

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

535: 2007

**BEBIDAS ALCOHÓLICAS—DETERMINACIÓN DE ALCOHOLES
SUPERIORES—MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO**

**Alcoholic Beverages—Determination of higher alcohols—Spectrophotometric
method**

ICS: 67.160.10

1. Edición Noviembre 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 N° 27 “Bebidas Alcohólicas” integrado por las entidades siguientes:
 - Ministerio de la Industria Alimenticia.
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos ,INHA, MINSAP
 - Ministerio del Comercio Interior.
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad. CNICA MINAL
 - 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.
- Sustituye a la NC 83-02-4:1982 *Rones. Métodos de Ensayos. Determinación de alcoholes superiores* y a la NC 83-30: 1987 *Alcohol Etilico. Determinación de alcoholes superiores*.
- Constituye la adopción del método oficial 968.09 de *Official Methods of analysis of AOAC INTERNATIONAL (2000) 17th Ed., AOAC INTERNATIONAL, 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. FUNDAMENTO DEL MÉTODO	4
4. REACTIVOS Y SOLUCIONES PATRONES	4
4.1 Solución de para dimetil amino benzaldehído	4
4.2 Solución A patrón de alcoholes superiores	5
4.3 Solución B patrón de alcoholes superiores	5
4.4 Soluciones de Trabajo para la curva de calibración	5
4.4.1 Soluciones para productos con graduación alcohólica hasta 85 % v/v a 20 °C	5
4.4.2 Soluciones para productos con graduación alcohólica desde 85 % hasta 96 % v/v a 20 °C	5
5. APARATOS, EQUIPOS Y MEDIOS DE MEDICIÓN	5
6. PROCEDIMIENTO	6
6.1 Preparación de la porción de ensayo	6
6.2 Determinación	6
6.3 Gráficos de calibración y expresión de los resultados	6
6.4 Repetibilidad y Reproducibilidad	7
7. BIBLIOGRAFÍA	8

BEBIDAS ALCOHÓLICAS—DETERMINACIÓN DE ALCOHOLES SUPERIORES— MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO

1 Objeto

Este método es apropiado para la determinación de los alcoholes superiores en bebidas alcohólicas destiladas, aguardientes y alcohol etílico.

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.

3 Fundamento del método

Se basa en la determinación del contenido de los alcoholes superiores isobutílico e isoamílico, por medio de la reacción con una solución de p-dimetil amino benzaldehído (p-DMAB) en medio ácido. La intensidad del complejo formado, se determina por espectrofotometría a una longitud de onda de 540 nm.

4 Reactivos y soluciones patrones

Se usarán reactivos con una pureza superior a 99 %, El agua para análisis cumplirá con la NC-SO 3696

Etanol (CAS 64-17-5). Puede emplearse Alcohol Etílico superfino siempre y cuando no aporte presencia de congéneres del etanol al ser diluido.

2-metil-1-propanol (Isobutanol) (CAS 78-33-1).

3-metil-1-butanol (alcohol isoamílico) (CAS 123-51-3).

Ácido sulfúrico (densidad 1,84 g / mL)

P-dimetil amino benzaldehído (p-DMAB)

4.1 Solución de para dimetil amino benzaldehído

En un frasco volumétrico de 100 mL se disuelven 1.0 gramos \pm 0.0001 g p de p- dimetil amino benzaldehído pesados en balanza analítica, mezclándolo con 5 mL de ácido sulfúrico y 90 mL de agua destilada. Se llevan a la marca del aforo con agua destilada.

4.2 Solución A patrón de alcoholes superiores

Pesar con una precisión de ± 0.0001 g 2 gramos de alcohol isobutílico y 8 gramos de alcohol isoamílico, transferirlos a un frasco volumétrico de 1 Litro y diluir hasta el aforo con agua destilada.

4.3 Solución B patrón de alcoholes superiores

Pipetee 10 mL de la solución A patrón de alcoholes superiores en cada uno de dos frascos volumétricos de 100 mL y diluya hasta el aforo, uno con agua destilada y con etanol el otro.

4.3.1 Solución patrón B de alcoholes superiores en agua.

Pipetee 10 mL de la solución A patrón de alcoholes superiores en un frasco volumétrico de 100 mL y diluya hasta el aforo con agua destilada.

4.3.2 Solución patrón B de alcoholes superiores en etanol.

Pipetee 10 mL de la solución A patrón de alcoholes superiores en un frasco volumétrico de 100 mL y diluya hasta el aforo con etanol.

4.4 Soluciones de Trabajo para la curva de calibración

4.4.1 Soluciones para productos con graduación alcohólica hasta 85 % v/v a 20 °C

Para productos con un contenido de alcoholes superiores de 1.0g a 6.0 g / 100 L se pipetea en frascos de 100 mL alícuotas desde 1.0mL a 6.0 mL de la solución patrón B de alcoholes superiores en medio acuoso preparada según 4.3.1 y se diluyen hasta el aforo con solución de etanol con una graduación alcohólica similar a la esperada, cuando la porción de ensayo es diluida en el tubo de ensayo por el resto de las adiciones para efectuar su análisis.

4.4.2 Soluciones para productos con graduación alcohólica desde 85 % hasta 96 % v/v a 20 °C

Prepare soluciones similares a las preparadas en 4.4.1 pero empleando la solución patrón B de alcoholes superiores en medio alcohólico, preparada según 4.3.2 y diluya a 100 mL con una solución alcohólica al grado de la muestra o de su dilución.

Cuando 6 mL de la solución patrón B es diluida con alcohol de 95 % v/v y analizada, la Absorbancia debe ser de 0.83 ± 0.03 a 530 nm.

5 Aparatos, equipos y medios de medición

- 5.1** Espectrofotómetro apto para trabajar a una longitud de onda de 540 nm.
- 5.2** Criostato o baño de hielo que garantice una temperatura inferior a 10 °C.
- 5.3** Frascos volumétricos de 100 mL y 1000 mL.
- 5.4** Pipetas volumétricas de 1mL ,2mL, 5mL y 10 ml.
- 5.5** Bureta de 10 mL graduada en 0,1 mL.

5.6 Tubo de ensayo con tapa de rosca o esmerilada de preferencia 15mL x 150 ml.

5.7 Balanza analítica con precisión de 0.0001 g

6 Procedimiento

6.1 Preparación de la porción de ensayo

Productos que poseen color, azúcar o sólidos disueltos requieren ser destilados antes de someterse a análisis. La destilación será realizada según lo estipulado en la NC 290 Determinación del grado alcohólico.

Para muestras que contienen mas de 6.0 gramos de alcoholes superiores /100 L, diluirla con agua destilada a una concentración entre 2.0gramos y 5.0 gramos de alcoholes superiores /100 L. Diluya 5 mL de rones, brandies, coñac, wiskys en 100 mL. Para muestras de rones y whiskys pesados y aguardientes diluir 5 mL en 250 mL.

6.2 Determinación

6.2.1 Desarrollo del color

En tubos de ensayo, de preferencia 15mm x 150 mm, se pipetea 2 mL de la muestra de ensayo, o la muestra de ensayo diluida, destilada si se requiere; 2 mL de agua destilada (para blanco de reactivo); y 2 mL de las soluciones de trabajo de la curva de calibración. Tape o cubra los tubos, póngalos en una cesta de alambre o en una gradilla e introdúzcalos en el criostato o en el baño de hielo. Pipetee en cada tubo 1 mL de solución de p-DMAB, agite, vuélvalos a introducir en el criostato o en el baño de hielo por 3 minutos.

Con los tubos aún en el baño, adicione 10 mL de ácido sulfúrico frío empleando la bureta de 10 mL de forma que el ácido corra por la pared del tubo. Agite los tubos individualmente y vuélvalos a poner en el baño de hielo o en el criostato por 3 minutos.

Transcurrido este tiempo, transfiera los tubos para un baño de agua hirviendo y deje que ebulle durante 20 minutos. Transfiera los tubos para el baño de hielo o el criostato por 3-5 minutos y seguidamente a un baño de agua a temperatura ambiente.

6.2.2 Medición fotométrica

Se lee el % de Transmitancia o la Absorbancia del color desarrollado en las muestras o las soluciones de trabajo de la curva de calibración en un espectrofotómetro a 538-543 nm contra el blanco de reactivo (se usa la misma longitud de onda tanto para las muestras como para las soluciones de trabajo de la curva de calibración), empleando cubetas de 1 cm. de paso óptico.

6.3 Gráficos de calibración y expresión de los resultados

A partir de la medición fotométrica de las soluciones de trabajo para la curva de calibración preparadas en 4.4.1 y 4.4.2, plotee gramos de alcoholes superiores / 100 L como abscisa en una escala lineal contra % de Transmitancia como ordenada en la escala logarítmica de un papel

semilogaritmico. Convierta los % de Transmitancia de las soluciones de ensayo a gramos de alcoholes superiores / 100 L a partir de la curva patrón. Si se utiliza la Absorbancia el ploteo se realiza en un papel milimetrado. Puede emplearse el cálculo de la recta de mejor ajuste por el método de los mínimos cuadrados y emplear la ecuación resultante para el cálculo de la concentración

Si se utilizaron muestras diluidas, multiplicar los gramos de alcoholes superiores / 100 L encontrados por el factor de dilución para obtener los gramos de alcoholes superiores / 100 L en la muestra original. Deben de analizarse dos niveles de soluciones patrones por cada serie de muestras.

La concentración de alcoholes superiores en la muestra, expresado en gramos / 100 Litros de alcohol absoluto, se obtiene usando la fórmula:

$$C_a = C_m \times \frac{100}{H}$$

Donde:

C_m = Concentración de alcoholes superiores en gramos / 100 Litros.

H = Concentración alcohólica de la muestra.

Las calibraciones para obtener las ecuaciones deberán repetirse cada vez que se agote la solución de p-dimetil amino benzaldehído.

6.4 Repetibilidad y Reproducibilidad

La Desviación Típica Relativa de la Repetibilidad y de la Reproducibilidad para cada uno de los componentes por separado, no podrá exceder de 5 % y 8 % respectivamente.

Bibliografía

Official Methods of analysis of AOAC INTERNATIONAL (2000) 17th Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA Official Method 968.09

NC / TS 368:2004 Guía para la validación de métodos de ensayos químicos para alimentos