

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

534: 2007

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

Alcoholic beverages—Determination of total esters— Saponification method

ICS: 67.160.20

1. Edición Octubre 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 y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 27 de Bebidas alcohólicas integrado por las entidades siguientes:
 - Ministerio de la Industria Alimenticia.
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia
 - Instituto Nacional de Higiene de los Alimentos
 - Ministerio del Comercio Interior.
 - Ministerio de la Industria Azucarera.
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad
 - 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 Ciudad de la Habana.
 - Empresa de Bebidas de la Habana.
 - Instituto de Investigaciones en Normalización.
 - Oficina Nacional de Normalización.

- Es la adopción del método 950.05 de *Official Method of análisis of AOAC Internacional (2000) 17th Ed., AOAC Internacional. Gaithersburg, MD, USA*

© 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

1 OBJETO	4
2 REFERENCIAS NORMATIVAS	4
3 PRINCIPIO	4
4 APARATOS	4
5 REACTIVOS	5
6 PROCEDIMIENTO	5
BIBLIOGRAFÍA	7

BEBIDAS ALCOHÓLICAS—DETERMINACIÓN DE ÉSTERES TOTALES— MÉTODO POR SAPONIFICACIÓN

1 Objeto

Esta norma establece un método de ensayo para determinar ésteres totales en bebidas alcohólicas por el método de saponificación. Es aplicable a alcoholes y aguardientes.

2 Referencias normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para las referencias fechadas, solo se toman en consideración la edición citada. Para las no fechadas, se toma en cuenta la última edición del documento de referencia (incluyendo todas las enmiendas).

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

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

3 Principio

Este método de ensayo se basa en la saponificación de los ésteres presentes con hidróxido de sodio calentando a reflujo y posterior valoración del exceso de hidróxido con ácido clorhídrico.

4 Aparatos

Los 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 Balón de 500 mL.

4.4 Condensador recto, preferentemente de 600 mm.

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

4.6 Trampa de vapor

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

4.8 Manta, plancha, mechero o baño de agua.

4.9 Pipeta volumétrica de 100 mL

4.10 Bureta de 25 mL con divisiones no mayores de 0,05 mL

4.11 Trampas

5 Reactivos

5.1 Solución de hidróxido de sodio 0.1N. Recientemente valorada utilizando preferentemente como patrón ftalato ácido de potasio.

5.2 Solución de hidróxido de sodio 0.1 N ó 0.01 N

5.3 Solución de ácido clorhídrico 0,1 N. Valorar cada serie de ensayos contra la solución regulada de hidróxido de sodio 0,1 N.

5.4 Solución indicadora al 0,5 % de fenolftaleína. Se disuelven 0,5 g de fenolftaleína en 50 mL de alcohol etílico en volumen al 95 %, se agregan 50 mL de agua destilada y se neutraliza agregando solución 0,01 N de hidróxido de sodio hasta débil coloración rosada.

5.5 Solución de hidróxido de sodio 6 N.

5.6 Agua para análisis (según la NC–ISO 3696)

6 Procedimiento

6.1 Preparación de la muestra

6.1.1 Muestras que no requieren destilación

En los productos que no poseen color, azúcar o sólidos disueltos, como el caso del aguardiente fresco de caña, no es necesario; el proceso de destilación y la determinación de los ésteres se realizan en la muestra directa.

6.1.2 Destilación de la muestra

Cuando sea necesario realizar destilación se procederá en cada caso según la NC 290:2003.

6.2. Determinación

Se pipetea 100 mL de muestra preparadas de acuerdo a 6.1, tomadas inmediatamente después de destapado el frasco que la contiene y preferentemente a 20 °C, en un balón de 500 mL, se adicionan 3 ó 4 gotas de indicador de fenolftaleína y se neutralizan los ácidos libres añadiendo gota a gota la solución de hidróxido de sodio 0,01 o 0,1 N hasta color rosado permanente.

Se adicionan 10 mL de hidróxido de sodio 0,1 N, medidos con bureta, se conecta el balón a un condensador de 600 mm y se ajusta una trampa de óxido de calcio en la parte superior del condensador. Se calienta para reflujo lentamente durante 30 minutos para el caso del alcohol y 2 horas para otras bebidas. Se enfría a temperatura ambiente manteniendo el condensador y las trampas conectadas al balón. Se separa el balón del condensador y se mantiene tapado hasta el momento en que se valora el exceso de álcalis con solución de ácido clorhídrico 0,1 N. Se rechazan las determinaciones en las cuales el exceso de álcalis sea menor de 2 mL ó mayor de 10 mL.

El ensayo en blanco se hará con solución hidroalcohólica a 50 % v/v (etanol-agua destilada 1 + 1).

6.3 Expresión de los resultados

Los ésteres totales se expresan en g de acetato de etilo por 100 L de muestra y se calcula por la fórmula siguiente:

$$E = \frac{(V_1 N_1 - V_2 N_2) \cdot F}{V} - B$$

Donde:

E: concentración de ésteres totales, expresados como acetato de etilo.

V₁: volumen de la solución de hidróxido de sodio 0.1N (mL) adicionados.

N₁: normalidad exacta de la solución de hidróxido de sodio.

V₂: volumen de la solución de ácido clorhídrico usado en la valoración.

N₂: normalidad exacta de la solución de ácido clorhídrico.

V: volumen de la porción de ensayo tomada (mL).

F: 8 800 factor por el que se multiplica para expresar los resultados en gramos de acetato de etilo, en caso de expresarlo en miligramos por Litro, el factor será 88 000.

B: ésteres totales contenidos en el ensayo en blanco, expresados en gramos por 100 L de muestra o en miligramos por Litro.

$$C = \frac{E \cdot 100}{A}$$

Donde:

C; concentración de ésteres, expresados como acetato de etilo por Litros de alcohol absoluto o miligramos de acetato de etilo por litro de alcohol absoluto.

E: concentración de, ésteres expresados como acetato de etilo por 100 L de muestra o miligramos de acetato de etilo por Litro de muestra, al grado alcohólico de la misma.

A: grado alcohólico de la porción de ensayo.

6.4 Repetibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados simples independientes, obtenidos mediante el mismo método, a partir de material de ensayo idéntico, en el mismo laboratorio por el mismo analista usando el mismo equipamiento dentro de un intervalo corto, no debe ser del 3 % del valor medio.

Bibliografía

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