

PRODUCTOS ELABORADOS A PARTIR DE FRUTAS Y
HORTALIZASDeterminación cualitativa y cuantitativa del ácido
sorbico y sorbatos alcalinosNGO
34 003 h29

1. OBJETO

Esta norma tiene por objeto establecer los métodos de ensayo para determinar cualitativa y cuantitativamente el ácido sórbico o sus sales de sodio y potasio en los productos elaborados a partir de frutas y hortalizas.

2. NORMAS COGUANOR A CONSULTAR

Para la aplicación de esta norma no es necesaria la consulta específica de ninguna otra.

3. METODO CUALITATIVO

3.1 Reactivos o materiales3.1.1 Solución 0.3 N de ácido sulfúrico

3.1.2 Solución de dicromato de potasio, la cual se prepara disolviendo 147 mg $K_2Cr_2O_7$ en agua destilada y se diluye a 100 cm^3 .

3.1.3 Solución al 0.5% de ácido tiobarbitúrico. Se disuelven 250 mg de ácido tiobarbitúrico en 5 cm^3 de solución 0.5 N de NaOH en un matraz aforado de 50 cm^3 el cual se mantiene sumergido en agua caliente mientras se lo hace girar para facilitar la disolución; luego se añaden aproximadamente 20 cm^3 de agua destilada, se neutraliza con 3 cm^3 de solución 1 N de ácido clorhídrico y se diluye al volumen con agua destilada. Esta solución debe prepararse diariamente; es decir, debe usarse recién preparada.

3.2 Aparatos

3.2.1 Balanza, que aprecie 0.1 g

3.2.2 Probetas de 50 y 1000 cm^3

3.2.3 Pipetas de 1.0 y 2.0 cm^3

3.2.4 Tubos de ensayo, de 15 cm^3 de capacidad

3.2.5 Baño de María

3.2.6 Instrumental de laboratorio

3.3 Procedimiento

a) Se diluyen 20 cm^3 de la muestra hasta 1000 cm^3 con agua destilada, se agita perfectamente bien y se deja en reposo para que sedimente; si la muestra presenta porciones sólidas, se muele previamente en un mortero y se toman unos 10 g para la dilución.

Continúa

b) Del líquido claro sobrenadante o después de centrifugar si fuera necesario, se transfiere con pipeta 2 cm^3 a un tubo de ensayo de 15 cm^3 de capacidad, se agrega 1 cm^3 de solución 0.3 N de ácido sulfúrico, se agita, se añade 1 cm^3 de solución de dicromato de potasio y se agita una vez más.

c) Se calienta a baño de María hirviendo, exactamente durante 5 min , se sumerge parcialmente el tubo de ensayo en agua fría contenida en un vaso de precipitados, se agregan 2 cm^3 de solución al 0.5% de ácido tiobarbitúrico, se agita y se lleva nuevamente al baño de María hirviendo durante 10 min adicionales y luego se enfría. La aparición de una coloración rosada indica la presencia de ácido sórbico.

4. METODO CUANTITATIVO

4.1 Reactivos o materiales

4.1.1 Solución 2 N de ácido sulfúrico. Se prepara diluyendo con agua destilada, 2 cm^3 de H_2SO_4 concentrado hasta un volumen de 250 cm^3 .

4.1.2 Solución 0.3 N de ácido sulfúrico. Se prepara diluyendo con agua destilada, 15 cm^3 de solución 2 N de ácido sulfúrico hasta un volumen de 100 cm^3 .

4.1.3 Solución de dicromato de potasio. Se disuelven 147 mg de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ en agua destilada y se diluye a 100 cm^3 .

4.1.4 Solución al 0.5% de ácido tiobarbitúrico. Se disuelven 250 mg de ácido tiobarbitúrico en 5 cm^3 de solución 0.5 N de NaOH en un matraz aforado de 50 cm^3 , el cual se mantiene sumergido en agua caliente mientras se lo hace girar para facilitar la disolución; luego se añaden aproximadamente 20 cm^3 de H_2O destilada, se neutraliza con 3 cm^3 de solución 1 N de ácido clorhídrico y se diluye al volumen con agua destilada. Esta solución debe prepararse diariamente; es decir, debe usarse recién preparada.

4.1.5 Solución estándar de ácido sórbico, conteniendo 0.1 mg/cm^3 . Se pesa con precisión 134 mg de sorbato de potasio (equivalente a 100 mg de ácido sórbico), se disuelve en agua destilada y se completa el volumen a un litro. Esta solución se mantiene estable durante varios días al guardarla en refrigeración.

4.1.6 Virutas de carburo de silicio, SiC .

4.1.7 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

4.2 Aparatos

4.2.1 Balanza analítica de precisión, que aprecie 0.1 mg

4.2.2 Aparato de destilación por arrastre de vapor (véase fig. 1)

Nota. Como generador de vapor puede emplearse un erlenmeyer con tapón de caucho con dos agujeros, en vez del balón de tres bocas que aparece en la figura.

4.2.3 Pipetas volumétricas de $1, 2, 5, 10$ y 15 cm^3

4.2.4 Matraces volumétricos de 250 y 500 cm^3

4.2.5 Baño de agua hirviendo

4.2.6 Espectrofotómetro

Continúa

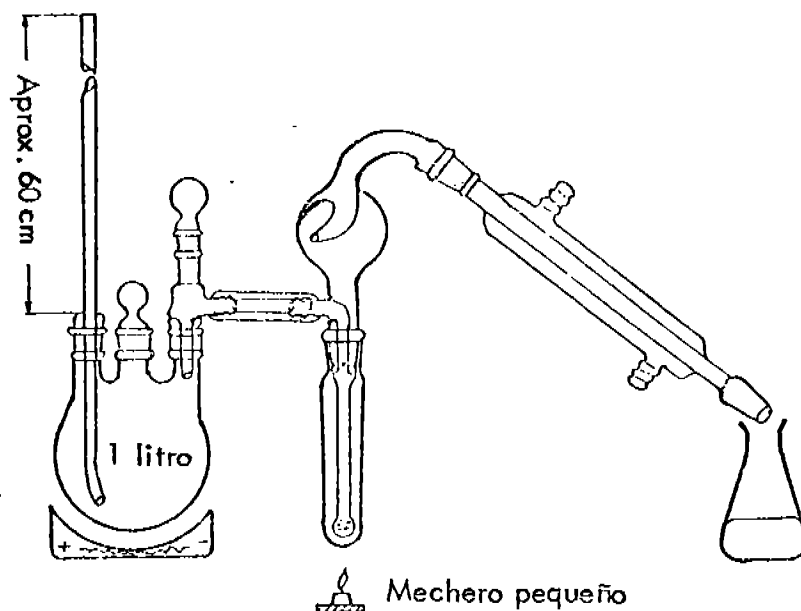


Fig.1 Aparato de destilación por arrastre de vapor

4.3 Preparación de la muestra

4.3.1 Si el producto contiene sólidos en suspensión finamente divididos, como en los casos de néctares de frutas, purés de frutas y de hortalizas, y otros, se toma la muestra como tal directamente para el análisis.

4.3.2 Si se trata de productos sólidos o que contienen sólidos gruesos en suspensión, tales como frutas deshidratadas, frutas en almíbar, etc., se procede en la forma siguiente:

- a) Se enfría una muestra de 100 a 500 g a una temperatura de 15°C y se corta en tiras finas o rodajas.
- b) Luego se reduce a pulpa fina y homogénea empleando una licuadora durante el menor tiempo posible, alrededor de unos 2 a 5 min, bajando con una espátula hacia las cuchillas el material que se adhiera a las paredes del vaso de la licuadora, y evitando que la temperatura del producto suba a más de 25°C.

Nota. En el caso de frutas y otros vegetales deshidratados que por su consistencia ofrezcan dificultad para realizar esta operación, se les puede agregar una masa igual de agua destilada a una temperatura de 15°C y tomar en cuenta esta dilución al momento de hacer los cálculos finales.

4.4 Preparación de la curva estándar. La curva de calibración debe prepararse cada día que se va a usar, de acuerdo al siguiente procedimiento:

- a) A matraces volumétricos separados, de 500 cm³, se transfieren con pipeta 5, 10 y 15 cm³ de la solución estándar de ácido sórbico, se lleva a volumen con agua destilada cada uno de los matraces y se mezcla bien.
- b) De cada una de estas tres soluciones se toman con pipeta 2 cm³ y se transfieren a tubos de ensayo de 15 cm³ de capacidad; en un cuarto tubo de ensayo se colocan 2 cm³ de agua destilada para el blanco.

Continúa

- c) Se agrega a cada tubo de ensayo 1 cm³ de solución 0.3 N de H₂SO₄, 1 cm³ de solución de K₂Cr₂O₇, se agita y se calientan en un baño de agua hirviendo exactamente durante 5 min.
- d) Se sumergen parcialmente los tubos en agua fría contenida en un vaso de precipitados, se agregan 2 cm³ de solución al 0.5% de ácido tiobarbitúrico, se agitan y se colocan de nuevo en el baño de agua hirviendo durante 10 min.
- e) Se enfrían y se determina la absorbancia de cada solución a 532 nm contra el blanco, usando celdas de un centímetro de longitud y se traza la curva patrón de las absorbancias contra las concentraciones de ácido sórbico en µg/cm³.

4.5 Procedimiento

- a) Dentro del tubo de destilación mostrado en la fig. 1, conteniendo virutas de SiC, se pesa 1.5 a 2.0 g de muestra preparada según 4.3, se agregan 10 cm³ de solución 2 N de H₂SO₄ y 10 g de MgSO₄.7H₂O
- b) Se destila por arrastre de vapor, manteniendo en el tubo de destilación un volumen de 20 a 30 cm³ mediante el uso de un pequeño mechero; debe evitarse la carbonización.
- c) Se recogen de 100 a 125 cm³ de destilado en un matraz volumétrico de 250 cm³, en un tiempo no mayor de aproximadamente 45 min.
- d) Al final de la destilación se lava el condensador con un poco de agua destilada, recogiendo los lavados en el mismo matraz volumétrico, se lleva a volumen y se mezcla bien.

Nota. Si la muestra contiene más del 0.05% de ácido sórbico, se diluye la solución hasta alcanzar una concentración equivalente.

- e) Luego se procede como se indica a partir de párrafo b) del apartado 4.4.
- f) Por medio de la curva estándar y de la absorbancia encontrada se determina la concentración del ácido sórbico en µg/cm³ y se calcula su porcentaje en la muestra, según 4.6.
- g) Esta determinación se efectúa en duplicado.

4.6 Expresión de los resultados

4.6.1 El contenido de ácido sórbico y sorbatos alcalinos en la muestra se expresa como ácido sórbico, en porcentaje en masa, y se obtiene de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$A_s = \frac{c \times 250}{m \times 106} \times 100 \quad \text{ó sea}$$

$$A_s = \frac{c \times 0.025}{m}$$

En la que:

A_s = Porcentaje en masa de ácido sórbico y sorbatos alcalinos, expresados como ácido sórbico.

Continúa

c = Lectura en la curva estándar de la concentración de ácido sórbico correspondiente a la absorbancia obtenida con la muestra, en $\mu\text{g}/\text{cm}^3$.

m = Masa de la muestra tomada, en gramos

Nota. Si en la preparación de la muestra para el ensayo hubo dilución de la misma, debe considerarse este hecho en el cálculo final de la concentración de ácido sórbico; véase la nota del párrafo b) del apartado 4.3.2. Debe también considerarse la dilución indicada en la nota del párrafo d) del apartado 4.5, si se hubiera hecho tal dilución

4.6.2 Repetibilidad. La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no deberá ser mayor del 5% del valor medio.

4.6.3 El resultado final será la media aritmética de las dos determinaciones, siempre que el requisito de repetibilidad se haya cumplido.

5. INFORME DEL ENSAYO

En el informe del ensayo debe indicarse lo siguiente:

5.1 El método usado y el resultado obtenido en cada determinación así como la media aritmética de las determinaciones.

5.2 Cualquier condición no especificada en la norma, o señalada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido en el resultado.

5.3 Todos los detalles necesarios que permitan la completa identificación de la muestra.

6. CORRESPONDENCIA

Esta norma concuerda con el método descrito en:

a) "Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists". 12a. edición, 1975.

b) Norma Panamericana COPANT 1163-1979