

NORMA VENEZOLANA

COVENIN
3169:1995

BEBIDAS ALCOHOLICAS. DETERMINACION DE HIERRO.



CAMARA DE LA INDUSTRIA VENEZOLANA DE ESPECIES ALCOHOLICAS



COVENIN
318129

NORMA
VENEZOLANA

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 bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización CT10: **Productos Alimenticios**, por el Subcomité Técnico SC12: **Productos Diversos** a través del convenio de cooperación suscrito entre la **CAMARA DE LA INDUSTRIA VENEZOLANA DE ESPECIES ALCOHOLICAS "CIVEA"** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por la COVENIN en su reunión No 134 de fecha 14-06-95.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: M.S.A.S. DIRECCION DE HIGIENE DE LOS ALIMENTOS, INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE, INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION, CIVEA, LICORERIAS UNIDAS, RON SANTA TERESA, UNITED DISTILLERS, MINISTERIO DE HACIENDA DIRECCION DE RENTA INTERNA.



CAMARA DE LA INDUSTRIA VENEZOLANA DE ESPECIES ALCOHOLICAS

NORMA VENEZOLANA
BEBIDAS ALCOHOLICAS
DETERMINACION DE HIERRO

COVENIN
3169:1995

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana contempla los métodos (colorimétrico y absorción atómicas), para la determinación de hierro en bebidas alcohólicas.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa.

3 PRINCIPIO

3.1 Método Colorimétrico: El hierro oxidado por el peróxido de hidrógeno, se combina con el ion tiocianato en medio ácido, para formar complejos de color rojo sangre susceptibles de una determinación espectrofotométrica.

3.2 Método por absorción atómica: El contenido de hierro en la muestra se determina por la relación lineal que existe entre la concentración de hierro y la absorbancia de la solución a una longitud de onda determinada.

4 APARATOS

4.1 METODO COLORIMETRICO

4.1.1 Espectrofotómetro con luz visible (a una longitud de onda de 490 nm), con celdas de vidrio.

4.1.2 Balones aforados de 100, 200 y 1000 ml.

4.1.3 Embudos de separación de 60 ml.

4.1.4 Embudos tallo corto.

4.1.5 Pipetas volumétricas de 1, 2, 3, 4, 5 y 10 ml.

4.1.6 Pipetas Pasteur.

4.1.7 Papel de filtro Whatman No. 4 ó 5.

4.1.8 Cilindro graduado de 100 ml.

4.1.9 Tubos de ensayo de 20 ml.

4.1.10 Beaker de 100 ml.

4.2 METODO POR ABSORCION ATOMICA

4.2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica.

4.2.2 Material volumétrico de laboratorio.

5 REACTIVOS

5.1 METODO COLORIMETRICO

5.1.1 Acido clorhídrico concentrado (HCl)

5.1.2 Tiocianato de potasio (KSCN)

5.1.3 Peróxido de hidrógeno 50 volúmenes (H₂O₂).

5.1.4 Acetato de etilo (o éter de petróleo, o acetato de amilometanol).

5.1.5 Hierro metálico en polvo (grado reactivo).

NOTA: El acetato de etilo puede ser remplazado por éter de petróleo (exento de peróxido), o por una mezcla (2:1) de acetato de amilo: metanol.

5.2 PREPARACION DE REACTIVOS

5.2.1 Acido clorhídrico 3 N: Medir 50 ml de HCl concentrado (D=1,184, 35-38%) en un cilindro de 100 ml (agregarlos lentamente con agitación en un balón aforado de 200 ml que contiene agua desmineralizada, enfriar a temperatura ambiente y enrasar con agua desmineralizada.

5.2.2 Solución de tiocianato de potasio al 20%: Pesar 40 g ± 0,1 g de tiocianato de potasio, trasvasar a balón aforado de 200 ml, añadir agua desmineralizada, disolver, esperar a que alcance temperatura ambiente, enrasar con agua desmineralizada.

5.2.3 Solución patrón de hierro (1090 ppm): En un beaker de 100 ml, pesar 1g +/- 0,0001 g de hierro metálico en polvo (grado reactivo). Adicionar al beaker 20 ml de ácido clorhídrico 3 N, disolver el hierro (calentar si es necesario). Transferir a balón aforado de 1000 ml, enrasar con agua desmineralizada.

5.3 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

Se preparan los patrones de hierro a partir de la solución patrón de hierro, utilizar para ello la siguiente tabla:

VOLUMEN DE SOLUCION PATRON DE HIERRO (ml)	VOLUMEN FINAL DE ENRASE (ml)	CONCENTRACION FINAL DEL PATRON (ppm de Fe)
1 ml	200 ml	0,5 ppm de Fe
1 ml	100 ml	1 ppm de Fe
2 ml	100 ml	2 ppm de Fe
3 ml	100 ml	3 ppm de Fe
4 ml	100 ml	4 ppm de Fe
5 ml	100 ml	5 ppm de Fe
10 ml	100 ml	10 ppm de Fe

Tratar los patrones como si fueran muestras.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 METODO COLORIMETRICO (HIERRO TOTAL)

- 6.1.1 Medir con pipeta volumétrica, 10 ml de muestra.
- 6.1.2 Transferir a embudo de separación de 60 ml.
- 6.1.3 Agregar 2 ml de ácido clorhídrico 3 N.
- 6.1.4 Adicionar 1 ml de solución de tiocianato de potasio al 20%.
- 6.1.5 Añadir 5 gotas de peróxido de hidrógeno.
- 6.1.6 Agregar 10 ml de acetato de etilo.
- 6.1.7 Agitar para mezclar las dos fases sin emulsionar y dejar decantar por 5 minutos.
- 6.1.8 Añadir de nuevo 10 ml de acetato de etilo.
- 6.1.9 Agitar de nuevo y dejar decantar por 5 minutos.
- 6.1.10 Separar la fase coloreada (superior).
- 6.1.11 Filtrar la fase coloreada (superior), a través de papel de filtro impregnado con acetato de etilo.
- 6.1.12 Medir en un espectrofotómetro con luz visible a una longitud de onda de 490 nm.

6.1.13 Para calibrar al 100% de transmitancia, preparar un blanco con todos los reactivos, añadiendo 10 ml de agua desmineralizada en lugar de la muestra.

6.2 METODO COLORIMETRICO (HIERRO TRIVALENTE)

6.2.1 Se siguen los mismos pasos que para la determinación de hierro total, con la excepción del paso 6.1.5, e n su lugar se añaden 5 gotas de agua desmineralizada.

6.3 METODO POR ABSORCION ATOMICA

6.3.1 Ajustar el equipo a 248,3 nm y el ancho de rendija a 0,2 mm.

6.3.2 Calibrar con patrones de hierro entre 0 ppm y 20 ppm (Hacer gráfica de absorbancia vs. concentración).

6.3.3 Leer la absorbancia de la muestra a 248,3 nm.

6.3.4 Interpolarse en la curva de calibración para determinar la concentración de la muestra.

6.3.5 Si la muestra tiene más de 20 ppm diluirla con agua destilada para que esté dentro del rango.

7 EXPRESION DE RESULTADOS

7.1 METODO COLORIMETRICO

7.1.1 Graficar los valores de absorbancia de cada patrón frente a la concentración de éstos, obteniéndose la ecuación de la recta respectiva:

$$y = b + m \cdot x$$

Donde:

- m = Pendiente
- b = Punto de corte con el eje y
- x = C = Concentración en partes por millón
- y = A = Absorbancia calculada a partir de las tablas respectivas

Despejando la concentración, se tiene:

$$C = \frac{A - b}{m}$$

8 INFORME

8.1 El informe del ensayo debe contener como mínimo la siguiente información:

8.1.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN, correspondiente.

8.1.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo y nombre del analista.

8.1.3 Identificación de la muestra.

8.1.4 Resultados del ensayo.

BIBLIOGRAFIA

- "Ministerio de Agricultura de España": Métodos Oficiales de Análisis de Productos derivados de la uva. Vino, Pág. 74-75, Madrid 1974.
- "Amerine Ouga": Análisis de Vinos y Mostos. Pag. 129. Editorial Acribia. Zaragoza. España 1976.
- Manual de manejo del VARIAN AA-275.1984

COVENIN
3169:1995

CATEGORIA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Tel. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS

publicación de:



ICS: 67.160.10

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

ISBN: 980-06-1503-2

Descriptor: Bebidas alcohólicas, hierro, ensayo.