
NORMA CUBANA

NC

790: 2010

**BEBIDAS ALCOHÓLICAS — DETERMINACIÓN DEL GRADO
ALCOHÓLICO — MÉTODOS DE REFERENCIA: 1- GRADO
ALCOHÓLICO POR PICNOMETRÍA Y
2- GRADO ALCOHÓLICO POR DENSIMETRÍA DÍGITAL**

Alcoholic beverages — Determination of alcoholic strength — Reference methods: 1-
Alcoholic degree by picnometry and 2- Alcoholic degree by digital densimetry

ICS: 67.160.10

1. Edición Septiembre 2010
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

NC 790: 2010

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 27 de Bebidas alcohólicas integrado por representantes de las entidades siguientes:
 - Ministerio de la Industria Alimentaria, MINAL)
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia, IIIA
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos, INHA, MINSAP
 - Laboratorio de Control de Calidad. LACCAL.MINCIN
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad. CNICA MINAL
 - Cuba Ron S.A.
 - Laboratorio Central de Cuba Ron S.A.
 - CERALBE..ICIDCA
 - Laboratorios CUBACONTROL SA MINCEX
 - Unión de Bebidas y Refrescos. UBR
 - Empresa de Bebidas Ciudad de la Habana. EBRHAB
 - Empresa de Bebidas de la Habana. EMBERCH
 - Instituto de Investigaciones en Normalización, ININ
 - Oficina Nacional de Normalización, ONN
 - TECNOAZUCAR
 - Departamento de Derivados del MINAZ
 - Fábrica de Ron Oscuros de San José. Havana Club International
 - UNICER

Esta norma en el método 1 constituye la adopción del método establecido en Official Methods of analysis of AOAC INTERNATIONAL (2000) 17th Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA Official Method 945.06; 942.06; 957.03; 982.10 para la determinación picnométrica de alcohol en productos libres de extractos o despojados de estos por destilación previa. El método 2 constituye la adopción de los métodos oficiales de la Unión Europea para la determinación de grado alcohólico por densimetría digital (Reglamento (CE) No. 2870 de 19.12.2000. referido en: Determination of alcoholic strength by volume of spirit drinks (2000) Official Journal of the European Communities. Vol. 43 p L333/23 – L333/33.). Este último método ha sido adoptado también como método oficial por la Organización Internacional del Vino (OIV).

© NC, 2010

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.

0 Introducción

0.1 La presente norma establece el empleo de dos alternativas:

- 1- Determinación del Grado alcohólico por picnometría
- 2- Determinación del Grado alcohólico por densimetría digital,

0.2 En el caso de las bebidas alcohólicas con extracto, cuya destilación previa es recomendable para el empleo de los métodos aquí descritos, la Unión Europea establece que el aparato de destilación utilizado debe presentar las características siguientes:

- un número de conexiones limitado al estrictamente necesario de forma que se garantice la estanqueidad del sistema,
- un dispositivo que impida el arrastre por el vapor del líquido en ebullición y regule el flujo de destilación de los vapores con alto grado alcohólico,
- condensación rápida y total de los vapores alcohólicos,
- recepción de las primeras fracciones de destilación en medio acuoso.

0.3 El equipo empleado para esos fines debe garantizar además que: La destilación de 200 mL de una solución hidroalcohólica con una concentración conocida cercana al 50 % vol no deberá producir una pérdida de alcohol superior al 0,1 % vol. Se acepta además el empleo de cualquier destilador enológico electrónico ya que estos garantizan que en 5 destilaciones sucesivas la pérdida posible de alcohol no supere el 0,1 % de alcohol. De la misma forma se acepta que se destilen 100 mL de muestra como mínimo.

En Cuba la NC 290 prevé el empleo de 250 mL de muestra, para el caso de las bebidas alcohólicas con extracto por lo que lo establecido anteriormente es perfectamente aplicable a los equipos empleados para destilar de acuerdo a la NC mencionada.

BEBIDAS ALCOHÓLICAS DETERMINACIÓN DEL GRADO ALCOHÓLICO — METODOS DE REFERENCIA: 1-GRADO ALCOHÓLICO POR PICNOMETRÍA Y 2-GRADO ALCOHÓLICO POR DENSIMETRÍA DÍGITAL

1 Objeto

Esta Norma Cubana establece los métodos de ensayo de referencia a emplear para determinar el grado alcohólico real (% v/v 20 °C) en alcoholes, aguardientes, bebidas alcohólicas destiladas, vinos, licores, bebidas alcohólicas preparadas, cocteles y extractos hidroalcohólicos.

2 Referencias normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de esta Norma Cubana. Para las referencias fechadas, solo se toma 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 290: 2007. Bebidas Alcohólicas. Determinación del grado alcohólico.

NC 90-13-42 Sistema de Normas de Aseguramiento Metrológico. Densímetros y areómetros. Tablas alcoholimétricas internacionales.

NC-ISO 3696: 2004, Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificaciones y métodos de ensayos.

Reglamento (CE No. 2870 de 19.12.2000)

ISO 3507 *Laboratory glassware -- Pyknometers*

Recomendación No. 22/1975 Organización Internacional de Metrología, Tablas Alcoholimétricas Internacionales.

3 Términos y definiciones

A los efectos de esta norma se aplican los términos y definiciones siguientes:

3.1 Temperatura de referencia

Temperatura de referencia para las determinaciones del % alcohólico real v/v y la densidad de las bebidas alcohólicas es 20 °C.

3.2 Densidad absoluta (masa volúmica)

Masa por unidad de volumen en vacío de una bebida espirituosa a 20 °C. Se expresa en kilogramos por metro cúbico y su símbolo es ρ_{20} .

3.3 Por ciento alcohólico real en volumen (v / v)

Número de litros de alcohol etílico contenidos en 100 litros de una mezcla agua-alcohol que tiene la misma densidad como alcohol o de la bebida después de la destilación. Los valores de referencia para el grado alcohólico real en volumen (% vol.) a 20 °C contra la densidad a 20 °C para diferentes mezclas alcohol – agua que deben usarse son las dadas en la Tabla Internacional

adoptada por la Organización Internacional de Metrología Legal en su Recomendación No. 22 (Véase NC 90-13-42).

4 Principio

Los métodos se basan en la medición de la densidad de las soluciones hidroalcohólicas en los destilados de las muestras de ensayo a 20 °C, si estas requieren de destilación o en la muestra de forma directa. La densidad es determinada bien por picnometría o por la medición electrónica de las oscilaciones de un tubo vibrante en forma de U (densímetro digital). En este último caso la muestra es adicionada a un sistema oscilante cuya frecuencia de oscilación específica es modificada por la masa añadida.

5 Aparatos y utensilios

Los aparatos y utensilios usuales en el laboratorio y los referidos en Aparatos y utensilios de la NC 290:2007 utilizados, en el caso de las muestras con extracto para obtener un destilado apto tanto para las determinaciones areométricas de esa norma como para las referidas en la presente NC. Adicionalmente, en dependencia del empleo de otro método alternativo para obtención de una solución hidroalcohólica libre de extracto, los aparatos serán los siguientes:

5.1 Destilador enológico electrónico con sus frascos volumétricos de 100 mL y 200 mL

5.2 Equipo de destilación de la Unión Europea según esquema contenido en el Reglamento (CE No. 2870 de 19.12.2000)

5.3 Matraz aforado de 100 mL Clase A Verificado.

Y para la ejecución de los métodos de referencia:

5.4 Matraz aforado de 50 mL Clase A Verificado.

5.5 Termómetro esmerilado, graduado en décimas de grado de preferencia con un rango de 10 °C a 30 °C. Este termómetro deberá estar certificado o contrastado con un termómetro certificado.

5.6 Balanza analítica con sensibilidad de $\pm 0,1$ mg.

5.7 Picnómetro según ISO 3507, de preferencia Reischauer.

5.8 Densímetro digital, capaz de realizar las mediciones de densidad en g/mL con al menos 5 cifras decimales. La regulación de temperatura de la muestra debe ser realizada dentro de la celda de medición, que estará insertada en un termostato dentro del densímetro, con una estabilidad en la temperatura mínima de ± 0.02 °C.

5.9 Jeringuillas de inyección de muestra o cambiadores de muestras automáticos.

6. Reactivos

Durante los análisis, a menos que otra cosa se especifique, utilice sólo reactivos de reconocido grado analítico y agua destilada de al menos grado 3 como se define en ISO 3696:1987.

6.1 Acetona (CAS 666-52-4) o alcohol absoluto.

6.2 Aire seco.

6.3 Solución de hidróxido de sodio 6 mol / L.

6.4 Suspensión de óxido de calcio al 12 %.

6.5 Solución de cloruro de sodio (2 % p/v) Para preparar un litro, pesar 20 g de cloruro de sodio y disolver con agua hasta llegar al volumen.

6.6 Solución de sulfato de aluminio y potasio al 12 %.

6.7 Solución 50 % cloruro de sodio al 1 % y 50 % solución de sulfato de aluminio y potasio al 12 %.

6.8 Reactivo antiespumante de silicona.

7 Procedimiento de preparación de la muestra de ensayo

7.1 Muestras que no requieren destilación

En los productos que no poseen color, azúcar o sólidos disueltos, como el caso del aguardiente fresco de caña, no es necesario el proceso de destilación y la medición del por ciento de alcohol en volumen, se realiza con la muestra directa.

7.2 Muestras que requieren destilación

7.2.1 Destilación de bebidas alcohólicas destiladas, aguardientes, licores, vinos, bebidas preparadas, cócteles, sidras y vinos espumosos

Las bebidas antes mencionadas se destilarán empleando el procedimiento descrito en la NC 290:2007, .en el caso de emplearse 250 mL de muestra. Volúmenes inferiores a esos podrán ser destilados empleando el equipo de destilación de la Unión Europea según esquema contenido en el Reglamento (CE No. 2870 de 19.12.2000 antes mencionado).

NOTA Aquellas bebidas con un contenido de etanol que exceda 60 % v/v a 20 °C serán diluidas a la mitad, destiladas según el procedimiento descrito y se multiplicará por dos el % de etanol obtenido.

7.2.2 Destilación de la muestra empleando destilador enológico electrónico

Para la operación del destilador enológico electrónico se seguirán las instrucciones del manual de uso del fabricante del equipo.

7.2.2.1 Procedimiento general

Llenar con la muestra a destilar un frasco volumétrico de 100 mL (o de 200 mL) de los suministrados con el equipo, ajustando la temperatura a 20 °C. El menisco debe de estar sobre la marca del aforo. Para vinos espumosos, debe de ejecutarse un tratamiento de desgasificación (por filtración o baño ultrasónico) antes de llenar el frasco volumétrico con la muestra. También

puede ser necesaria una dilución para muestras con alto contenido de azúcar. Vierta exactamente el contenido del frasco volumétrico en la cámara de destilación, enjuague el frasco con agua destilada empleando un frasco lavador, dándole rotación. Use aproximadamente 20 mL de agua (40 mL para 200 mL). Ponga el frasco volumétrico en el brazo balanza con la masa cilíndrica de 100 mL (o la de 200 mL). Adicione los reactivos de destilación requeridos. Opere el destilador enológico electrónico de acuerdo a las instrucciones del fabricante, el proceso de destilación comenzará y el destilado se recogerá en el frasco volumétrico de 100 mL (o en el de 200 mL). El peso de muestra a ser colectado puede ser ajustado calibrando las masas de la balanza interna sobre el brazo balanza. Para la operación con 100 mL deben de recogerse 80-90 ml y el doble para 200 mL, pero, no debe de excederse nunca de los 100 mL o los 200 mL. Cuando la cantidad especificada es colectada, el destilador se apagará automáticamente. Ajuste la temperatura del destilado en el frasco volumétrico a 20 °C, adicionando agua destilada hasta la marca del aforo. Agite el frasco. La muestra está lista para el análisis posterior bien por picnometría o densimetría digital.

NOTAS a considerar:

1. Después de poner la muestra dentro del frasco de destilación, enjuague siempre con agua destilada el frasco volumétrico. Adicione también el agua de lavado dentro del frasco de destilación.
2. Antes de comenzar la destilación, ponga algunos ml de agua destilada fría dentro del frasco volumétrico de 100 donde se recogerá el destilado a fin de evitar pérdidas de alcohol.
3. El destilado siempre debe de ser una solución limpia y transparente o, a lo sumo, traslúcida. Muestras aromáticas pueden producir destilados lechosos y opacos. Entonces, el proceso debe de repetirse usando diferentes aditivos o diferentes cantidades de los mismos aditivos. Una vez que se obtiene un destilado satisfactorio, el proceso puede convertirse en un método normalizado para ese tipo de muestra.
4. Aditivo antiespumante. Una cantidad de reactivo de silicona antiespumante es adicionado a la cámara de destilación para prevenir la formación de espuma durante la destilación. La cantidad de reactivo requerida dependerá del tipo de muestra y del contenido de azúcar y puede variar desde 5 – 10 gotas hasta 5 mL. La mayoría de los vinos requieren las menores cantidades pero, licores muy dulces requerirán mayores volúmenes. Exceso de formación de espuma contaminará la columna de destilación y demorará el proceso de destilación.
5. En todos los casos que a continuación se reseñan la adición de antiespumante es obligatoria, a menos que otra cosa se señale.

7.2.2.2 Vinos, cócteles, bebidas preparadas y licores hasta 18 % v/v de etanol

Seguir el procedimiento general, adicionando 5 mL – 10 mL de suspensión de óxido de calcio a la muestra después que es puesta en la cámara de destilación.

7.2.2.3 Espirituosos y licores con un contenido alcohólico hasta 30 % v/v

Seguir el procedimiento general, adicionando 3 mL – 5 mL de solución mezcla de cloruro de sodio al 1 % y solución de sulfato de aluminio y potasio. Si estas muestras tienen un alto contenido de azúcar puede ocurrir la formación de espuma. Si esto sucede proceda como a continuación.

7.2.2.4 Bebidas espirituosas y licores con contenido alcohólico por encima de 30 % v/v

Cuando el contenido alcohólico es superior a 30 % v/v la muestra debe de ser diluida.

EJEMPLO 50 mL de muestra son medidos en un frasco volumétrico (Clase A), ajustando el volumen a 20 °C. Se transfieren a la cámara de destilación, se enjuaga bien el frasco con 50 mL

de agua destilada incorporándola a la cámara de destilación y se adicionan 20 mL de agua destilada y 3 mL – 5 mL de solución mezcla de cloruro de sodio 1 % con sulfato de aluminio y potasio al 12 %. El destilado es colectado en un frasco volumétrico de 100 mL de los suministrados con el destilador (Clase A), se lleva al volumen exacto de 100 mL a 20 °C adicionando agua destilada y se agita. Se mide la densidad del destilado y se determina la fortaleza alcohólica. Multiplicando por 2 el resultado se obtiene la fortaleza alcohólica de la muestra.

8 Procedimiento para la determinación del % alcohólico v/v a 20 °C por picnometría

8.1 Principio: El grado alcohólico volumétrico se obtiene midiendo por picnometría a densidad absoluta del destilado

8.2 Calibración del picnómetro

8.2.1 Determinación de la masa del picnómetro en el aire (M_a)

Enjuagar el picnómetro vacío con acetona y secarlo completamente con aire mediante succión con la aplicación de vacío. Dejarlo a temperatura ambiente por 30 minutos, taparlo y pesar en balanza con precisión de 0,1 mg para determinar el valor de M_a .

8.2.2 Determinación del valor acuoso del picnómetro (V_{ap})

Llenar el picnómetro limpio con agua destilada obtenida recientemente, tapar el picnómetro y ponerlo en un baño de agua a temperatura constante de 20 °C, con el nivel del agua por encima de la marca de aforo del picnómetro. Después de 30 minutos, quitar la tapa del picnómetro y con un tubo capilar ajustar el volumen de agua de forma tal que el fondo del menisco esté tangente a la marca del aforo. Con un pequeño rollo de papel de filtro secar el interior del cuello del picnómetro, taparlo y sumergirlo en un baño de agua a temperatura ambiente durante 15 minutos. Sacar el picnómetro del baño de agua, secarlo y dejarlo reposar por 15 minutos y entonces pesar en balanza con precisión de 0,1 mg (M_1).

La tara T_p del picnómetro vacío se calcula por: la diferencia del peso con agua y vacío,

$$T_p = M_a - (M_1 - M_a) \times 0.0012$$

Donde 0.0012 es la densidad del aire seco a 20 °C y una presión de 760 mm de Hg.

La masa de agua que contiene el picnómetro o el valor acuoso (V_{ap}) se determina por:

$$V_{ap} = M_1 - T_p$$

8.3 Determinación de la densidad del destilado (D)

Para determinar la densidad del destilado de la muestra a 20 °C se sigue el mismo procedimiento que en 8.2.2 pero utilizando el destilado en lugar de agua destilada obteniendo de esta forma la masa del destilado M_d . La densidad D del destilado se obtiene por:

$$V_a = V_{ap} \times 0,998203$$

Donde: V_a es el volumen de agua que contiene el picnómetro y 0,998203 la densidad del agua a 20 °C.

$$D = M_d / V_a$$

8.4 Determinación del % alcohólico v/v a 20 °C

Con el valor de la densidad del destilado a 20 °C (D) se busca en la tabla 2 de la NC 90-13-42 y se convierte el valor de densidad en % alcohólico v/v a 20 °C.

8.5 Características de precisión del método

La desviación típica relativa a la repetibilidad y reproducibilidad expresadas en % no deben de exceder los valores de 0,2 y 0,3 respectivamente.

9 Procedimiento para la determinación del % alcohólico v/v a 20 ° por densimetría electrónica

9.1. Principio

La densidad absoluta del líquido se determina mediante la medición electrónica del período de oscilación de un tubo vibratorio en U. Para efectuar este tipo de medición, la muestra se introduce en el sistema oscilante (tubo en U) cuya frecuencia de oscilación específica se ve consiguientemente modificada por la masa añadida.

9.2. Aparatos y equipo

Aparatos de laboratorio habituales y, en particular, los siguientes:

9.2.1 Densímetro digital

Para efectuar estas mediciones deberá emplearse un densímetro digital capaz de expresar la densidad absoluta en g/ml con una precisión de cinco decimales.

NOTA El densímetro deberá colocarse en un soporte perfectamente estable protegido de toda vibración.

9.2.2 Regulación de la temperatura

El funcionamiento del densímetro sólo será válido si la célula de medida se conecta a un dispositivo integrado de regulación térmica que permita obtener una estabilidad de temperatura de al menos $\pm 0,02$ °C.

NOTA La regulación y el control precisos de la temperatura en la célula de medida son sumamente importantes, ya que un error de 0,1 °C puede producir una variación de densidad absoluta del orden de $0,1 \text{ kg/m}^3$.

9.2.3 Jeringas para inyección de muestras o muestreador automático

9.3 Procedimiento

9.3.1 Calibración del densímetro

Al utilizarse por primera vez, el aparato deberá calibrarse siguiendo las instrucciones de su fabricante. Deberá volverse a calibrar periódicamente y compararse con un patrón de referencia certificado o con una solución de referencia interna del laboratorio ligada a un patrón de referencia certificado.

9.3.2 Determinación de la densidad absoluta de la muestra

9.3.2.1 En caso necesario y antes de realizar la medida, limpiar la célula con acetona o alcohol absoluto y secarla con aire seco. Lavar la célula con la muestra.

9.3.2.2 Inyectar la muestra en la célula (mediante una jeringa o un muestreador automático) hasta que se encuentre completamente llena. Durante la operación de llenado, comprobar que no queda ninguna burbuja de aire. La muestra deberá ser homogénea y no contener ninguna partícula sólida. Toda materia en suspensión deberá eliminarse por filtración antes del análisis.

9.3.2.3 Una vez estabilizada la lectura, anotar la densidad absoluta Rho_{20} o el grado alcohólico indicado por el densímetro.

9.3.3 Resultado

Cuando se utilice la densidad absoluta Rho_{20} calcular el grado alcohólico volumétrico real mediante las tablas de grado alcohólico que se indican a continuación:

La tabla que indica el valor del grado alcohólico volumétrico (% vol) a 20 °C en función de la densidad absoluta a 20 °C de las mezclas hidroalcohólicas es la tabla internacional adoptada por la Organización Internacional de Metrología en su Recomendación No. 22.

9.4 Expresión de los resultados

El grado alcohólico se expresa en por ciento de alcohol en volumen a 20 °C (293 K), con precisión hasta la centésima.

9.5 Características de precisión del método

9.5.1 Resultados estadísticos de estudios interlaboratorios

Los datos que se presentan a continuación se obtuvieron mediante un estudio internacional del método llevado a cabo con arreglo a procedimientos internacionalmente reconocidos, con la participación de 16 laboratorios en la Comunidad Económica Europea.

	A	B	C	D	E	F
% alcohólico volumen (medio)	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
Límite de Repetibilidad (% vol)	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Límite de Reproducibilidad (% vol)	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

A = Licores de frutas; B = Brandy; C = Whisky; D = Grappa; E = Aquavit; E = Ron

En ronnes cubanos, en un Ensayo de Aptitud internacional por comparaciones interlaboratorio y con participación de siete laboratorios, en ron Añejo Blanco y ron Añejo Oscuro, los Límites de Repetibilidad fueron de 0,18 % y 0,11 % alc en volumen respectivamente, mientras que los Límites de Reproducibilidad fueron de 0,25 y 0,31 respectivamente.

Bibliografía

- [1] Determination of Density, Alcohol Content, and Extract in Alcoholic Beverages: Summary of Collaborative Study. Junge Ch. et. all. Journal of the AOAC (Vol 70, No. 6,1987 pags. 1089-1090).
- [2] GIBERTINI ELECTRÓNICA SRL. (1997) DEE Distillation Unit. Instruction Manual. Document 60.50.131. Milano, Italy.
- [3] Official Methods of analysis of AOAC INTERNATIONAL (2000) 17th Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA Official Method 945.06; 942.06; 957.03; 982.10.
- [4] Determination of alcoholic strength by volume of spirit drinks. (2000) Official Journal of the European Communities. Vol. 43 p L333/23 – L333/33.
- [5] ANTÓN PAAR (2004). DMA 4500 / 5000. Instruction manual. Document No. XDLIB07M.fm. Ed. Anton Paar GmbH, Austria.