

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3044-93**

**BEBIDAS ALCOHOLICAS.
DETERMINACION DE ALDEHIDOS**



COVENIN
3044-93

NORMA
VENEZOLANA

INSTITUTO VENEZOLANO DE NORMALIZACIÓN Y CALIDAD

PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no-gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma fue elaborada por el Comité Técnico de Normalización CT 10 y aprobada por la COVENIN en su reunión No 123 de fecha 13/10/93



NORMA VENEZOLANA
METODO PARA LA DETERMINACION
DE ALDEHIDOS EN BEBIDAS ALCOHOLICAS

COVENIN
3044-93

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa.

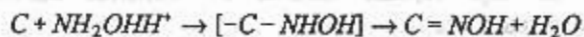
2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece dos (2) métodos para la determinación de aldehídos en bebidas alcohólicas destiladas:

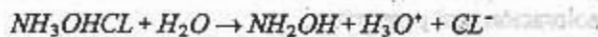
- A. Reacción de la Hidroxilamina METODO
- B. Reacción del Tiosulfato.

3 PRINCIPIO DEL METODO

3.1 Método A: El método se basa en la reacción que ocurre en medio ácido. Entre la Hidroxilamina y los compuestos carbonílicos, para producir oximas (reacción 1). Esta reacción permite la determinación cuantitativa de aldehídos.



En el presente método se utiliza el Clorhidrato de Hidroxilamina como reactivo, el cual al disolverse y reaccionar libera H_3O^+ en solución (reacción 2), este exceso de protones se titulan con NaOH, y se asume que la cantidad de éstos es igual a la cantidad de hidroxilamina consumida en la reacción.



3.2 Método B: El método se fundamenta en la formación del complejo Bisulfito de Sodio y Aldehídos presentes en la muestra.

Al exceso de Bisulfito que no reacciona con los aldehídos se le añade solución de yodo en exceso y se valora con una solución de Tiosulfato de Sodio 0,05 N, utilizando solución indicadora de almidón.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

4.1 MÉTODO A:

4.1.1 Potenciómetro

4.1.2 Bureta automática de 10 ml, de \pm 0,05 apreciación

4.1.3 Pipetas volumétricas de 10 ml y 50 ml.

4.1.4 Agitador magnético con varilla electromagnética.

4.1.5 Beacker de 50 y 400 ml

4.1.6 Matraz aforado de 250 ml

4.2 MÉTODO B:

4.2.1 Matraz aforado de 250 ml

4.2.2 Balón de destilación de 1000 ml

4.2.3 Condensador de espiral o serpentín no menor de 400 mm de longitud.

4.2.4 Mechero

4.2.5 Aro metálico

4.2.6 Rejilla de amianto

4.2.7 Bureta ámbar de 100 ml en 0,1 ml

4.2.8 Bureta ámbar de 50 ml en 0,1 ml

4.2.9 Bureta ámbar de 25 ml en 0,1 ml

4.2.10 Fiole yodométrica de 250 ml.

5 REACTIVOS

5.1 Método A:

5.1.1 HCl 0,100 N

5.1.2 NaOH 0,100 N

5.1.3 Solución de Clorhidrato de Hidroxilamina

5.1.3.1 Preparación: Pesar 1 gramo de Clorhidrato de Hidroxilamina de pureza absoluta, pasarlo cuantitativamente a un matraz aforado de 250 ml, disolverlo y enrasar con agua desmineralizada.

5.2 Método B:

5.2.1 Solución Tiosulfato de Sodio 0,05 N, preparada a partir de solución 0,1 N estandarizada.

5.2.2 Solución de Yodo aproximadamente 0,05 N.

5.2.3 Solución de Bisulfito de Sodio aproximadamente 0,05 N (La solución se conserva si contiene cerca de 10% de alcohol, no debe usarse después de una semana de preparada).

5.2.4 Solución 0,10 N de Tiosulfato de Sodio. ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

5.2.4.1 Preparación: Disuelva cerca de 25 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua. Hierva cuidadosamente durante cinco minutos y transfiera a un frasco previamente lavado en ácido crómico y enjuagado con agua tibia. Guardar en sitio oscuro y fresco, si desea solución más diluida prepárela por dilución usando agua destilada previamente hervida, justo antes de usarlas.

Standarización: Pese exactamente 0,20 - 0,23 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ previamente desecado a 100°C x 2 horas y transfiera a una fiola yodométrica de 500 ml, con ayuda de 80 ml de H_2O destilada libre de Cl^- , añada 2 g de KI, adicione agitando 20 ml de HCl e inmediatamente coloque en la oscuridad durante 10 min, y titule con la solución $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adicionando almidón como indicador después que la mayoría del yodo haya sido consumido.

$$\text{Normalidad} = \frac{\text{g } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 1000}{\text{ml } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 49,032}$$

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Método A:

6.1.1 Medir 50 ml de la muestra con pipeta volumétrica y verter en un beacker de 400 ml. Adicionar agua desmineralizada hasta 200 ml aproximadamente.

6.1.2 Introducir el electrodo del potenciómetro y hacer la lectura del pH con agitación constante mediante el electrodo magnético.

6.1.3 Ajustar el pH a $3,7 \pm 0,1$ con HCl 0,100 N

6.1.4 Añadir 10 ml de Clorhidrato de Hidroxilamina sin detener la agitación.

6.1.5 Detener la agitación y dejar en reposo por 10 min.

6.1.6 Prender nuevamente la agitación y hacer la lectura del pH.

6.1.7 Titular con NaOH 0,100 N gota a gota agitando hasta $\text{pH } 3,7 \pm 0,1$.

6.1.8 Una vez estabilizado el potenciómetro leer el volumen de base gastado (Vb).

6.2 Método B:

6.2.1 Preparación de la muestra : Se toma la muestra a ensayar, se vierte en un matraz de 200 ml se lleva al aforo con agua destilada. Se transfiere a un balón de destilación de 1000 ml, se enjuaga varias veces con agua destilada hasta completar 100 ml de agua, colocarle perlas de vidrio. Destilar a temperaturas moderadas.

6.2.2 Se suspende la destilación cuando falten 1 a 3 cm^3 para alcanzar la marca de aforo. Se deja enfriar y se enrasa con agua a la misma temperatura.

6.2.3 Se vierten 50 ml del destilado en una fiola yodométrica, agregar 25 ml de Bisulfito de Sodio, se tapa y se deja reposar durante 30 minutos, agitando ocasionalmente.

6.2.4 Posteriormente se le añade, desde una bureta 30 ml de solución de yodo 0,05 N e inmediatamente se titula el exceso de la solución de Tiosulfato de Sodio 0,05N hasta que la solución tome un color amarillo pálido.

6.2.5 Se le añade de 1 a 2 ml de la solución indicadora de almidón y se continua la titulación hasta la menor coloración azul perceptible.

6.2.6 Determinación del blanco, se toman 50 ml de agua y se procede igual que en el punto 6.2.3, y se ejecuta paralelamente a la determinación de la porción de ensayo.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Método A: El contenido de aldehídos, se expresa como miligramos de acetaldehído por 100 ml de alcohol anhidro, y se calcula por la relación siguiente:

$$C = \frac{Vb \times Nb \times 44,05 \times 10^6 \times 10}{V \times FR}$$

Donde:

C = Concentración expresada en mg de Acetaldehído por 100 ml de Alcohol anhidro.

V_b = Volumen de NaOH 0,100 gastado (ml).

44,05 = Peso equivalente del Acetaldehído.

10^6 = Factor de conversión para pasar de g/ml a mg/l

V = Volumen de muestra en ml

10/FR = Factor para convertir las unidades de volumen de mg/l a mg por 100 ml de Alcohol Anhidro.

N_b = Normalidad de la Solución de NaOH

7.2 Método B: El contenido de aldehído expresado en gramos de acetaldehído por 100 ml de alcohol absoluto, se calcula con las fórmulas siguientes:

$$L = N (V_2 - V_1) \times 22$$

$$C = L \times 100_A$$

Donde:

L = g de acetaldehído por 100 l de muestra

N = Normalidad exacta de la solución tiosulfato de sodio 00,5 N

V_1 = Volumen de la solución de tiosulfato de sodio 0,05 N consumidos por el blanco

V_2 = Volumen de la solución de tiosulfato de sodio consumidos por la muestra

22 = Equivalente gramo de acetaldehído

A = Grado alcohólico de la porción de ensayo

C = g de acetaldehído por 100 l de alcohol absoluto

8 INFORME

8.1 El informe del ensayo deberá indicar como mínimo lo siguiente:

8.1.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN correspondiente.

8.1.2 Fecha en la cuál se realizó el ensayo y nombre del Analista.

8.1.3 Identificación de la muestra.

8.1.4 Resultado del ensayo.

BIBLIOGRAFIA

- Morrison and Boyd. 1976. Química Orgánica. 3ra edición. pgs. 651- 659.
- AOAC. 1990. Métodos oficiales de análisis de la Asociación de Químicos Agrícolas. XV edición.

COVENIN
3044-93

CATEGORIA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12

CARACAS

publicación de:

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN



CDU: 663.547.233:28

ISBN: 980-06-1163-0

Cualquier traducción o reproducción parcial o total de la presente
Norma deberá ser autorizada por el Ministerio de Fomento

Descriptor: Aldehídos