

NORMA VENEZOLANA

COVENIN
3045-93

PROLOGO

BEBIDAS ALCOHOLICAS DESTILADAS. ANALISIS CROMATOGRAFICO.



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



ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO DE BEBIDAS ALCOHÓLICAS DESTILADAS

3045-93

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana contempla el Método de Ensayo para determinar metanol, alcoholes superiores y ésteres en bebidas alcohólicas destiladas por medio de la cromatografía de gases, utilizando 2-butanol como standard interno. Los principales compuestos susceptibles de ron analizados por esta vía son: acetaldehído, metanol, acetato de metilo, etanol, isopropanol, acetato de etilo, propanol, isobutanol, n-butanol, 2-metil butanol, 3-metil bitanol, acetato de isoamilo, 2-butanol, furfural.

3 PRINCIPIO DEL METODO

Este método se basa en la diferencia de velocidad de migración de los componentes de una mezcla al ser arrastrados por un gas inerte, a través de una columna rellena de un material adecuado que permite bajo determinadas condiciones una separación completa entre los distintos componentes y cuya presencia se indica mediante un detector adecuado, produciendo una señal cuantificable.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

4.1 Cromatógrafo de gases equipado con un detector sensible a compuestos orgánicos, por ejemplo F.I.D.

4.2 Equipo graficador/integrador para el registro.

4.3 Columna empacada con Carbowax 20 M sobre Carbopak B AW (80-120 Mesh) u otra similar, que permita una adecuada separación.

4.4 Jeringa de 10 μ ml

4.5 Equipo volumétrico de Laboratorio.

5 REACTIVOS

5.1 REACTIVOS

5.1.1 Metanol de alta pureza

5.1.2 Acetato de Metilo de alta pureza

5.1.3 Etanol de alta pureza

5.1.4 Isopropanol de alta pureza

5.1.5 Acetato de Etilo de alta pureza

5.1.6 Propanol de alta pureza

5.1.7 2-Butanol de alta pureza

5.1.8 Iso-Butanol de alta pureza

5.1.9 n-Butanol de alta pureza

5.1.10 2-Metil Butanol de alta pureza

5.1.11 3-Metil butanol de alta pureza

5.1.12 Acetato de Isoamilo de alta pureza

5.1.13 Furfural de alta pureza

5.2 PATRONES

5.2.1 Solución standard stock-A

Se prepara disolviendo las siguientes cantidades de compuestos puros en un balón aforado de 50 ml y enrasando con etanol al 40%.

Acetaldehído	2,0 ml
Metanol	1,0 ml
Acetato de Metilo	1,0 ml
I-Propanol	1,0 ml
Acetato de Etilo	1,0 ml
N-Propanol	2,0 ml
I-Butanol	1,0 ml
N-Butanol	1,0 ml
2-Metilbutanol	1,0 ml
3-Metilbutanol	3,0 ml
Acetato de Isoamilo	1,0 ml
Furfural	1,0 ml

Se registran los pesos de todos compuestos en la **Tabla 1** para determinar la composición.

5.2.2 Solución Stock standard interno B

Tome 10 ml de 2-Butanol en un balón aforado de 100 ml y enrase con etanol, registre los pesos en la **tabla 1**.

5.2.3 Solución para factor de respuesta RF-D

Tome 1 ml de la solución A y 1 ml de la solución B y agréguelos en un balón aforado de 100 ml, enrase con etanol al 40%, registre los pesos en la **tabla 2**.

5.2.4 Solución de trabajo standard interno C

Tome 10 ml de la solución B y 15 ml de agua (para ajuste de grado) en un balón aforado de 100 ml, enrase con etanol al 40%, registre los pesos en la **tabla 2**.

5.2.5 Solución patrón de Control de Calidad E

5.2.5.1 Para mantener la continuidad analítica, se preparará una solución patrón utilizando la solución A, diluyendo 1 ml hasta 100 ml con etanol al 40%.

5.2.5.2 Tome 4,5 ml de la solución E un vial previamente pesado y añada 0,5 ml de la solución standard interno C, registre los pesos de cada solución en la tabla 3. Analice esta solución y compare las concentraciones calculadas con las halladas experimentalmente.

5.2.5.3 El procedimiento de cálculo de concentraciones se explica en el apéndice.

Nota 1: Es conveniente añadir una pequeña cantidad de etanol al 40% al balón antes de agregar los demás componentes que constituyen el patrón, para crear una atmósfera interna que disminuya la evaporación de los demás componentes. Las pesadas deben hacerse en balones cerrados para minimizar las pérdidas.

Nota 2: Es muy importante que todas las soluciones y muestras sean vigorosamente agitadas durante la preparación de los patrones.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 CONDICIONES CROMATOGRÁFICAS:

Fase Estacionaria: 6,6% Carbowax 20 M
Soporte: Carbowax B AW (80 120 Mesh)
Longitud de Columna: 2 m
Diámetro Interno: 2 mm
Flujo de Nitrógeno: 10 ml/min
Volumen de inyección: 15 µl
Temperatura inicial: 70 °C x 1 min
Temperatura final: 170°C
Rampa de Calentamiento: 60°C/min
Tiempo final: 1 min
Temperatura de inyección: 160°C
Temperatura del detector: 250°C

6.2 PREPARACION DE LA MUESTRA:

6.2.1 Tome 4,5 ml de la muestra y 0,5 ml de la solución C o cualquier otras cantidades que mantengan la misma relación, en un vial previamente pesado, agite vigorosamente y registre los pesos.

6.2.2 Recuerde que todas las muestras deben estar claramente identificadas. Una vez preparadas las muestras se procede al análisis cromatográfico, tomando en cuenta que cada set de muestras debe contener un vial con la solución D y otro con la solución E, al principio y al final del mismo.

6.3 CALCULOS

6.3.1 Factores de respuesta (RF)

Estos se calculan a partir del cromatograma de la solución D de la siguiente forma:

$$RF = \frac{SI}{AC} \times \frac{CC}{CSI}$$

Donde:

RF = Factor de Respuesta

SI = Standard Interno

AC = Area del Pico del Compuesto

CC = Concentración de 4l Compuesto en ppm

CSI = Concentración del Standard Interno en ppm

6.3.2 Concentración de los Componentes de la Solución E

$$CC = \frac{AC}{ASI} \times \frac{PSI}{PM} \times CSI \times RF$$

Donde:

CC = Concentración del Compuesto en ppm

AC = Area del pico del compuesto

ASI = Area del pico del Standard Interno

PSI = Peso del Standard Interno

CSI = Concentración del Standard Interno

PM = Peso de la muestra

RF = Factor de respuesta

Para convertir estos resultados de ppm a mg/100 ml AA se procede como sigue:

$$C = CC \times d \times \frac{10}{FR}$$

Donde:

C = Concentración del Compuesto en mg/100 ml de Alcohol Anhídrico

CC = Concentración del Compuesto en ppm

d = Densidad

10/FR = Factor de conversión para pasar de mg/l a mg por 100 ml de Alcohol Anhídrico.

6.3.3 Concentración de los componentes de la muestra:
Se procede igual que en el apnte anterior.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Calculo de las concentraciones en ppm (peso/peso):

CC = Concentración del Compuesto en ppm

PC = Peso del Compuesto

PTS = Peso Total de la Solución

7.2 Cálculo de las concentraciones en ppm, cuando se diluye una solución (1) para obtener una solución (2):

$$Cd = \frac{P_1}{PT_1} \times \frac{P_{1,2}}{PT_2} \times 10$$

Donde :

Cd = Concentración de un compuesto en la solución diluída en ppm

P₁ = Peso del compuesto en la solución 1

PT₁ = Peso Total de la solución 1

P_{1,2} = Peso de la Solución 1 en la Solución 2

PT₂ = Peso total de la Solución 2

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 cual se realizó el ensayo y nombra del Analista.

8.1.3 Identificación de la muestra.

8.1.4 Resultado del Ensayo (los valores obtenidos se podrán reportar en los formatos contenidos en los anexos (1-4).

8.1.5 Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

International Technological Services. Chromatographic Method, Revision Diciembre 92.

Harold M., Mc Nair. 1981. O.E.A. Cromatografía de Gases. Washington, D.C.

ANEXO 1

SOLUCIONES STANDARD

ANALISTA :		FECHA:
SOLUCION ESTANDAR STOCK (A)		
COMPUESTO	VOLUMEN (ml)	PESO (gr)
Peso del Balón	----	
Acetaldehído	2	
Metanol	1	
Acetato de Metilo	1	
I-Propanol	1	
Acetato de Etilo	1	
n-Propanol	2	
i-Butanol	1	
n-Butanol	1	
2-metilbutanol	1	
3-metilbutanol	3	
Acetato de Isoamilo	1	
Furfural	1	
Peso total, llevado a 100 ml	----	
SOLUCION STOCK DE STANDARD INTERNO (B)		
COMPUESTO	VOLUMEN	PESO (gr)
Peso del Balón	----	
2-Butanol	10	
peso total, llevado a 100 ml	----	

ANEXO 2
SOLUCIONES DE TRABAJO

ANALISTA		FECHA
SOLUCION DE TRABAJO DE ESTANDAR INTERNO (C)		
COMPUESTO	VOLUMEN (ml)	PESO (gr)
Peso del Balón	----	
Solución Standard stock de 2-butanol (B)	10	
Agua	15	
Peso total llevado a 100 ml	----	

SOLUCION PARA FACTOR DE RESPUESTA (RF) (D)				
COMPUESTO	VOLUMEN ml	PESO gr	CONC ppm	RF
Peso del balón	----			
Solución A	1			
Solución B	1			
Peso total llevado a ml	----			
Etanol 40%				
2-butanol (ISTD)				
Acetaldehido				
Metanol				
Acetato de Metilo				
I-Propanol				
Acetato de etilo				
n-Propanol				
Isobutanol				
n-Butanol				
2-metil butanol				
3-metil butanol				
Acetato de Isoamilo				
Furfural				

ANEXO 3

SOLUCIONES ESTANDAR DE CONTROL DE CALIDAD

ANALISTA:		FECHA:
STANDARD DE CONTROL DE CALIDAD SOLUCION (E)		
COMPUESTO	VOLUMEN (ml)	PESO (gr)
Peso del balón	---	
Solución A	1	
Peso total llevado a 100 ml	---	
STANDARD DE CONTROL DE CALIDAD SOLUCION (E) CON SOLUCION (C)		
COMPUESTO	VOLUMEN (ml)	PESO (gr)
Solucion E	4,5	
Solución C	0,5	
CONCENTRACIONES EN LA SOLUCION DE STANDARD DE CONTROL DE CALIDAD		
COMPUESTO	CONCENTRACION TEORICA	CONCENTRACION MEDIDA
2-butanol (ISTD)		
Acetaldehido		
Metanol		
Acetato de Metilo		
I-Propanol		
Acetato de Etilo		
n-Propanol		
Isobutanol		
2-metil butanol		
3-metil butanol		
Acetato de Isoamilo		
Furfural		

ANEXO 4

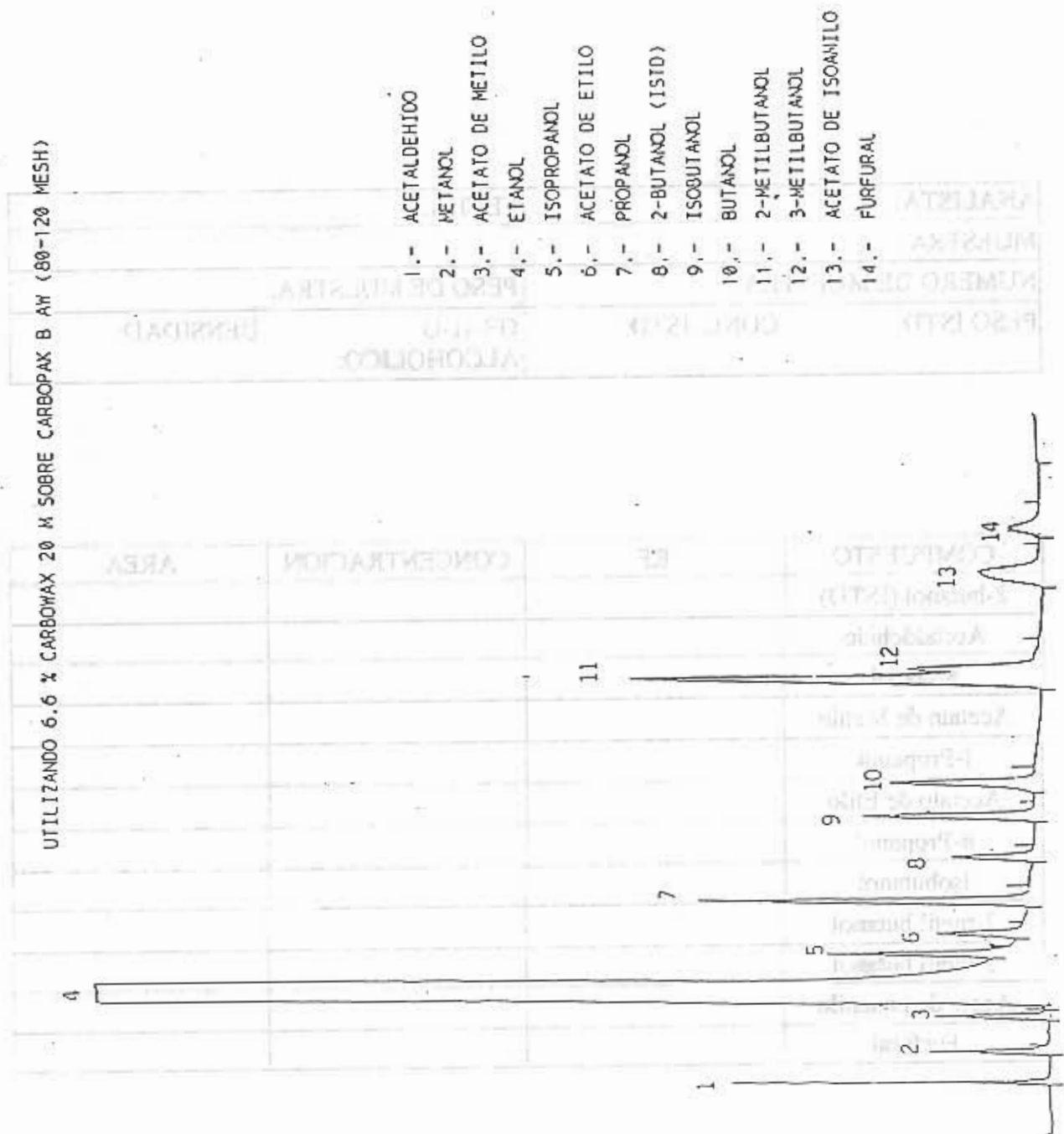
REPORTE DE RESULTADOS

ANALISTA:		FECHA:	
MUESTRA:			
NUMERO DE MUESTRA:		PESO DE MUESTRA:	
PESO ISTD:	CONC. ISTD:	GRADO ALCOHOLICO:	DENSIDAD:

COMPUESTO	RF	CONCENTRACION	AREA
2-butanol (ISTD)			
Acetaldehido			
Metanol			
Acetato de Metilo			
I-Propanol			
Acetato de Etilo			
n-Propanol			
Isobutanol			
2-metil butanol			
3-metil butanol			
Aceto de Isoamilo			
Furfural			

análisis cromatográfico de ron

UTILIZANDO 6.6 % CARBOWAX 20 M SOBRE CARBOPAX B AH (80-120 MESH)



- 1.- ACETALDEHIDO
- 2.- METANOL
- 3.- ACETATO DE METILO
- 4.- ETANOL
- 5.- ISOPROPANOL
- 6.- ACETATO DE ETILO
- 7.- PROPANOL
- 8.- 2-BUTANOL (ISID)
- 9.- ISOBUTANOL
- 10.- BUTANOL
- 11.- 2-METILBUTANOL
- 12.- 3-METILBUTANOL
- 13.- ACETATO DE ISOANILO
- 14.- FURFURAL

AREA	CONCENTRACION	RET.
		1
		2
		3
		4
		5
		6
		7
		8
		9
		10
		11
		12
		13
		14

COVENIN
3045-93

CATEGORIA
C

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: 663.5:545.844: 547.26

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

ISBN:980-06-1166-5

Descriptor: Cromatografía en fase gaseosa, Bebidas alcohólicas