

Norma Técnica Ecuatoriana Voluntaria	BEBIDAS ALCOHOLICAS DETERMINACION DEL METANOL	INEN 347  1978-03
<p style="text-align: center;"><b>1. OBJ ETO</b></p> <p><b>1.1</b> Esta norma tiene por objeto establecer el método para determinar el contenido de metanol en bebidas alcohólicas destiladas.</p> <p style="text-align: center;"><b>2. RESUMEN</b></p> <p><b>2.1</b> Determinar espectrofotométricamente el contenido de metanol en bebidas alcohólicas, usando ácido cromotrópico.</p> <p style="text-align: center;"><b>3. INSTRUMENTAL</b></p> <p><b>3.1</b> Aparato para destilación (ver figura 1), compuesto por:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) matraz de destilación, con fondo redondo y de 1 000 cm<sup>3</sup> de capacidad</li> <li>b) malla de asbesto</li> <li>c) fuente eléctrica de calentamiento, con regulador de temperatura,</li> <li>d) tubo de vidrio delgado, de 6 mm de diámetro interno aproximadamente y de 30 mm x 300 mm x 150 mm, dimensiones:</li> <li>e) refrigerante de Liebig, de longitud igual o mayor a 400 mm,</li> <li>f) tubo de vidrio adecuado para dirigir el destilado al recipiente colector,</li> <li>g) matraz volumétrico de 250 cm<sup>3</sup></li> <li>h) baño de agua, con hielo, en el que debe sumergirse el matraz volumétrico.</li> </ul> <p><b>3.2</b> <i>Espectrofotómetro</i></p> <p><b>3.3</b> <i>Pipeta volumétrica, de 1 y 2 cm<sup>3</sup></i></p> <p><b>3.4</b> <i>Matraz volumétrico, de 50 cm<sup>3</sup> y de 250 cm<sup>3</sup></i></p> <p><b>3.5</b> Baño de agua, con temperatura constante en 15 °± 0,5 °C, de profundidad igual o superior a 30 cm.</p> <p><b>3.6</b> <i>Termómetro</i>, graduado en décimas de grado Celsius (°C).</p> <p style="text-align: center;"><b>4. REACTIVOS</b></p> <p><b>4.1</b> <i>Solución de permanganato de potasio.</i> Disolver 3,0 g de permanganato de potasio y 15 cm<sup>3</sup> de ácido fosfórico, en 100 cm<sup>3</sup> de agua destilada. La solución debe prepararse mensualmente.</p> <p><b>4.2</b> <i>Solución de ácido cromotrópico,</i> Solución acuosa al 5% que puede prepararse con el ácido o la sal sódica, semanalmente. Debe filtrarse si no es clara. Para purificación del ácido cromotrópico, ver Anexo A.</p>		

**4.3** *Bisulfito de sodio, seco.*

**4.4** *Acido su sulfúrico, al 98 %, reactivo para análisis.*

**4.5** *Alcohol etílico absoluto, reactivo para análisis.*

**4.6** *Solución patrón efe metanol.* Debe contener 0,025 % en volumen de metanol en alcohol etílico al 5,5%.

**4.7** *Agua destilada.*

**4.8** *Alcohol metílico*

## **5. REPARACION DE LA MUESTRA**

**5.1** Lavar cuidadosamente el equipo para destilación con agua destilada y proceder a armarlo.

**5.2** Enjuagar el matraz con una porción de la muestra de bebida alcohólica y luego llenarlo con la muestra, hasta sobrepasar la marca de 250 cm<sup>3</sup>; tapar el matraz.

**5.3** Colocar el matraz en el baño de agua a temperatura constante de 15° ± 0,5° C, durante 20 min, y retirar el exceso de muestra que sobrepasa la marca utilizando una pipeta, hasta obtener el volumen exacto de 250 cm<sup>3</sup>.

**5.4** Transferir el contenido al matraz del aparato de destilación y lavar con tres porciones de 10 cm<sup>3</sup> de agua destilada, recogiendo el agua de lavado en el mismo matraz del aparato de destilación. Añadir núcleos de ebullición.

**5.5** Destilar lentamente la muestra recogiendo el condensado en un matraz volumétrico de 250 cm<sup>3</sup>, al que se ha añadido 10 cm<sup>3</sup> de agua destilada, hasta que se haya recogido 220 cm<sup>3</sup> aproximadamente.

**5.6** Colocar el matraz en un baño de agua a temperatura constante de 15° ± 0,5°C, durante 20 min, y luego añadir cuidadosamente agua destilada a 15°C, hasta completar el volumen de 250 cm<sup>3</sup> homogeneizar.

**5.7** Diluir o ajustar la muestra a una concentración alcohólica comprendida entre 5 y 6%.

**5.8** Si el contenido de metanol en la muestra es superior a 0,05%, diluir con 5,5% de alcohol etílico.

**5.9** Si el contenido de metanol en la muestra es inferior a 0,05%, colocar 200 cm<sup>3</sup> de muestra en el destilador de fraccionamiento y destilar durante 15 min con una razón de reflujo alta (de por lo menos 20:1), recogiendo 10 cm<sup>3</sup> de destilado; llevar a volumen de 160 cm<sup>3</sup> con agua destilada.

## **6. PROCEDIMIENTO**

**6.1** La determinación debe efectuarse por duplicado sobre la misma muestra preparada.

**6.2** Colocar 2 cm<sup>3</sup> de solución de permanganato de potasio en un matraz volumétrico de 50 cm<sup>3</sup> y enfriar en un baño de agua con hielo.

**6.3** Añadir 1 cm<sup>3</sup> de la muestra preparada y dejar en reposo, dentro del baño helado, durante 30 min.

**6.4** Decolorar con una pequeña porción de bisulfito de sodio seco y adicionar 1 cm<sup>3</sup> de la solución de ácido cromotrópico.

**6.5** Añadir 15 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico, lentamente y con agitación; luego, colocar en un baño de agua caliente (60° a 75°C) durante 15 min; enfriar.

**6.6** Adicionar agua destilada hasta tener aproximadamente 50 cm<sup>3</sup>; mezclar y llevar a volumen con agua destilada a temperatura ambiente.

**6.7** Determinar la absorbancia (A) a 575 nm, con respecto a una referencia de alcohol etílico al 5,5%, tratado similarmente.

**6.8** Tratar la solución patrón de metanol en igual forma y determinar la absorbancia (A<sub>1</sub>).

## 7. CÁLCULOS

**7.1** El contenido del metanol en bebidas alcohólicas se determina mediante la ecuación siguiente:

$$M = 0,025 \frac{A}{A_1} \times f$$

Siendo:

*M* = contenido de metanol en la muestra, en porcentaje de volumen.

*A* = absorbancia correspondiente a la muestra.

*A*<sub>1</sub> = absorbancia correspondiente a la solución patrón de metanol.

*f* = factor de dilución de la muestra.

## 9. ERRORES DE MÉTODO

**9.1** La diferencia entre los resultados de una determinación efectuada por duplicado no debe exceder del 2%; en caso contrario, debe repetirse la determinación.

## 10. INFORME DE RESULTADOS

**10.1** Como resultado final, debe reportarse la media aritmética de los resultados de la determinación.

**10.2** En el informe de resultados, deben indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma, o considerada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

**10.3** Deben incluirse todos los detalles para la completa identificación de la muestra.

**ANEXO A****PURIFICACIÓN DEL ACIDO CROMOTROPICO**

**A.1** Si la absorbancia de un ensayo en blanco es superior a 0,05, debe purificarse el reactivo en la forma indicada a continuación.

**A.2** Disolver 10 g de ácido cromotrópico o su sal en 25 cm<sup>3</sup> de agua destilada; deben agregarse 2 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico a la solución acuosa de la sal para obtener ácido libre.

**A.3** Agregar 50 cm<sup>3</sup> de metanol, calentar hasta el inicio de la ebullición y filtrar

**A.4** Añadir 100 cm<sup>3</sup> de isopropanol para precipitar el ácido cromotrópico libre.

**A.5** Puede añadirse más isopropanol para aumentar el rendimiento en la producción del ácido purificado.

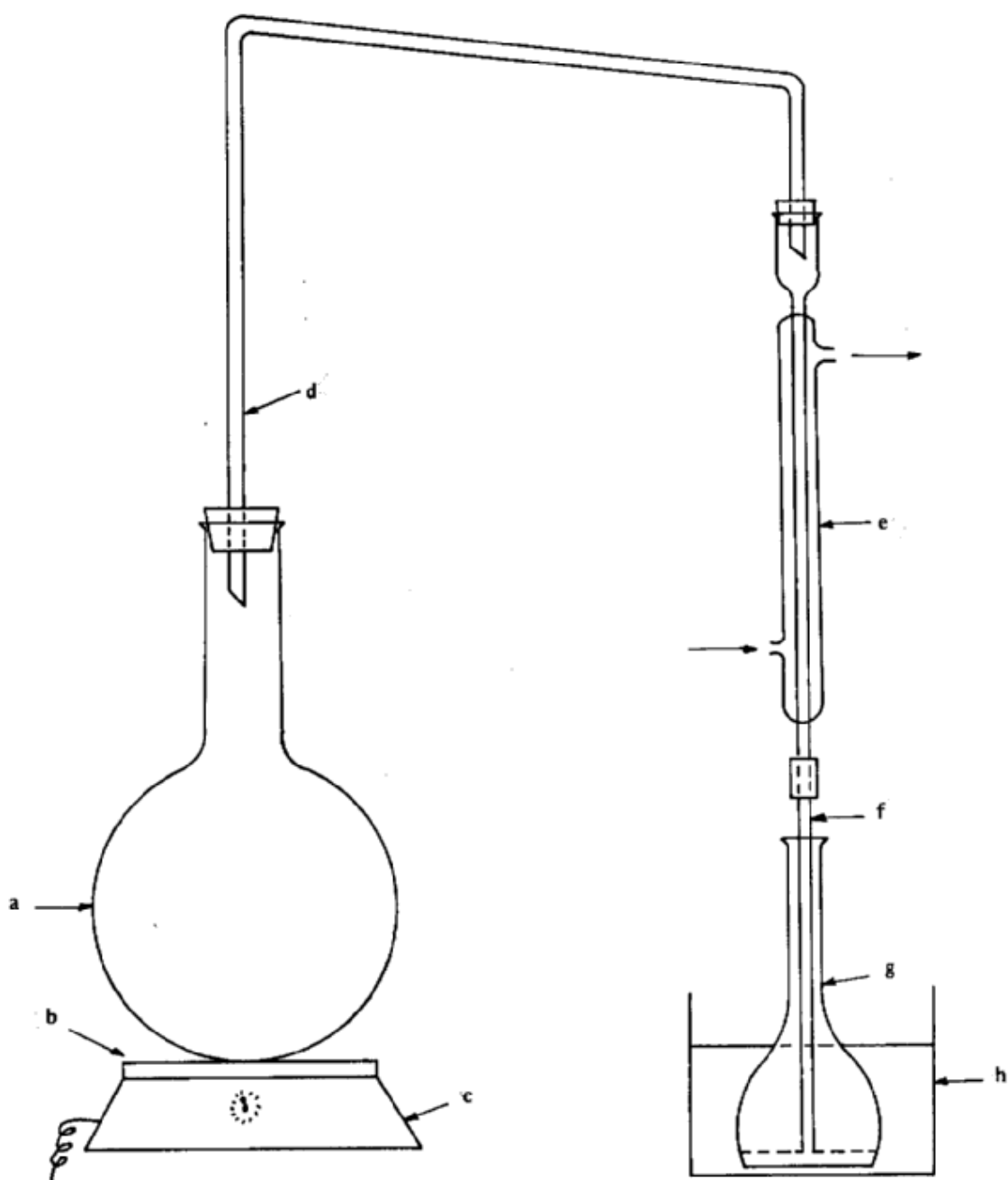


FIGURA 1. Aparato para destilación

**APENDICE Z****Z.1 NORMAS A CONSULTAR**

Esta norma no requiere de otras para su aplicación.

**Z.2 NORMAS PUBLICADAS SOBRE EL TEMA**

- INEN 338 *Bebidas alcohólicas. Terminología.*
- INEN 339 *Bebidas alcohólicas. Muestreo.*
- INEN 340 *Bebidas alcohólicas. Determinación del grado alcohólico.*
- INEN 341 *Bebidas alcohólicas. Determinación de la acidez.*
- INEN 342 *Bebidas alcohólicas. Determinación de ésteres.*
- INEN 343 *Bebidas alcohólicas. Determinación de aldehídos.*
- INEN 344 *Bebidas alcohólicas. Determinación de furfural.*
- INEN 345 *Bebidas alcohólicas. Determinación de alcoholes superiores.*
- INEN 346 *Bebidas alcohólicas. Determinación del extracto seco.*
- INEN 348 *Bebidas alcohólicas. Determinación de cenizas.*
- INEN 349 *Bebidas alcohólicas. Determinación de la densidad relativa.*
- INEN 350 *Bebidas alcohólicas. Ensayo de catado.*
- INEN 351 *Bebidas alcohólicas. Determinación de potasio en vinos.*
- INEN 352 *Bebidas alcohólicas. Determinación de fosfatos en vinos.*
- INEN 353 *Bebidas alcohólicas. Determinación de cloruros en vinos.*
- INEN 354 *Bebidas alcohólicas. Determinación de sulfatos en vinos.*
- INEN 355 *Bebidas alcohólicas. Determinación de glicerina en vinos.*
- INEN 356 *Bebidas alcohólicas. Determinación de anhídrido sulfuroso total en vinos.*
- INEN 357 *Bebidas alcohólicas. Determinación de anhídrido sulfuroso libre en vinos.*
- INEN 358 *Bebidas alcohólicas. Determinación de azúcares totales por inversión.*
- INEN 359 *Bebidas alcohólicas. Determinación del espacio libre.*
- INEN 360 *Bebidas alcohólicas. Determinación del grado alcohólico en vinos.*
- INEN 361 *Bebidas alcohólicas. Determinación de ácido cianhídrico.*
- INEN 362 *Bebidas alcohólicas. Aguardiente de caña. Requisitos.*
- INEN 363 *Bebidas alcohólicas. Ron. Requisitos.*
- INEN 364 *Bebidas alcohólicas. Ginebra. Requisitos.*
- INEN 365 *Bebidas alcohólicas. Whisky. Requisitos.*
- INEN 366 *Bebidas alcohólicas. Coñac. Requisitos.*
- INEN 367 *Bebidas alcohólicas. Gin. Requisitos.*
- INEN 368 *Bebidas alcohólicas. Pisco. Requisitos.*
- INEN 369 *Bebidas alcohólicas. Vodka. Requisitos.*
- INEN 370 *Bebidas alcohólicas. Anisado. Requisitos.*
- INEN 371 *Bebidas alcohólicas. Vinos. Terminología.*
- INEN 372 *Bebidas alcohólicas. Vino. Requisitos.*
- INEN 373 *Bebidas alcohólicas. Vinos. Clasificación.*
- INEN 374 *Bebidas alcohólicas. Vino de frutas. Requisitos.*

### Z.3 BASES DE ESTUDIO

Norma Argentina IRAM 14 516. *Bebidas alcohólicas destiladas. Método de determinación de ésteres, metanol, aldehídos, furfural y alcoholes superiores.* Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Buenos Aires, 1970.

Norma Chilena NCh 676 E 70. *Bebidas alcohólicas. Determinación de metanol.* Instituto Nacional de Investigaciones Tecnológicas y Normalización. Santiago, 1970.

Norma Colombiana ICONTEC 286. *Análisis de alcohol etílico. Determinación de metanol.* Instituto Colombiano de Normas Técnicas. Bogotá, 1960.

Norma Argentina IRAM 14 513. *Vinos. Método de determinación de metanol.* Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Buenos Aires, 1960.

Villavecchia V. *Química Analítica Aplicada.* Tomo 2. Editorial Gustavo Gili. Barcelona, 1963.

Winton y Winton, *Análisis de alimentos.* Editorial Hispano Americana. Barcelona, 1958.

## INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

<b>Documento:</b> NTE INEN 347	<b>TÍTULO:</b> BEBIDAS ALCOHÓLICAS. DETERMINACIÓN DE METANOL	<b>Código:</b> AL 04.02-308
-----------------------------------	--	--------------------------------

<b>ORIGINAL:</b> Fecha de iniciación del estudio:	<b>REVISIÓN:</b> Fecha de aprobación anterior por Consejo Directivo Oficialización con el Carácter de por Acuerdo No. publicado en el Registro Oficial No.  Fecha de iniciación del estudio:
--	--

Fechas de consulta pública: 1975 -11 - 07 a 1975-12-22

Subcomité Técnico: AL 04.02 **Bebidas Alcohólicas**

Fecha de iniciación:

Fecha de aprobación: 1976-12-28

Integrantes del Subcomité Técnico:

### NOMBRES:

Ing. Carlos Valencia  
 Sr. Rene Arboleda  
 Sr. Luis Burgos  
 Ing. Antonio J. Mendoza  
 Dr. Edmundo Betancourt  
 Srta. Rita Abedrabo  
 Ing. Miguel Campaña

Dr. Patricio Jarrín  
 Dr. Teodoro Vega  
 Dra. Iclea de Rodríguez  
 Dr. Hugo Lupera  
 Sr. Guillermo Kubes  
 Sr. Luis E. Larrea  
 Sr. Segundo Santana  
 Dr. Víctor Amancha  
 Sr. Luis Zapata  
 Econ. Marco Alvarez  
 Dra. Leonor Orozco  
 Dr. José Muñoz  
 Dr. Edison Jiménez  
 Dr. Arturo Crespo  
 Dr. Jorge Reyes  
 Sr. Eduardo Larrea  
 Sr. Francisco Salvador  
 Dr. Ulpiano Torres  
 Ing. Eduardo Bustamante

### INSTITUCIÓN REPRESENTADA:

DIRECCIÓN DE ALCOHOLES  
 FABRICA MARTELLY  
 PACIFIC CIA. LTDA.  
 LICORESA  
 INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION  
 ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL  
 ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA-  
 UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR  
 CENDES  
 DESARROLLO AGROPECUARIO-UZHUPUD  
 INSTITUTO IZQUIETA PÉREZ  
 INSTITUTO DE NUTRICIÓN  
 FABRICA MORAVIA  
 LICOREROS DE RIOBAMBA  
 LICORERA I.L.A.  
 DIRECCIÓN DE ALCOHOLES  
 LICOREROS DE IMBABURA  
 DIRECCIÓN DE ALCOHOLES  
 INEN  
 COLEGIO DE QUÍMICOS DE PICHINCHA  
 JEFATURA DE SALUD DE PICHINCHA  
 EMBOTELLADORA AZUAYA  
 DIRECCIÓN NACIONAL DE SALUD  
 LICORES RIOBAMBA  
 DESTILERÍA NACIONAL ILREPSA  
 VINALCO  
 EMPRESA DE ALCOHOLES DEL ESTADO

Otros trámites: ♦<sup>4</sup> Esta norma sin ningún cambio en su contenido fue **DESREGULARIZADA**, pasando de **OBLIGATORIA a VOLUNTARIA**, según Resolución de Consejo Directivo de 1998-01-08 y oficializada mediante Acuerdo Ministerial No. 235 de 1998-05-04 publicado en el Registro Oficial No. 321 del 1998-05-20

El Consejo Directivo del INEN aprobó este proyecto de norma en sesión de 1978-03-09

Oficializada como: **Obligatoria**  
**Registro Oficial No. 704 del 1978-11-06**

Por Acuerdo Ministerial No. 1131 del 1978-10-05



---

**Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN - Baquerizo Moreno E8-29 y Av. 6 de Diciembre  
Casilla 17-01-3999 - Telfs: (593 2)2 501885 al 2 501891 - Fax: (593 2) 2 567815  
Dirección General: E-Mail: [direccion@inen.gov.ec](mailto:direccion@inen.gov.ec)  
Área Técnica de Normalización: E-Mail: [normalizacion@inen.gov.ec](mailto:normalizacion@inen.gov.ec)  
Área Técnica de Certificación: E-Mail: [certificacion@inen.gov.ec](mailto:certificacion@inen.gov.ec)  
Área Técnica de Verificación: E-Mail: [verificacion@inen.gov.ec](mailto:verificacion@inen.gov.ec)  
Área Técnica de Servicios Tecnológicos: E-Mail: [inencati@inen.gov.ec](mailto:inencati@inen.gov.ec)  
Regional Guayas: E-Mail: [inenguayas@inen.gov.ec](mailto:inenguayas@inen.gov.ec)  
Regional Azuay: E-Mail: [inencuenca@inen.gov.ec](mailto:inencuenca@inen.gov.ec)  
Regional Chimborazo: E-Mail: [inenriobamba@inen.gov.ec](mailto:inenriobamba@inen.gov.ec)  
URL: [www.inen.gov.ec](http://www.inen.gov.ec)**