

I.C.S.
67.200.10

**NORMA VENEZOLANA
ACEITES Y GRASAS VEGETALES.
DETERMINACIÓN DE LA MATERIA
INSAPONIFICABLE**

**PROYECTO
326 (R)**

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana contempla el método para determinar la materia insaponificable de los aceites y grasas vegetales.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

La siguiente norma contiene disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. La edición indicada estaba en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquéllos que realicen acuerdos en base a ellas, que analicen la conveniencia de usar la edición más reciente de la norma citada seguidamente.

COVENIN 635-81 Grasas y aceites vegetales. Preparación de la muestra para análisis.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Venezolana COVENIN se aplica la siguiente definición:

3.1 Materia insaponificable: Es el conjunto de sustancias que se encuentran disueltas en el aceite, no saponificables por los álcalis pero solubles en éter etílico y éter de petróleo.

4 APARATOS

4.1 Baño de maría u otra fuente de calentamiento.

4.2, Balanza analítica.

4.3 Matraz erlenmeyer o matraz Soxlet, de 125 ml y 250 ml provisto de refrigerante a reflujo.

4.4 Embudos de separación, de 500 ml con llave de teflón para evitar el uso de lubricantes.

4.5 Estufa de vacío mantenida a una temperatura de 75 ° C a 80 °C y a una presión absoluta no mayor de 200 milímetro de mercurio (mm Hg), o bien una estufa de aire mantenida a 105 °C.

5 REACTIVOS

Todos los reactivos deben ser de grado analítico y el agua a menos que se especifique lo contrario, debe ser destilada.

5.1 Solución acuosa de hidróxido de potasio al 50 %.

5.2 Alcohol etílico al 95 %.

5.3 Éter de petróleo o éter dietílico.

5.4 Solución de fenolftaleína al 1 % en alcohol etílico al 95 %.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 La preparación de la muestra se debe realizar según la Norma Venezolana COVENIN 635.

6.2 Pesar exactamente alrededor de 5 g de la muestra preparada y colocar en el matraz Erlenmeyer o matraz Soxhlet.

6.3 Agregar 30 ml de alcohol etílico y 5 ml de la solución de hidróxido de potasio al 50 %. Conectar el refrigerante a reflujo y hervir suavemente durante 1 hora o el tiempo necesario para realizar una saponificación total.

6.4 Transferir el contenido del matraz a un embudo de separación, lavar el matraz primero con agua caliente y luego con agua fría, hasta obtener un volumen aproximado de 80 ml. Lavar el matraz con éter de petróleo o éter dietílico y añadir al embudo de separación, lavar con 50 ml de alcohol etílico, luego con agua caliente y con agua fría hasta obtener un volumen aproximadamente de 80 ml.

6.5 Colocar la tapa, agitar vigorosamente y dejar reposar por lo menos 1 min. hasta la separación de 2 capas. Separar la capa etérea y repetir la extracción por lo menos 3 veces más, utilizando porciones de 50 ml de éter de petróleo.

Cuando se utilice éter dietílico, realizar un mínimo de cuatro extracciones o hasta que la prueba de reacción negativa (véase nota 1).

NOTA 1: En la prueba de reacción se realiza otra extracción, ésta se evapora separadamente. Se pesa el residuo y cuando de menor de 0,005 g se da por terminada las extracciones.

6.6 Transferir las fracciones a un embudo de separación de 500 ml el cual contiene 5 ml de alcohol etílico al 10 % para minimizar la posibilidad de pérdida del éter de petróleo (véase nota 2).

NOTA 2: En algunos casos siete extracciones no son suficientes, por lo tanto debe realizarse otra extracción, ésta se evapora separadamente. Se pesa el residuo y cuando éste sea menor de 0,005 g se discontinúa la extracción.

6.7 Lavar los extractos combinados contenidos en el embudo de separación con porciones de 25 ml de alcohol etílico al 10 %, agitar vigorosamente y extraer la capa de alcohol después de cada lavada. Los lavados se discontinúan cuando presentan reacción neutra con la fenolftaleína. Esta extracción debe hacerse cuidadosamente para no extraer parte de la capa etérea.

6.8 Transferir el extracto etéreo a un vaso de precipitado, previamente tarado y evaporar a sequedad en un baño de vapor. Completar el secado hasta peso constante preferiblemente en una estufa de vacío a 75 °C - 80 °C y a una presión interna no mayor de 200 mm Hg o en una estufa de aire a 105 °C, a intervalos de 15 min. Enfriar en un desecador y pesar.

6.9 Disolver el residuo obtenido en 50 ml de alcohol etílico al 95 %, calentar (aproximadamente 50 °C), previamente neutralizado en presencia del indicador hasta la aparición del color rosado y titular con la solución de hidróxido de sodio 0,02 N hasta la aparición del mismo color.

7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El contenido de materia insaponificable se expresa en porcentaje y se calcula como sigue.

$$MI = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

$$m_1 = V \times N \times 0,00564$$

Donde:

MI = Contenido de materia insaponificable, en porcentaje.

m_0 = masa de la muestra, en gramos (g).

m_1 = masa de los ácidos grasos en el extracto, en gramos (g)

m_2 = masa del residuo (6.8), en gramos (g)

V = Volumen de la solución de hidróxido de sodio consumido en la titulación, en mililitros (ml).

N = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio (0,02N).

8 INFORME

En el informe debe contener lo siguiente:

- 8.1 Fecha de realización del ensayo
- 8.2 Identificación completa de la muestra
- 8.3 Resultado del análisis realizado
- 8.4 Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada
- 8.5 Nombre del analista
- 8.6 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

A.O.C.S. American Oil Chemists. Method TK 1a-64T Unsaponiable material.

A.O.A.C. Association of Official Analytical Chemist. Ed. XVI, Vol. 2, Cap. 41, pag. 29, 1995.