans. Cuando un ácido insaturado se oxida en su totalidad, 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. Un análisis para determinar la sensibilidad de oxidación de los aceites permitirá establecer los intervalos de tiempo óptimos para la evaluación de una muestra de aceite, 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, lo cual 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 adecuado para aceites en cantidades de 0.1 a 0.5 g extraídos de harinas de cereales mediante el equipo Soxtec, que brinda a los programas de mejoramiento una técnica confiable, sencilla y relativamente económica comparada con otras metodologías existentes.

AGRADECIMIENTOS

Al Laboratorio de Calidad de Maíz del CIMMYT por el apoyo para la realización de los experimentos. De igual manera, a los árbitros por sus observaciones, que aportaron mejoras a la estructura e impacto del artículo.

REFERENCIAS

- AOCS (The American Oil Chemists' Society). (2003). Aocs Official Method Cd 8-53. Surplus 2003. Peroxide Value Acetic Acid—Chloroform Method. *Sampling and Analysis of Commercial Fats and Oils*.
- Bai, S. H., Darby, I., Nevenimo, T., Hannel, G., Hannel, 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. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2021.103315>
- García-Villalpando, J. A., Castillo-Morales, A., Ramírez-Guzmán, M. E., Rendón-Sánchez, G. y 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
- 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, 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-
- 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, 113812. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2022.113812>

CC BY-NC-ND