

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

NORMA CUBANA

NC

520: 2007

**BEBIDAS ALCOHÓLICAS—DETERMINACIÓN DE ÉSTERES
TOTALES—MÉTODO COLORIMÉTRICO**

Alcoholic beverages—Determination of total esters—Colorimetric method

ICS: 67.160.20

1. Edición Junio 2007
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencia de consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización N° 27 “Bebidas alcohólicas” integrado por las entidades siguientes:
 - Ministerio de la Industria Alimenticia.
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos
 - Ministerio del Comercio Interior.
 - Cuba Ron S.A.
 - Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar
 - Laboratorios CUBACONTROL SA
 - Unión de Bebidas y Refrescos.
 - Empresa de Bebidas y Refrescos Ciudad de la Habana.
 - Empresa de Bebidas y Refrescos de La Habana.
 - Instituto de Investigaciones en Normalización.
 - Oficina Nacional de Normalización.
- Sustituye a la NC 83-02-2: 82 Ronces. Métodos de ensayo. Determinación de esteres totales, y la NC 83-29: 87 Industria de la fermentación. Alcohol etílico. Determinación de ésteres totales.
- Se basa en el *método AOAC Oficial Method 972.07. Esters in Distilled Liquors. Spectrophotometric Method. Final Action 1973 de la edición 2000 del Manual de Métodos de Ensayo de la AOAC para la*

© NC, 2007

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

Índice

	Pág.
0 Introducción	4
1 Objeto	5
2 Referencias Normativas.....	5
3 Principio.....	5
4 Aparatos y Reactivos.....	5
5 Soluciones.....	6
6 Procedimiento	6
7 Expresión de los resultados	8
8 Repetibilidad y reproducibilidad	8
9 Bibliografía	9

0 Introducción

La presente NC es el compendio de la adopción parcial de la NOM 142- SSAJ—1995. Bienes y Servicios. Bebidas alcohólicas. Especificaciones Sanitarias. Etiquetado sanitario y comercial en lo referente a la preparación de la muestra para el ensayo y de la adopción del método vigente en la AOAC Official Method 972.07. Esters in Distilled Liquors. Spectrophotometric Method. Final Action 1973 de la edición 2000 del Manual de Métodos de Ensayo de la AOAC para la técnica, reactivos y cálculos necesarios para el desarrollo de las reacciones de color.

BEBIDAS ALCOHÓLICAS—DETERMINACIÓN DE ÉSTERES TOTALES—MÉTODO COLORIMÉTRICO

1 Objeto

Esta norma establece el método colorimétrico para determinar ésteres totales en bebidas alcohólicas. Es aplicable a alcoholes y aguardientes.

2 Referencias normativas

Las siguientes normas contienen disposiciones que, al ser citadas en este texto, constituyen disposiciones de esta Norma Cubana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos sobre la base de ellas que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente. La Oficina Nacional de Normalización posee en todo momento la información sobre las normas internacionales, regionales y cubanas en vigencia.

NC-ISO 3696:2003 Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificaciones y Métodos de ensayo. Grado 3.

NC 290:2003. Determinación de grado alcohólico en bebidas alcohólicas.

3 Principio

El método se basa en la reacción cuantitativa de los ésteres con hidroxilamina en solución alcalina para formar un ácido hidroxámico que después de la acidificación, forma un complejo coloreado con iones férricos. La concentración en ésteres es proporcional a la absorbancia a 525 nm.

4 Aparatos y Reactivos

Aparatos usuales en el laboratorio y en particular:

4.1 Matraz aforado de 250 mL

4.2 Balón de destilación con cuello largo de 1000 mL

4.3 Condensador de espiral o serpentín, de preferencia Graham, no menor de 400 mm

4.4 Trampa de vapor

4.5 Termómetro que cubra el rango de 0 a 30 °C

4.6 Manta, plancha, mechero o baño de agua.

4.7 Pipeta volumétrica de 2 mL

4.8 Pipeta volumétrica de 4 mL ó de 5 mL graduada en 0.1 mL

4.9 Bureta apropiada con divisiones no mayor de 0,1 mL

4.10 Tubos de ensayo con tapa de preferencia de longitud 20 cm y diámetro interno 2,5 cm.

4.11 Espectrofotómetro o colorímetro fotoeléctrico que permita lecturas a 525 nm

4.12 Ácido Clorhídrico 36 % PA

4.13 Agua PA

4.14 Etanol 96 % v/v

4.15 Acetato de Etilo PA

4-16 Hidroxilamonio Cloruro PA o Hidroxilamina Hidrocloruro PA

4.17 Hierro III Cloruro 6-hidratado, trozos PRS

4.18 Sodio Hidróxido lentejas PA.

5 Soluciones

5.1 Ácido clorhídrico 4 M. Diluir 333 ml de HCL 36 % a 1 L con H₂O.

5.2 Solución de cloruro férrico 0.37 M. Disuelva 50 g. de Fe cl₃.6h₂O.p.a. en cerca de 400 mL de agua y trasváselo a un matraz aforado de 500 mL, añada 12.5 mL de Ácido Clorhídrico 4 M. Enrase con agua destilada

NOTA La coloración de la disolución es marrón. Si la coloración es verdosa el cloruro férrico está reducido a ferroso y no puede emplearse.

5.3 Solución de hidroccloruro de hidroxilamina 2 M. Disuelva 69,6 g de H₂NOH.HCL en agua en un frasco volumétrico de 500 mL y enrasar. Almacenar en refrigeración no más de una semana.

5.4 Solución de hidróxido de sodio 3.5 N. Disolver 70 g de hidróxido de sodio en aproximadamente 400 ml de agua (recientemente hervida) en un frasco volumétrico de 500 mL. Enfríe a temperatura ambiente y enrase con H₂O.

5.5 Disolución de Hidroxilamonio Cloruro 1 M en Hidróxido de Sodio 1.75 M: mezclar inmediatamente antes de su uso, volúmenes iguales de los reactivos 5.3 y 5.4. Desechar a las 6 horas.

6 Procedimiento

6.1. Construcción de la curva patrón

Preparación de la solución patrón de acetato de etilo No. 1: (0.333 g de acetato de etilo por litro en alcohol de grado similar a las muestras a analizar). Pesar aproximadamente 0.1667 g de acetato de etilo en un recipiente adecuado que contenga 10 mL de la solución hidroalcohólica similar (a 20°C) a la muestra a analizar y transferir cuantitativamente en un frasco volumétrico de 500 mL con no menos de 20 mL de solución hidroalcohólica. Enrasar con esta misma solución.

6.2 Soluciones patrones para la curva patrón

Para una serie de cinco frascos volumétricos de 100 mL adicionar con una pipeta o bureta (0.0), (15.0), (30.0), (45.0), (60.0) y (90) mL de la solución patrón No.1. Diluir hasta volumen con solución hidroalcohólica del grado aproximado de las muestras y mezclar. Las soluciones tendrán (0.0), (5.0), (10.0), (15.0), (20.0) y (30) g de acetato de etilo en 100 L respectivamente (si se ha pesado exactamente 0,1667 g. de acetato de etilo).

6.3 Solución de referencia:

Tomar 4 mL de la mezcla de reacción 5.5 y 2 mL de ácido clorhídrico 4 M, mezclar en tubo de ensayo y añadir 2 ml de la solución de referencia (0.0) 6.2

Introducir en una serie de tubos de ensayo, 2 ml de cada una de las soluciones patrones de acetato de etilo 6. 2 y 4 ml de la mezcla de reacción 5.5

Agitar y dejar reaccionar entre uno y veinte minutos. Añadir 2 mL de la dilución de ácido clorhídrico 4 M y mezclar. Añadir 2 mL de dilución de Hierro III cloruro 0,37 M a cada uno de los tubos, tanto al de la solución de referencia como a los de las soluciones patrones de acetato de etilo.

Efectuar las lecturas calorimétricas a una longitud de onda de 525 nm.

Obtener las gráficas de calibrado mediante la representación de las diferencias de absorción de las soluciones de patrones de acetato de etilo, respecto a la solución de referencia, en función de la concentración de acetato de etilo.

6.4 Determinación:

6.4.1 Preparación de la muestra

En los productos que no poseen color, azúcar o sólidos disueltos, como el caso del aguardiente fresco de caña, alcohol, etc., la determinación de los ésteres se realiza en la muestra directa. Si la muestra contiene más de 30 g de ésteres en 100 mL, diluir con agua para mantener concentraciones de ésteres de 5-30 g/100 L.

Cuando sea necesario realizar destilación se procederá en cada caso según norma NC 290:2003 Bebidas Alcohólicas. Determinación del grado alcohólico.

6.4.2 Determinación del contenido de ésteres en las muestras.

Pipetear 2 mL de muestra y 4 mL de la mezcla de reacción hacia otro tubo de ensayo. Mezclar y dejar reaccionar 20 minutos, añadir 2 mL de ácido clorhídrico 4 M y mezclar. Adicionar 2 mL de la solución de cloruro de hierro (III), agitar y proceder a la lectura de la absorción, utilizando la solución de referencia como blanco.

Calcular la concentración de ésteres utilizando la curva patrón.

Observaciones:

El mismo blanco, puede ser usado para una serie de muestras de distinto contenido en ésteres, pero de semejante graduación alcohólica y solo se mantendrá durante un día.

7 Expresión de los resultados

Los resultados se expresan en g/ 100 L de muestra.

Si se requiere en g/100 L de alcohol absoluto, multiplique el valor obtenido anteriormente por 100 y divídalo por el grado real de la muestra (% de alcohol en volumen a 20 °C de la muestra).

Los resultados se expresan con una aproximación de una décima.

8 Repetibilidad y Reproducibilidad

La Desviación Típica Relativa de la Repetibilidad y de la Reproducibilidad no podrá exceder de 5 % y 8 % respectivamente.

Bibliografía

México, Norma Oficial NOM 142- SSAJ – 1995, Bienes y Servicios. Bebidas alcohólicas. Especificaciones sanitarias. Etiquetado sanitario y comercial.

Cuba NC 2902003. Determinación de grado alcohólico en bebidas alcohólicas.

Cuba NC 83-29-1987. Alcohol Etilico. Determinación de ésteres totales.

Cuba NC 83-02-1982. Roncs. Métodos de ensayo. Determinación de ésteres totales.

Productos derivados de la Uva, aguardientes y sidras PANREAC (p 146)

AOAC Official Method 972.07. Esters in Distiled Liquors. Spectrophotometric Method. Final Action 1973.