
NORMA CUBANA

NC

ISO 10539: 2012
(Publicada por la ISO en 2002)

**ACEITES Y GRASAS DE ORIGEN ANIMAL Y VEGETAL —
DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD
(ISO 10539:2002, IDT)**

Animal and vegetable fats and oils — Determination of alkalinity

ICS: 67.200.10

1. Edición Diciembre 2012
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 El Vedado, 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 16 de Aceites y Grasas, en el que participan representantes de las siguientes entidades:
 - Grupo Empresarial de Aceites y Grasas Comestibles
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad
 - Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos
 - Centro Nacional de Higiene de los Alimentos
 - Ministerio de Comercio Interior
 - Alimport (MINCEX)
 - Empresa Comercializadora de Aceites Comestibles
 - Laboratorio CUBACONTROL S.A.
 - Oficina Nacional de Normalización
- Es una adopción idéntica por el método de traducción directa de la norma internacional ISO 10539:2002 Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación de la alcalinidad.
- Sustituye a la NC 85-04:1981 *Aceites y grasas comestibles — Métodos de ensayo*, en lo referido al Capítulo 10 "Determinación del contenido de jaboncillo".
- Incluye el Anexo A informativo.

© NC, 2012

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, El Vedado, La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

ACEITES Y GRASAS DE ORIGEN ANIMAL Y VEGETAL — DETERMINACIÓN DE LA ALCALINIDAD

1 Objeto

Esta Norma especifica un método para la determinación de la alcalinidad de las grasas y aceites de origen animal y vegetal sin distinción entre sus componentes. El método no es aplicable a grasas animales secas fundidas, ni a aceites y grasas con una acidez mayor del 60% determinada según NC ISO 660.

NOTA: Las grasas y aceites pueden contener constituyentes alcalinos tanto naturales (ej: jabones de calcio a partir de los huesos) o accidentalmente (ej. jabones de sodio en grasas y aceites refinados incorrectamente).

2 Referencias normativas

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en el texto, constituyen a su vez disposiciones de esta norma Cubana. Las ediciones indicadas están vigentes al momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a todos aquellos que realicen acuerdos sobre la base de ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente. Los miembros de IEC y de ISO mantienen registros actualizados de las Normas Internacionales.

NC-ISO 660 Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación del Índice de acidez y de la acidez.

NC-ISO 661 Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Preparación de la muestra de ensayo.

NC-ISO 3696 Agua para uso analítico de laboratorio. Especificaciones y métodos de ensayo.

3 Término y Definición

Para el propósito de esta norma se aplica el siguiente término y definición.

3.1 alcalinidad: Proporción de álcali en una grasa o aceite determinada por valoración con solución de ácido clorhídrico de acuerdo con el método especificado en esta norma.

4 Principio

Disolución de una porción de ensayo en acetona acuosa caliente y valoración con solución estándar de ácido clorhídrico.

5 Reactivos

Usar siempre reactivos de grado analítico reconocido mientras no se indique otra cosa.

5.1 Agua, que cumpla los requisitos del agua de grado 3 según la NC-ISO 3696.

5.2 Acetona acuosa

Mezclar 970 ml de acetona, 20 ml de agua, y 10 ml de solución bromofenol azul (2 g/l en acetona). Adicione solución de hidróxido de sodio [$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/l}$] para dar color azul, entonces adicione solución de ácido clorhídrico [$c(\text{HCL}) = 0.1 \text{ mol/l}$] hasta que aparezca un color amarillo verdoso.

5.3 Solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico, $c(\text{HCL}) = 0.01 \text{ mol/l}$, estandarizada, se podrá utilizar la misma hasta 7 días después de preparada.

6 Aparatos

Instrumentos habituales de laboratorio y en particular, los siguientes.

6.1 Aparato de vidrio de borosilicato, para la acetona acuosa (5.2).

6.2 Matraces cónicos, de boca ancha de 400 ml a 500 ml de capacidad.

7 Muestreo

Es importante que el laboratorio reciba una muestra verdaderamente representativa y que no haya sido dañada ni trocada durante el transporte o almacenamiento.

El muestreo no es parte del método especificado en esta norma. En la ISO 5555 se describe un método recomendado para muestreo.

8 Preparación de la muestra de ensayo

Preparar la muestra de ensayo de acuerdo con NC-ISO 661

9 Procedimiento

9.1 Preparación de los equipos

Limpiar cada erlenmeyer (6.2) y agitar para ser usado con cantidades sucesivas de 20 ml de acetona acuosa (5.2) hasta que la acetona acuosa no cambie de color. Usar los erlenmeyer bien secos.

9.2 Porción de ensayo

Pesar, con una aproximación de 0,1g una muestra de ensayo (capítulo 8) de hasta 40 g (ver Tabla 1) de acuerdo con el resultado esperado y el color de la muestra. La porción de muestra sólida debe fundirse por debajo del punto de ebullición de la acetona. Adicionar 100 ml de acetona (5.2) a 40 °C y agitar. Dejar reposar hasta que la solución se separe en dos capas, en presencia de jabón la capa superior presenta un color azul.

Tabla 1 — Masa de la porción de ensayo

Color de la muestra	Resultado esperado	Masa
	mg oleato de sodio/kg de muestra	
Claro	hasta 500	40
Claro	Sobre 500 a 1000	10
Claro	Sobre 1000	4
Oscuro	No procede	2
Muy oscuro	No procede	1

En el caso de porciones de ensayo menores de 10 g, tome tantas réplicas de porciones que totalicen al menos 5 g para la valoración; sume las masas y los volúmenes consumidos para dar el resultado como una sola determinación.

9.3 Determinación

Valorar la solución caliente (30 °C a 40 °C) con la solución de ácido clorhídrico (5.3) manteniendo la agitación hasta que el color del indicador cambie de azul (o azul verdoso) al amarillo verdoso de la acetona (5.2) adicionada. Permita que la mezcla repose para observar claramente el color.

NOTA: Es particularmente útil, una hornilla de calor, resistente, con agitación magnética y con soporte de bureta.

9.4 Número de determinaciones

Realizar dos determinaciones sobre la misma muestra de ensayo. En el caso de pequeñas porciones de ensayo, sume las masas y los volúmenes consumidos de las réplicas para dar el resultado como una sola determinación (véase Tabla 1).

10 Expresión de los resultados

La alcalinidad puede expresarse como masa, en miligramos, de oleato de sodio por kilogramo de grasa o aceite, o como un porcentaje (fracción en masa) de hidróxido de sodio:

- a) La alcalinidad en términos de hidróxido de sodio está dada por la expresión

$$A = 4 \frac{V_c}{m}$$

- b) La alcalinidad en términos de oleato de sodio está dada por la expresión

$$S = 304\,000 \frac{V_c}{m}$$

donde

A es la alcalinidad expresada como porcentaje (fracción en masa) de hidróxido de sodio;

S es la alcalinidad expresada como miligramos de oleato de sodio por kilogramo de la muestra

m es la masa en gramos de la porción de ensayo

c es la concentración exacta de la solución estándar de ácido clorhídrico usada en (moles por litro)

V es el volumen en mililitros de la solución estándar de ácido clorhídrico usada en la valoración de la porción de ensayo.

Tome como resultado la media de dos determinaciones, de acuerdo con los requerimientos para la repetibilidad (apartado 11.2).

11 Precisión

11.1 Prueba interlaboratorio

En el Anexo A se resumen los resultados de un análisis interlaboratorios. Los valores obtenidos mediante esta prueba interlaboratorio no se podrán aplicar a otros rangos de concentración diferentes a los que están dados.

11.2 Repetibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados independientes obtenidos usando el mismo método, con el mismo material de ensayo, en el mismo laboratorio, por el mismo operador usando el mismo equipamiento dentro de un corto intervalo de tiempo, no debe exceder en más del 5% de los casos el valor límite r de la repetibilidad dado en la tabla A.1 para el nivel apropiado del valor medio determinado.

11.3 Reproducibilidad

La diferencia absoluta entre dos resultados simples obtenidos usando el mismo método en idéntico material de ensayo en diferentes laboratorios por diferentes operadores usando diferente equipamiento no debe exceder, en más de 5% de los casos, el valor límite R de la Reproducibilidad dado en la tabla A.1 para el nivel relevante del valor medio determinado.

12 Informe de ensayo

El informe de ensayo debe especificar:

- Toda la información necesaria para la identificación completa de la muestra;
- El método de muestreo usado, si es conocido;
- El método de ensayo usado, con referencia a esta norma;
- Todas las condiciones de operación no especificadas en esta norma o considerados como opcionales, junto con detalles de cualquier incidente que pueda haber influido en los resultados del ensayo;
- Los resultados obtenidos del ensayo, o el resultado final, si se ha comprobado la repetibilidad.

Anexo A
(informativo)

Resultados de una prueba interlaboratorio

Se realizó un ensayo internacional colaborativo del método presentado en esta Norma. El ensayo involucra a quince laboratorios de seis países; fue organizado por AFNOR y los resultados obtenidos se sometieron a un análisis estadístico de acuerdo con la ISO 5725-2 para dar los datos de la precisión reportados en la tabla A.1.

Tabla A.1 — Resultados de precisión

	Muestra D	Muestra E	Muestra H
Número de laboratorios	15	15	15
Número de laboratorios cuyos resultados se aceptaron	14	11	12
Alcalinidad Media (mg/kg)	8.3	216.3	12.5
Desviación estándar de la repetibilidad relativa (Sr) (mg/kg)	0.7	0.6	0.5
Coefficiente de variación de la repetibilidad (RSDr) (%)	8.1	0.3	3.6
Límite de la repetibilidad (r) (mg/kg)	1.9	1.8	1,3
Desviación estándar de reproducibilidad (SR) (mg/kg)	2.3	8.4	9.5
Coefficiente de variación de la Reproducibilidad (RSDR) (%)	27.1	3.9	76.1
Límite de la reproducibilidad (R) (mg/kg)	6.4	23.7	27.0