

CAPÍTULO

IX

**BEBIDAS
ALCOÓLICAS**

IX

BEBIDAS ALCOÓLICAS

E stão incluídos neste capítulo os métodos de análise para: aguardentes de cana, de melão, de frutas, arac, bagaceira, conhaque, pisco, rum, tequila, tiquira e uísques. As determinações efetuadas nas bebidas alcoólicas destilado-retificadas são as mesmas que se fazem nas alcoólicas fermento-destiladas. As determinações usuais efetuadas nestes produtos são, entre outras, densidade, grau alcoólico, extrato seco (ou resíduo seco), glicídios totais, cinzas, acidez total, acidez volátil, metanol, componentes secundários: ésteres, aldeídos, furfural e álcoois superiores, além de carbamato de etila ou uretana, cobre e outros contaminantes inorgânicos (**cap. XXIII**).

215/IV Bebidas fermento-destiladas – Densidade relativa a 20°C/20°C com picnômetro

A densidade em relação à água pura é uma ferramenta utilizada para determinar a % de álcool em soluções hidroalcoólicas, a uma dada temperatura. Pode ser medida por vários aparelhos, sendo os seguintes os mais usados: picnômetro, densímetro de leitura direta e hidrômetro calibrado.

O método com picnômetro consiste na medida da massa de um volume conhecido de líquido num recipiente denominado picnômetro. O mesmo é calibrado em relação à massa da água pura a 20 °C. Da relação destas massas e volumes resulta a densidade relativa à água.

Material

Balança analítica, termômetro, dessecador e picnômetros de 25, 50 ou 100 mL

Reagentes

Álcool

Éter

Procedimento – Lave o picnômetro, enxágüe com álcool e, posteriormente, com éter. Deixe secar naturalmente e pese. Encha o picnômetro com água a 20°C e pese. Lave e seque o picnômetro e proceda da mesma forma com a amostra.

Cálculo

$$\frac{m_{am} - m_p}{m_{H_2O} - m_p} = \text{densidade relativa } 20^\circ\text{C}/20^\circ\text{C}$$

m_{am} = massa do picnômetro com a amostra

m_p = massa do picnômetro vazio

m_{H_2O} = massa do picnômetro com a água

Nota: a densidade relativa a 20°C é expressa no mínimo com quatro casas decimais.

Referência bibliográfica

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 945.06) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 26. p. 2.

216/IV Bebidas fermento-destiladas – Densidade relativa a 20°C/20°C com densímetro de leitura direta

A densidade a 20°C é determinada pela medida da frequência da oscilação do tubo em U do densímetro preenchido com a amostra, comparada com as frequências de oscilação quando preenchido com água pura ou com padrões determinados.

Material

Densímetro automático digital de leitura direta com injetor automático, opcional, e seringas de 10 a 15 mL.

Procedimento – Proceda a calibração do equipamento conforme as instruções do fabricante, utilizando água como referência, fixando a temperatura a $(20 \pm 0,01)^\circ\text{C}$. Certifique-se que o tubo em U esteja completamente cheio com água, sem a presença de bolhas. Retire a água, seque o tubo e injete a amostra livre de qualquer partícula no densímetro (filtre, se necessário). Verifique se não há formação de bolhas e faça a leitura direta da densidade.

Referência bibliográfica

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 982.10) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 26. p. 4-5.

217/IV Bebidas fermento-destiladas – Álcool em volume a 20°C ou grau alcoólico real

Este método é aplicável para a determinação da porcentagem de álcool em volume a 20°C em bebidas alcoólicas. A graduação alcoólica (% em volume) é obtida pela tabela de conversão da densidade relativa a 20°C/20°C determinada no destilado alcoólico da amostra. Algumas amostras não requerem destilação, como, por exemplo, bebidas destiladas, destilato-retificadas e misturas água-álcool.

Material

Conjunto de destilação (ou equipamento destilador por arraste de vapor), chapa de aquecimento, termômetro, balão volumétrico de 100 ou 250 mL, frasco Erlenmeyer de 500 mL com junta esmerilhada, condensador de serpentina ou de Liebig (maior ou igual a 40 cm de comprimento), conexão com bola de segurança e junta esmerilhada, funil e pérolas de vidro.

Procedimento – Ajuste a temperatura da amostra a 20°C e meça 100 ou 250 mL em um balão volumétrico. Transfira a amostra para um frasco Erlenmeyer de 500 mL, lave o balão volumétrico com água, aproximadamente 4 vezes e junte ao conteúdo do frasco Erlenmeyer. Conecte o frasco de destilação ao condensador, intercalando uma conexão intermediária com bola de segurança, aqueça e destile. Alternativamente, transfira a amostra para o conjunto de destilação e proceda conforme as instruções de uso do equipamento. Amostras que contenham açúcar, como aguardente de cana adoçada e aguardente composta, precisam ser destiladas. Bebidas fermento-destiladas e retificadas como aguardentes, uísques, vodca e gim não têm necessidade de serem destiladas para a determinação de graduação alcoólica. Recolha o destilado no balão volumétrico de 100 ou 250 mL, anteriormente usado, já contendo 10 mL de água e imerso em banho de água e gelo. Destile cerca de $\frac{3}{4}$ do volume

inicial. Adicione água até quase completar o volume. Ajuste a temperatura a 20°C, mergulhando o balão volumétrico em banho de água e gelo. Complete o volume com água a 20°C e agite. Determine a densidade relativa do destilado a 20°C, com o uso de picnômetro ou densímetro digital automático ou outro aparelho como hidrômetro ou densímetro calibrado. Obtenha a graduação alcoólica do destilado alcoólico a 20°C utilizando a **Tabela 1**, referente à conversão de densidade em porcentagem de álcool em volume. O resultado será expresso em % de álcool em volume.

TABELA 1 – Porcentagem de álcool em volume a 20°C (% v/v) correspondente à densidade relativa

D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v
1,00000	0,0	0,99632	2,5	0,99281	5,0	0,98956	7,5
0,99985	0,1	0,99618	2,6	0,99268	5,1	0,98944	7,6
0,99970	0,2	0,99603	2,7	0,99255	5,2	0,98931	7,7
0,99955	0,3	0,99589	2,8	0,99241	5,3	0,98919	7,8
0,99939	0,4	0,99574	2,9	0,99228	5,4	0,98906	7,9
0,99924	0,5	0,99560	3,0	0,99215	5,5	0,98893	8,0
0,99910	0,6	0,99546	3,1	0,99201	5,6	0,98881	8,1
0,99895	0,7	0,99531	3,2	0,99188	5,7	0,98869	8,2
0,99880	0,8	0,99517	3,3	0,99174	5,8	0,98857	8,3
0,99866	0,9	0,99503	3,4	0,99161	5,9	0,98845	8,4
0,99851	1,0	0,99489	3,5	0,99148	6,0	0,98833	8,5
0,99836	1,1	0,99475	3,6	0,99135	6,1	0,98820	8,6
0,99821	1,2	0,99461	3,7	0,99122	6,2	0,98807	8,7
0,99807	1,3	0,99447	3,8	0,99109	6,3	0,98794	8,8
0,99792	1,4	0,99433	3,9	0,99096	6,4	0,98782	8,9
0,99777	1,5	0,99419	4,0	0,99083	6,5	0,98770	9,0
0,99763	1,6	0,99405	4,1	0,99070	6,6	0,98758	9,1
0,99748	1,7	0,99391	4,2	0,99057	6,7	0,98746	9,2
0,99733	1,8	0,99377	4,3	0,99045	6,8	0,98734	9,3
0,99719	1,9	0,99363	4,4	0,99032	6,9	0,98722	9,4
0,99704	2,0	0,99349	4,5	0,99020	7,0	0,98710	9,5
0,99689	2,1	0,99336	4,6	0,99007	7,1	0,98698	9,6
0,99675	2,2	0,99322	4,7	0,98994	7,2	0,98686	9,7
0,99661	2,3	0,99308	4,8	0,98981	7,3	0,98674	9,8
0,99646	2,4	0,99295	4,9	0,98969	7,4	0,98662	9,9

D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v
0,98650	10,0	0,98239	13,5	0,97851	17,0	0,97478	20,5
0,98637	10,1	0,98227	13,6	0,97840	17,1	0,97467	20,6
0,98626	10,2	0,98216	13,7	0,97829	17,2	0,97456	20,7
0,98614	10,3	0,98204	13,8	0,97818	17,3	0,97445	20,8
0,98602	10,4	0,98193	13,9	0,97807	17,4	0,97435	20,9
0,98590	10,5	0,98182	14,0	0,97797	17,5	0,97424	21,0
0,98578	10,6	0,98171	14,1	0,97786	17,6	0,97414	21,1
0,98566	10,7	0,98159	14,2	0,97775	17,7	0,97404	21,2
0,98554	10,8	0,98148	14,3	0,97764	17,8	0,97393	21,3
0,98542	10,9	0,98137	14,4	0,97754	17,9	0,97382	21,4
0,98530	11,0	0,98126	14,5	0,97743	18,0	0,97371	21,5
0,98518	11,1	0,98115	14,6	0,97732	18,1	0,97360	21,6
0,98506	11,2	0,98103	14,7	0,97721	18,2	0,97350	21,7
0,98494	11,3	0,98092	14,8	0,97711	18,3	0,97339	21,8
0,98482	11,4	0,98081	14,9	0,97700	18,4	0,97328	21,9
0,98470	11,5	0,98070	15,0	0,97690	18,5	0,97317	22,0
0,98459	11,6	0,98058	15,1	0,97679	18,6	0,97306	22,1
0,98447	11,7	0,98047	15,2	0,97668	18,7	0,97295	22,2
0,98435	11,8	0,98036	15,3	0,97657	18,8	0,97285	22,3
0,98424	11,9	0,98025	15,4	0,97646	18,9	0,97274	22,4
0,98412	12,0	0,98014	15,5	0,97636	19,0	0,97263	22,5
0,98400	12,1	0,98003	15,6	0,97626	19,1	0,97252	22,6
0,98388	12,2	0,97992	15,7	0,97616	19,2	0,97241	22,7
0,98377	12,3	0,97981	15,8	0,97605	19,3	0,97230	22,8
0,98365	12,4	0,97970	15,9	0,97595	19,4	0,97219	22,9
0,98354	12,5	0,97959	16,0	0,97584	19,5	0,97208	23,0
0,98342	12,6	0,97948	16,1	0,97574	19,6	0,97197	23,1
0,98330	12,7	0,97937	16,2	0,97563	19,7	0,97185	23,2
0,98318	12,8	0,97926	16,3	0,97553	19,8	0,97174	23,3
0,98307	12,9	0,97915	16,4	0,97542	19,9	0,97163	23,4
0,98296	13,0	0,97905	16,5	0,97531	20,0	0,97152	23,5
0,98285	13,1	0,97894	16,6	0,97521	20,1	0,97141	23,6
0,98274	13,2	0,97883	16,7	0,97511	20,2	0,97130	23,7
0,98263	13,3	0,97872	16,8	0,97500	20,3	0,97118	23,8
0,98251	13,4	0,97862	16,9	0,97489	20,4	0,97107	23,9

D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v
0,97096	24,0	0,96695	27,5	0,96270	31,0	0,95802	34,5
0,97084	24,1	0,96683	27,6	0,96257	31,1	0,95788	34,6
0,97073	24,2	0,96671	27,7	0,96244	31,2	0,95774	34,7
0,97062	24,3	0,96660	27,8	0,96231	31,3	0,95759	34,8
0,97051	24,4	0,96648	27,9	0,96218	31,4	0,95745	34,9
0,97040	24,5	0,96636	28,0	0,96206	31,5	0,95731	35,0
0,97028	24,6	0,96624	28,1	0,96193	31,6	0,95717	35,1
0,97017	24,7	0,96612	28,2	0,96180	31,7	0,95702	35,2
0,97006	24,8	0,96601	28,3	0,96167	31,8	0,95688	35,3
0,96994	24,9	0,96588	28,4	0,96154	31,9	0,95673	35,4
0,96984	25,0	0,96576	28,5	0,96141	32,0	0,95659	35,5
0,96974	25,1	0,96565	28,6	0,96128	32,1	0,95645	35,6
0,96961	25,2	0,96553	28,7	0,96115	32,2	0,95630	35,7
0,96950	25,3	0,96541	28,8	0,96101	32,3	0,95616	35,8
0,96938	25,4	0,96529	28,9	0,96088	32,4	0,95601	35,9
0,96927	25,5	0,96517	29,0	0,96075	32,5	0,95587	36,0
0,96916	25,6	0,96505	29,1	0,96062	32,6	0,95572	36,1
0,96904	25,7	0,96493	29,2	0,96049	32,7	0,95558	36,2
0,96893	25,8	0,96480	29,3	0,96035	32,8	0,95543	36,3
0,96881	25,9	0,96468	29,4	0,96022	32,9	0,95528	36,4
0,96870	26,0	0,96456	29,5	0,96009	33,0	0,95513	36,5
0,96858	26,1	0,96444	29,6	0,95995	33,1	0,95499	36,6
0,96847	26,2	0,96432	29,7	0,95982	33,2	0,95484	36,7
0,96835	26,3	0,96419	29,8	0,95968	33,3	0,95469	36,8
0,96824	26,4	0,96407	29,9	0,95955	33,4	0,95455	36,9
0,96812	26,5	0,96395	30,0	0,95941	33,5	0,95440	37,0
0,96800	26,6	0,96383	30,1	0,95927	33,6	0,95425	37,1
0,96789	26,7	0,96370	30,2	0,95914	33,7	0,95410	37,2
0,96777	26,8	0,96357	30,3	0,95900	33,8	0,95394	37,3
0,96766	26,9	0,96345	30,4	0,95887	33,9	0,95379	37,4
0,96754	27,0	0,96333	30,5	0,95873	34,0	0,95364	37,5
0,96742	27,1	0,96320	30,6	0,95859	34,1	0,95349	37,6
0,96730	27,2	0,96308	30,7	0,95845	34,2	0,95334	37,7
0,96719	27,3	0,96295	30,8	0,95830	34,3	0,95318	37,8
0,96707	27,4	0,96283	30,9	0,95816	34,4	0,95303	37,9

D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v
0,95288	38,0	0,94728	41,5	0,94124	45,0	0,93472	48,5
0,95272	38,1	0,94711	41,6	0,94106	45,1	0,93453	48,6
0,95257	38,2	0,94695	41,7	0,94088	45,2	0,93434	48,7
0,95241	38,3	0,94678	41,8	0,94070	45,3	0,93414	48,8
0,95226	38,4	0,94662	41,9	0,94052	45,4	0,93395	48,9
0,95210	38,5	0,94645	42,0	0,94034	45,5	0,93376	49,0
0,95194	38,6	0,94628	42,1	0,94015	45,6	0,93357	49,1
0,95179	38,7	0,94611	42,2	0,93997	45,7	0,93337	49,2
0,95163	38,8	0,94594	42,3	0,93979	45,8	0,93318	49,3
0,95148	38,9	0,94577	42,4	0,93961	45,9	0,93298	49,4
0,95132	39,0	0,94560	42,5	0,93943	46,0	0,93279	49,5
0,95116	39,1	0,94543	42,6	0,93924	46,1	0,93260	49,6
0,95100	39,2	0,94526	42,7	0,93906	46,2	0,93240	49,7
0,95084	39,3	0,94509	42,8	0,93887	46,3	0,93221	49,8
0,95068	39,4	0,94492	42,9	0,93869	46,4	0,93201	49,9
0,95052	39,5	0,94475	43,0	0,93850	46,5	0,93182	50,0
0,95037	39,6	0,94458	43,1	0,93831	46,6	0,93162	50,1
0,95021	39,7	0,94440	43,2	0,93813	46,7	0,93142	50,2
0,95005	39,8	0,94423	43,3	0,93794	46,8	0,93122	50,3
0,94989	39,9	0,94405	43,4	0,93776	46,9	0,93102	50,4
0,94973	40,0	0,94388	43,5	0,93757	47,0	0,93082	50,5
0,94957	40,1	0,94371	43,6	0,93738	47,1	0,93063	50,6
0,94941	40,2	0,94353	43,7	0,93719	47,2	0,93043	50,7
0,94924	40,3	0,94336	43,8	0,93701	47,3	0,93023	50,8
0,94908	40,4	0,94318	43,9	0,93682	47,4	0,93003	50,9
0,94892	40,5	0,94301	44,0	0,93663	47,5	0,92983	51,0
0,94876	40,6	0,94283	44,1	0,93644	47,6	0,92963	51,1
0,94860	40,7	0,94266	44,2	0,93625	47,7	0,92943	51,2
0,94843	40,8	0,94248	44,3	0,93606	47,8	0,92922	51,3
0,94827	40,9	0,94230	44,4	0,93587	47,9	0,92902	51,4
0,94811	41,0	0,94213	44,5	0,93568	48,0	0,92882	51,5
0,94794	41,1	0,94195	44,6	0,93549	48,1	0,92862	51,6
0,94778	41,2	0,94177	44,7	0,93530	48,2	0,92842	51,7
0,94761	41,3	0,94159	44,8	0,93510	48,3	0,92821	51,8
0,94745	41,4	0,94142	44,9	0,93491	48,4	0,92801	51,9

D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v
0,92781	52,0	0,92057	55,5	0,91300	59,0	0,90507	62,5
0,92761	52,1	0,92036	55,6	0,91278	59,1	0,90484	62,6
0,92740	52,2	0,92015	55,7	0,91255	59,2	0,90461	62,7
0,92720	52,3	0,91993	55,8	0,91233	59,3	0,90438	62,8
0,92700	52,4	0,91972	55,9	0,91210	59,4	0,90415	62,9
0,92679	52,5	0,91951	56,0	0,91188	59,5	0,90392	63,0
0,92659	52,6	0,91930	56,1	0,91166	59,6	0,90369	63,1
0,92639	52,7	0,91908	56,2	0,91143	59,7	0,90346	63,2
0,92619	52,8	0,91887	56,3	0,91121	59,8	0,90323	63,3
0,92598	52,9	0,91865	56,4	0,91098	59,9	0,90300	63,4
0,92578	53,0	0,91844	56,5	0,91076	60,0	0,90276	63,5
0,92557	53,1	0,91823	56,6	0,91053	60,1	0,90253	63,6
0,92536	53,2	0,91801	56,7	0,91031	60,2	0,90230	63,7
0,92516	53,3	0,91780	56,8	0,91008	60,3	0,90207	63,8
0,92496	53,4	0,91758	56,9	0,90986	60,4	0,90184	63,9
0,92475	53,5	0,91737	57,0	0,90963	60,5	0,90161	64,0
0,92454	53,6	0,91715	57,1	0,90941	60,6	0,90137	64,1
0,92434	53,7	0,91694	57,2	0,90918	60,7	0,90114	64,2
0,92413	53,8	0,91672	57,3	0,90896	60,8	0,90091	64,3
0,92393	53,9	0,91651	57,4	0,90873	60,9	0,90067	64,4
0,92372	54,0	0,91629	57,5	0,90851	61,0	0,90043	64,5
0,92351	54,1	0,91607	57,6	0,90828	61,1	0,90020	64,6
0,92330	54,2	0,91586	57,7	0,90805	61,2	0,89997	64,7
0,92309	54,3	0,91564	57,8	0,90782	61,3	0,89973	64,8
0,92288	54,4	0,91543	57,9	0,90759	61,4	0,89950	64,9
0,92267	54,5	0,91521	58,0	0,90736	61,5	0,89926	65,0
0,92247	54,6	0,91499	58,1	0,90714	61,6	0,89902	65,1
0,92226	54,7	0,91477	58,2	0,90691	61,7	0,89879	65,2
0,92205	54,8	0,91455	58,3	0,90666	61,8	0,89855	65,3
0,92184	54,9	0,91433	58,4	0,90645	61,9	0,89831	65,4
0,92163	55,0	0,91410	58,5	0,90622	62,0	0,89807	65,5
0,92142	55,1	0,91388	58,6	0,90599	62,1	0,89784	65,6
0,92121	55,2	0,91366	58,7	0,90576	62,2	0,89760	65,7
0,92099	55,3	0,91344	58,8	0,90553	62,3	0,89736	65,8
0,92078	55,4	0,91322	58,9	0,90530	62,4	0,89713	65,9

D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v	D 20°C/20°C	% v/v
0,89689	66,0	0,89401	67,2	0,89109	68,4	0,88814	69,6
0,89665	66,1	0,89376	67,3	0,89085	68,5	0,88789	69,7
0,89641	66,2	0,89352	67,4	0,89061	68,6	0,88765	69,8
0,89617	66,3	0,89328	67,5	0,89036	68,7	0,88740	69,9
0,89593	66,4	0,89304	67,6	0,89012	68,8	0,88715	70,0
0,89569	66,5	0,89280	67,7	0,88987	68,9	0,87437	75,0
0,89545	66,6	0,89255	67,8	0,88963	69,0	0,86082	80,0
0,89521	66,7	0,89231	67,9	0,88938	69,1	0,84639	85,0
0,89497	66,8	0,89207	68,0	0,88913	69,2	0,83071	90,0
0,89473	66,9	0,89183	68,1	0,88889	69,3	0,81288	95,0
0,89449	67,0	0,89158	68,2	0,88864	69,4	0,79074	100,0
0,89425	67,1	0,89134	68,3	0,88839	69,5	-	-

Referências bibliográficas

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 942.06) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 26. p. 2-3.

BRASIL, Leis, Decretos, etc - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

218/IV Bebidas fermento-destiladas – Extrato seco ou resíduo seco

Este método é aplicado à amostras de bebidas alcoólicas e baseia-se na pesagem do resíduo após a evaporação da água e álcool por aquecimento.

Material

Banho-maria, estufa, cápsula metálica de fundo chato de 25 ou 50 mL ou cápsula de porcelana, dessecador, pipeta volumétrica de 20 ou 25 mL.

Procedimento – Pipete 20 ou 25 mL da amostra para uma cápsula, previamente seca em estufa, resfriada em dessecador até a temperatura ambiente e pesada. Evapore lentamente em banho-maria até a secura. Seque em estufa (100 ± 5)°C por 30 min. Resfrie em dessecador por 30 min e pese.

Cálculo

$$\frac{100 \times N}{V} = \text{extrato seco por cento m/v}$$

N = massa de resíduo seco em g (massa da cápsula com o extrato menos a tara da cápsula)

V = volume da amostra em mL

Referências bibliográficas

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 920.47) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 26. p. 6.

BRASIL, Leis, Decretos, etc. - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

219IV Bebidas fermento-destiladas – Glicídios totais, em sacarose

É aplicado em bebidas alcoólicas destiladas que contenham açúcar adicionado, por exemplo, aguardente de cana adoçada.

Material

Chapa de aquecimento, banho-maria, balança analítica, balão volumétrico de 100 mL, cápsula de porcelana de 100 ou 200 mL, funil, pipeta volumétrica de 50 mL, balão de fundo chato de 250 mL e bureta de 25 mL.

Reagentes

Ácido clorídrico

Carbonato de sódio anidro

Soluções de Fehling A e B tituladas (**Apêndice I**)

Procedimento – Transfira com o auxílio de uma pipeta, 50 mL da amostra para uma cápsula de porcelana de 200 mL. Evapore em banho-maria até eliminar todo o álcool. Esfrie. Transfira para um balão volumétrico de 100 mL, lavando a cápsula com 40 mL de água. Adicione 0,5 mL de HCl. Aqueça em banho-maria por 20 minutos. Esfrie. Neutralize com carbonato de sódio. Complete o volume com água. Nesta solução, determine glicídios totais, conforme a técnica descrita em **040/IV**.

Referência bibliográfica

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. V. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 3ª ed. São Paulo. 1985. p. 344.

220/IV Bebidas fermento-destiladas – Componentes secundários

O destilado alcoólico pode ser considerado como uma solução de álcool e água, contendo pequenas quantidades de componentes secundários menores que 1% e que variam conforme a composição de cada tipo de bebida alcoólica. Os componentes secundários não-álcool, ou substâncias voláteis não-álcool ou coeficiente de congêneres, constituem a soma de acidez volátil, aldeídos, ésteres, álcoois superiores expressos pela somatória dos mesmos, e furfural; todos expressos em mg/100 mL de álcool anidro. A análise por cromatografia a gás é empregada para a determinação dos congêneres voláteis não-álcool. Métodos alternativos que utilizam técnicas de espectrofotometria e titulação ainda são citados na literatura.

221/IV Bebidas fermento-destiladas – Determinação de acidez total

Este método baseia-se na titulação de neutralização dos ácidos com solução padronizada de álcali, com o uso de indicador fenolftaleína ou com o pHmetro até o ponto de equivalência. A acidez total é expressa em g de ácido acético por 100 mL de amostra.

Material

pHmetro, agitador magnético, barra magnética, béquer de 250 ou 500 mL, frasco Erlenmeyer de 500 mL, pipeta volumétrica de 50 ou 100 mL, bureta de 10 mL e pipeta graduada de 1 mL.

Reagentes

Solução de hidróxido de sódio 0,1 M (ou 0,05 M) padronizada

Solução de fenolftaleína

Procedimento – Transfira 50 ou 100 mL da amostra, para um frasco Erlenmeyer de 500 mL. Adicione 0,5 mL do indicador fenolftaleína. Titule com solução de hidróxido de sódio até coloração rósea ou transfira a amostra para um béquer e titule com solução de hidróxido de sódio até ponto de viragem pH 8,2 - 8,4, utilizando o pHmetro.

Cálculo

$$\frac{n \times M \times f \times PM}{10 \times V} = \text{ácidos totais, em g de ácido acético por 100 mL de amostra}$$

n = volume gasto na titulação da solução de hidróxido de sódio, em mL

M = molaridade da solução de hidróxido de sódio

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio

PM = peso molecular do ácido acético (60g)

V = volume tomado da amostra, em mL

Nota: para amostras com baixo valor de acidez (bebidas destilado-retificadas e álcool etílico) utilize solução de hidróxido de sódio em menor concentração (0,01 M).

Referência bibliográfica

BRASIL, Leis, Decretos, etc. Portaria nº 76, de 27 de nov 86, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 03-12-86. Seção I, p. 18.152-18173.

222/IV Bebidas fermento-destiladas – Determinação de acidez fixa

A acidez fixa é obtida por evaporação da amostra seguida de uma titulação dos ácidos residuais com álcali.

Material

Banho-maria, pHmetro, agitador magnético, barra magnética, cápsula de porcelana de 50 ou 100 mL, pipeta volumétrica de 50 ou 100 mL, béquer de 250 ou 500 mL ou frasco Erlenmeyer de 250 ou 500 mL, bureta de 10 mL e pipeta graduada de 1 mL .

Reagentes

Solução de hidróxido de sódio 0,1 ou 0,05 M padronizada

Solução de fenolftaleína

Procedimento – Pipete 50 mL da amostra para a cápsula de porcelana e evapore em banho-maria. Adicione água cuidadosamente pelas paredes da cápsula, lavando o resíduo e continue a evaporação até quase total secura. Transfira esse resíduo com 100 mL de água para um frasco Erlenmeyer ou béquer e titule com solução de hidróxido de sódio, como descrito na determinação de acidez total **221/IV**.

Cálculo

$$\frac{n \times M \times f \times PM}{10 \times V} = \text{ácidos fixos, em g de ácido acético por 100 mL de amostra}$$

n = volume gasto na titulação da solução de hidróxido de sódio, em mL

M = molaridade da solução de hidróxido de sódio

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio

PM = peso molecular do ácido acético (60 g)

V = volume tomado da amostra, em mL

Referência bibliográfica

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP 1985. p. 346.

223/IV Bebidas fermento-destiladas – Determinação de ácidos voláteis por diferença

O cálculo da acidez volátil é feito por diferença entre a acidez total e a acidez fixa. O resultado é expresso em g de ácido acético por 100 mL de amostra, em g ou mg de ácido acético por 100 mL de álcool anidro.

Cálculos

At - Af = ácidos voláteis, em g de ácido acético por 100 mL de amostra

At = ácidos totais

Af = ácidos fixos

$$\frac{Av \times 100}{G} = \text{ácidos voláteis, em g de ácido acético por 100 mL de álcool anidro}$$

Av = ácidos voláteis

G = graduação alcoólica

Referências bibliográficas

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP 1985. p. 349-350.

BRASIL, Leis, Decretos, etc. Portaria nº 76, de 27 de nov 86, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 03-12-86. Seção 1, p. 18152-18173.

224/IV Bebidas fermento-destiladas – Ésteres totais

Este método é aplicável em bebidas alcoólicas destiladas. Baseia-se na saponificação dos ésteres com hidróxido de sódio.

Material

Chapa elétrica de aquecimento, frasco Erlenmeyer de 500 mL com junta esmerilhada, pipeta volumétrica de 100 mL, buretas de 10 ou de 25 mL, condensador de refluxo (de Graham com 60 cm de altura).

Reagentes

Solução de hidróxido de sódio 0,1 N

Solução de ácido sulfúrico 0,1 N

Solução de fenolftaleína

Procedimento – Pipete 100 mL do destilado da amostra para um frasco Erlenmeyer de 500 mL e neutralize com solução de hidróxido de sódio usando como indicador a fenolftaleína. Adicione, exatamente, um excesso de 10 mL de solução de hidróxido de sódio. Adapte o frasco a um condensador de refluxo. Deixe em refluxo por 1 hora em banho-maria (ou chapa elétrica) ou substitua o refluxo por vedação do frasco e permaneça em repouso por 12 horas. No caso da coloração rósea desaparecer, esfrie, adicione mais 10 mL de hidróxido de sódio e deixe em refluxo por mais 30 minutos. Resfrie rapidamente e adicione 10 mL ácido sulfúrico ou 20 mL, se houve adição de mais solução de hidróxido de sódio. Titule o excesso de ácido sulfúrico com solução de hidróxido de sódio, até a coloração rósea.

Cálculos

Os ésteres são expressos em mg de acetato de etila por 100 mL da amostra ou em mg de acetato de etila por 100 mL de álcool anidro.

$$\frac{(B - C) \times N \times PM \times 100}{V} = \text{ésteres, mg por 100 mL da amostra}$$

B = volume de solução de hidróxido de sódio adicionado (10 ou 20 mL) mais volume de hidróxido de sódio gasto na titulação, multiplicado pelo fator da solução.

C = volume em mL de ácido sulfúrico adicionado, multiplicado pelo respectivo fator da solução

N = normalidade das soluções (0,1 N)

V = volume da amostra usado na titulação, em mL

PM = peso molecular do acetato de etila = 88 g

Para expressar o resultado em mg por 100 mL de álcool anidro:

$$\frac{E \times 100}{G} = \text{ésteres, mg por 100 mL de álcool anidro}$$

E = mg de ésteres em acetato de etila por 100 mL de amostra

G = graduação alcoólica da amostra

Referências bibliográficas

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP 1985. p. 350.

BRASIL, Leis, Decretos, etc. Portaria nº 76, de 27 de nov de 86, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3-12-86. Seção 1, p.18152-18173.

225/IV Bebidas fermento-destiladas – Aldeídos totais

Este método é aplicável para bebidas destiladas e se baseia na reação de bissulfito com aldeídos da amostra, formando compostos bissulfíticos. O excesso de bissulfito é titulado com solução de iodo na presença de amido. A reação é reversível e pode liberar o composto carbonílico, sob a ação de ácidos ou de bases. Após a adição de uma solução alcalina, o bis-sulfito que estava ligado ao aldeído é liberado e dosado com a solução de iodo.

Material

Balanças analítica e semi-analítica, agitador magnético, pHmetro, buretas de 10 mL e 25 mL, pipetas volumétricas de 5, 10 e 50 mL, balão volumétrico de 1000 mL e frasco Erlenmeyer de 500 mL com tampa.

Reagentes

Solução diluída de ácido clorídrico

Solução de iodo 0,025 M

Solução de amido a 1% m/v

Solução diluída de hidróxido de sódio

Solução A – Pese 15 g de metabissulfito de potássio ($K_2S_2O_5$) e dissolva em um balão volumétrico de 1000 mL com água e 70 mL de ácido clorídrico. Complete o volume.

Solução B – Pese 200 g de fosfato trissódico ($Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$) e 4,5 g de EDTA (etileno

diaminotetracetato dissódico). Dissolva em balão volumétrico de 1000 mL com água e complete o volume.

Solução C – Meça 250 mL de ácido clorídrico. Dilua em água a 1000 mL em um balão volumétrico.

Solução D – Pese 100 g de ácido bórico e 170 g de hidróxido de sódio. Dissolva os reagentes em água e dilua a 1000 mL em um balão volumétrico.

Procedimento – Coloque 300 mL de água e 10 mL da solução A em um frasco Erlenmeyer de 500 mL com tampa. Pipete 50 mL do destilado da amostra e adicione à solução do frasco. Feche o frasco, agite e deixe em repouso por 15 minutos. Adicione 10 mL da solução B. O pH deve estar entre 7,0 e 7,2. Caso contrário, ajuste adicionando solução de ácido clorídrico ou de hidróxido de sódio diluída à solução A e comece a análise novamente usando nova tomada de amostra. Feche o frasco, agite e deixe em repouso por 15 minutos. Acrescente 10 mL da solução C (quando for feita análise em série, faça a determinação completa da primeira amostra antes de adicionar ácido na próxima) e 4 mL de solução de amido. Agite e adicione, com auxílio de uma bureta, solução de iodo 0,025 M até viragem para azul, sem excesso. Junte 10 mL da solução D e titule imediatamente o SO₂ liberado com solução de iodo 0,025 M até o aparecimento de cor azulada, agitando lentamente. O pH da solução final deve estar entre 8,8 e 9,5. Se necessário ajuste, adicionando solução de ácido clorídrico ou de hidróxido de sódio à solução D e reinicie a análise com nova tomada de amostra.

Cálculos

Os aldeídos são expressos em mg de aldeído acético por 100 mL da amostra ou em mg de aldeído acético por 100 mL de álcool anidro.

$$\frac{n \times M \times PM \times 100}{V} = \text{mg de aldeído acético por 100 mL da amostra}$$

n = volume gasto da solução de iodo, em mL

M = molaridade da solução de iodo

PM = peso molecular do aldeído acético = 44 g

V = volume de amostra, em mL

Para expressar o resultado em mg por 100 mL de álcool anidro:

$$\frac{A \times 100}{G} = \text{mg de aldeído acético por 100 mL de álcool anidro}$$

A = mg de aldeído acético por 100 mL de amostra

G = graduação alcoólica da amostra

Referência bibliográfica

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 972.08) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 26. p. 10.

226/IV Bebidas fermento-destiladas – Furfural

O método de Hewitt's tem sido comumente aplicado para a determinação de furfural em bebidas alcoólicas destiladas e é baseado no desenvolvimento de coloração rósea, pela reação do furfural e anilina em meio ácido. A determinação de furfural é feita com o destilado da amostra corrigido a 50% de álcool em volume.

Material

Espectrofotômetro UV/VIS, balança analítica, cubeta de 10 mm, termômetro, tubos de ensaio 15 x 150 mm, pipetas volumétricas de 1, 2, 5 e 10 mL, pipetas graduadas de 1 e 5 mL e balões volumétricos de 100 e 1 000 mL.

Reagentes

Furfural

Anilina pura (redestilada)

Álcool

Solução de álcool a 50%

Ácido acético glacial

Solução de álcool a 90%

Solução-padrão de furfural ($C_4H_3O.CHO$) – Pese exatamente 1 g de furfural redestilado e diluído a 100 mL com álcool em um balão volumétrico de 100 mL. Dilua 1 mL desta solução a 1000 mL com solução de álcool a 50% em um balão volumétrico (0,01 mg/mL).

Curva-padrão – Pipete para tubos de ensaio 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 e 5,0 mL da solução-padrão de furfural (0,01 mg/mL). Dilua em solução de álcool a 50% até o volume de 10 mL. Faça um branco com 10 mL de solução de álcool a 50%. Adicione em cada tubo 4 gotas de anilina e 1 mL de ácido acético glacial. Agite e coloque em banho de água a 15°C por 15 minutos. Faça a leitura das absorvâncias no espectrofotômetro, a 520 nm. Construa a curva-padrão, colocando

nas abscissas mg de furfural por 100 mL e nas ordenadas as leituras obtidas em absorvância.

Procedimento – Corrija a graduação do destilado da amostra de modo a obter uma graduação alcoólica de 50% (v/v), conforme a tabela 2 (volume de álcool etílico a 90% v/v a adicionar para obtenção de uma solução com graduação alcoólica de 50% v/v), ou conforme a **Tabela 3** (volume de água a ser adicionado para obtenção de uma solução com graduação alcoólica de 50% v/v). Pipete 10 mL da solução da amostra cuja graduação alcoólica já tenha sido corrigida a 50% para um tubo de ensaio, como na preparação da curva-padrão. Prepare o branco, utilizando álcool a 50%. Faça a leitura da absorvância da amostra a 520 mm.

Nota: para obtenção da solução de álcool a 90% v/v, utilize a **Tabela 4**.

Cálculo

Furfural é expresso em mg por 100 mL de álcool anidro pela fórmula:

$$\frac{A \times V_f}{G} = \text{furfural, em mg por 100 mL de álcool anidro}$$

A = concentração de furfural obtida pela curva-padrão

V_f = volume final a 20°C da amostra destilada e ajustada a 50%, obtido na **Tabela 2 ou 3**

G = grau alcoólico da amostra

TABELA 2 – Volume de álcool etílico a 90 % v/v a adicionar em 100 mL do destilado para obtenção de uma graduação alcoólica de 50 % (v/v)

Graduação alcoólica	mL de álcool 90° a adicionar	Volume da mistura
30,0	47,7	145,9
30,1	47,5	145,7
30,2	47,3	145,5
30,3	47,1	145,3
30,4	46,8	145,0
30,5	46,6	144,8
30,6	46,4	144,6
30,7	46,2	144,4
30,8	45,9	144,2
30,9	45,6	143,9
31,0	45,4	143,7
31,1	45,2	143,5
31,2	45,0	143,3
31,3	44,7	143,0
31,4	44,5	142,8
31,5	44,3	142,6
31,6	44,0	142,3
31,7	43,8	142,1
31,8	43,6	141,9
31,9	43,4	141,7
32,0	43,1	141,5
32,1	42,9	141,2
32,2	42,7	141,0
32,3	42,5	140,8
32,4	42,2	140,6
32,5	42,0	140,4
32,6	41,7	140,2
32,7	41,5	140,0
32,8	41,2	139,8
32,9	40,9	139,5
33,0	40,7	139,3

Graduação alcoólica	mL de álcool 90° a adicionar	Volume da mistura
33,1	40,5	139,1
33,2	40,2	138,8
33,3	40,0	138,6
33,1	40,5	139,1
33,2	40,2	138,8
33,3	40,0	138,6
33,1	40,5	139,1
33,2	40,2	138,8
33,3	40,0	138,6
33,4	39,8	138,4
33,5	39,6	138,1
33,6	39,3	137,9
33,7	39,1	137,7
33,8	38,9	137,5
33,9	38,7	137,3
34,0	38,4	137,0
34,1	38,1	136,8
34,2	37,9	136,6
34,3	37,7	136,4
34,4	37,5	136,2
34,5	37,2	135,9
34,6	37,0	135,7
34,7	36,7	135,5
34,8	36,5	135,3
34,9	36,3	135,1
35,0	36,0	134,7
35,1	35,7	134,5
35,2	35,5	134,3
35,3	35,3	134,1
35,4	35,0	133,8
35,5	34,8	133,6

Graduação alcoólica	mL de álcool 90° a adicionar	Volume da mistura
35,6	34,6	133,4
35,7	34,3	133,2
35,8	34,0	132,9
35,9	33,8	132,7
36,0	33,6	132,5
36,1	33,4	132,3
36,2	33,1	132,0
36,3	32,9	131,8
36,4	32,7	131,6
36,5	32,4	131,4
36,6	32,2	131,2
36,7	32,0	131,0
36,8	31,7	130,7
36,9	31,5	130,5
37,0	31,3	130,3
37,1	31,0	130,0
37,2	30,7	129,8
37,3	30,5	129,6
37,4	30,3	129,4
37,5	30,0	129,1
37,6	29,8	128,9
37,7	29,5	128,6
37,8	29,3	128,4
37,9	29,1	128,2
38,0	28,9	128,0
38,1	28,7	127,8
38,2	28,5	127,6
38,3	28,3	127,4
38,4	28,0	127,1
38,5	27,8	126,9
38,6	27,5	126,6
38,7	27,2	126,3
38,8	27,0	126,1
38,9	26,8	125,9

Graduação alcoólica	mL de álcool 90° a adicionar	Volume da mistura
39,0	26,5	125,6
39,1	26,3	125,4
39,2	26,1	125,2
39,3	25,8	124,9
39,4	25,6	124,7
39,5	25,3	124,5
39,6	25,1	124,3
39,7	24,8	124,0
39,8	24,6	123,0
39,9	24,3	123,5
40,0	24,1	123,4
40,1	23,9	123,1
40,2	23,7	122,9
40,3	23,5	122,7
40,4	23,3	122,5
40,5	23,0	122,3
40,6	22,8	122,1
40,7	22,5	121,8
40,8	22,2	121,5
40,9	22,0	121,3
41,0	21,8	121,1
41,1	21,5	120,8
41,2	21,3	120,6
41,3	21,0	120,3
41,4	20,7	120,1
41,5	20,5	119,9
41,6	20,3	119,7
41,7	20,0	119,4
41,8	19,8	119,2
41,9	19,5	118,9
42,0	19,3	118,7
42,1	19,0	118,4
42,2	18,7	118,2
42,3	18,5	118,0

Graduação alcoólica	mL de álcool 90° a adicionar	Volume da mistura
42,4	18,3	117,8
42,5	18,1	117,6
42,6	17,9	117,4
42,7	17,7	117,2
42,8	17,4	116,9
42,9	17,2	116,7
43,0	16,9	116,4
43,1	16,7	116,2
43,2	16,5	116,0
43,3	16,2	115,7
43,4	15,9	115,5
43,5	15,7	115,2
43,6	15,5	115,0
43,7	15,2	114,7
43,8	14,9	114,5
43,9	14,7	114,3
44,0	14,5	114,1
44,1	14,2	113,8
44,2	13,9	113,5
44,3	13,7	113,3
44,4	13,5	113,1
44,5	13,3	112,9
44,6	13,1	112,7
44,7	12,8	112,4
44,8	12,6	112,2
44,9	12,4	112,0
45,0	12,1	111,8
45,1	11,9	111,6
45,2	11,7	111,4
45,3	11,4	111,1
45,4	11,1	110,8
45,5	10,9	110,6
45,6	10,7	110,4
45,7	10,4	110,1

Graduação alcoólica	mL de álcool 90° a adicionar	Volume da mistura
45,8	10,1	109,8
45,9	9,9	109,6
46,0	9,7	109,4
46,1	9,4	109,1
46,2	9,1	108,8
46,3	8,9	108,6
46,4	8,7	108,4
46,5	8,5	108,2
46,6	8,2	107,9
46,7	7,9	107,7
46,8	7,7	107,5
46,9	7,5	107,3
47,0	7,3	107,1
47,1	7,1	106,9
47,2	6,8	106,6
47,3	6,6	106,4
47,4	6,4	106,2
47,5	6,1	105,9
47,6	5,9	105,7
47,7	5,7	105,5
47,8	5,4	105,2
47,9	5,1	104,9
48,0	4,9	104,7
48,1	4,6	104,4
48,2	4,4	104,2
48,3	4,1	103,9
48,4	3,9	103,7
48,5	3,6	103,5
48,6	3,3	103,2
48,7	3,1	103,0
48,8	2,8	102,7
48,9	2,6	102,5
49,0	2,4	102,3
49,1	2,1	102,0

Graduação alcoólica	mL de álcool 90° a adicionar	Volume da mistura
49,2	1,9	101,8
49,3	1,7	101,6
49,4	1,5	101,4
49,5	1,2	101,2

Graduação alcoólica	mL de álcool 90° a adicionar	Volume da mistura
49,6	0,9	100,9
49,7	0,7	100,7
49,8	0,4	100,4
49,9	0,2	100,2

TABELA 3 – Volume de água a ser adicionado a 100 mL de uma solução alcoólica para obtenção de uma graduação alcoólica de 50 % v/v

Graduação alcoólica	mL de água a adicionar	Volume da mistura
50,1	0,21	100,2
50,2	0,41	100,4
50,3	0,62	100,6
50,4	0,82	100,8
50,5	1,03	101,0
50,6	1,24	101,1
50,7	1,44	101,3
50,8	1,65	101,5
50,9	1,85	101,7
51,0	2,06	101,9
51,1	2,27	102,1
51,2	2,47	102,3
51,3	2,68	102,5
51,4	2,89	102,7
51,5	3,09	102,9
51,6	3,30	103,1
51,7	3,51	103,3
51,8	3,72	103,5
51,9	3,92	103,7
52,0	4,13	103,9
52,1	4,34	104,1
52,2	4,54	104,3
52,3	4,75	104,5

Graduação alcoólica	mL de água a adicionar	Volume da mistura
52,4	4,96	104,7
52,5	5,16	104,9
52,6	5,37	105,1
52,7	5,58	105,3
52,8	5,79	105,5
52,9	5,99	105,7
53,0	6,20	105,9
53,1	6,41	106,1
53,2	6,62	106,3
53,3	6,82	106,5
53,4	7,03	106,7
53,5	7,24	106,9
53,6	7,45	107,1
53,7	7,66	107,3
53,8	7,86	107,5
53,9	8,07	107,7
54,0	8,28	107,9
54,1	8,49	108,1
54,2	8,70	108,3
54,3	8,90	108,5
54,4	9,11	108,7
54,5	9,32	108,9
54,6	9,53	109,1

Graduação alcoólica	mL de água a adicionar	Volume da mistura
54,7	9,74	109,3
54,8	9,94	109,5
54,9	10,13	109,7
55,0	10,37	109,9
55,1	10,78	110,1
55,2	10,86	110,3
55,3	10,98	110,5
55,4	11,19	110,7
55,5	11,40	110,9
55,6	11,61	111,1
55,7	11,81	111,3
55,8	12,02	111,5
55,9	12,23	111,7
56,0	12,44	111,9
56,1	12,65	112,1
56,2	12,85	112,3
56,3	13,06	112,5
56,4	13,27	112,7
56,5	13,48	112,9
56,6	13,69	113,1
56,7	13,90	113,3
56,8	14,10	113,5
56,9	14,31	113,7
57,0	14,52	113,9
57,1	14,73	114,1
57,2	14,94	114,3
57,3	15,14	114,5
57,4	15,35	114,7
57,5	15,56	114,9
57,6	15,77	115,1
57,7	15,98	115,3
57,8	16,18	115,5
57,9	16,39	115,7
58,0	16,60	115,9

Graduação alcoólica	mL de água a adicionar	Volume da mistura
58,1	16,81	116,1
58,2	17,02	116,3
58,3	17,22	116,5
58,4	17,43	116,7
58,5	17,64	116,9
58,6	17,85	117,1
58,7	18,06	117,3
58,8	18,26	117,5
58,9	18,47	117,7
59,0	18,68	117,9
59,1	18,89	118,1
59,2	19,10	118,3
59,3	19,30	118,5
59,4	19,51	118,7
59,5	19,72	118,9
59,6	19,93	119,1
59,7	20,14	119,3
59,8	20,34	119,5
59,9	20,55	119,7
60,0	20,76	119,9
60,1	20,97	120,1
60,2	21,18	120,3
60,3	21,39	120,5
60,4	21,60	120,7
60,5	21,80	120,9
60,6	22,01	121,1
60,7	22,22	121,3
60,8	22,43	121,5
60,9	22,64	121,7
61,0	22,85	121,9
61,1	23,06	122,1
61,2	23,27	122,3
61,3	23,48	122,5
61,4	23,69	122,7

Graduação alcoólica	mL de água a adicionar	Volume da mistura
61,5	23,90	122,9
61,6	24,11	123,1
61,7	24,32	123,3
61,8	24,53	123,5
61,9	24,74	123,7
62,0	24,95	123,9
62,1	25,16	124,1
62,2	25,37	124,3
62,3	25,58	124,5
62,4	25,79	124,7
62,5	25,99	124,9
62,6	26,20	125,1
62,7	26,41	125,3
62,8	26,62	125,5
62,9	26,83	125,7
63,0	27,04	125,9
63,1	27,25	126,1
63,2	27,46	126,3
63,3	27,67	126,5
63,4	27,88	126,7
63,5	28,09	126,9
63,6	28,30	127,1
63,7	28,51	127,3
63,8	28,72	127,5
63,9	28,93	127,7
64,0	29,14	127,9
64,1	29,35	128,1
64,2	29,56	128,3
64,3	29,77	128,5
64,4	29,98	128,7
64,5	30,18	128,9
64,6	30,39	129,1
64,7	30,60	129,3
64,8	30,81	129,5

Graduação alcoólica	mL de água a adicionar	Volume da mistura
64,9	31,02	129,7
65,0	31,23	129,9
65,1	31,44	130,1
65,2	31,63	130,3
65,3	31,86	130,5
65,4	32,07	130,7
65,5	32,28	130,9
65,6	32,49	131,1
65,7	32,70	131,3
65,8	32,91	131,5
65,9	33,12	131,7
66,0	33,33	131,9
66,1	33,54	132,1
66,2	33,75	132,3
66,3	33,96	132,5
66,4	34,17	132,7
66,5	34,38	132,9
66,6	34,60	133,1
66,7	34,81	133,3
66,8	35,02	133,5
66,9	35,23	133,7
67,0	35,44	133,9
67,1	35,65	134,1
67,2	35,86	134,3
67,3	36,07	134,5
67,4	36,28	134,7
67,5	36,49	134,9
67,6	36,71	135,1
67,7	36,92	135,3
67,8	37,13	135,5
67,9	37,34	135,7
68,0	37,55	135,9
68,1	37,76	136,1
68,2	37,97	136,3

Graduação alcoólica	mL de água a adicionar	Volume da mistura
68,3	38,18	136,5
68,4	38,39	136,7
68,5	38,60	136,9
68,6	38,82	137,1
68,7	39,03	137,3
68,8	39,24	137,5
68,9	39,45	137,7
69,0	39,66	137,9
69,1	39,87	138,1
69,2	40,08	138,3
69,3	40,30	138,5
69,4	40,51	138,7
69,5	40,72	138,9
69,6	40,93	139,1
69,7	41,14	139,3
69,8	41,36	139,5
69,9	41,57	139,7
70,0	41,78	139,9
70,1	41,99	140,1
70,2	42,20	140,3
70,3	42,41	140,5
70,4	42,62	140,7
70,5	42,83	140,9
70,6	43,05	141,1
70,7	43,26	141,3
70,8	43,47	141,5
70,9	43,68	141,7
71,0	43,89	141,9
71,1	44,10	142,1
71,2	44,31	142,3
71,3	44,52	142,5
71,4	44,73	142,7
71,5	44,94	142,9
71,6	45,16	143,1

Graduação alcoólica	mL de água a adicionar	Volume da mistura
71,7	45,37	143,3
71,8	45,58	143,5
71,9	45,79	143,7
72,0	46,00	143,9
72,1	46,21	144,1
72,2	46,43	144,3
72,3	46,64	144,5
72,4	46,85	144,7
72,5	47,06	144,9
72,6	47,28	145,1
72,7	47,49	145,3
72,8	47,70	145,5
72,9	47,92	145,7
73,0	48,13	145,9
73,1	48,34	146,1
73,2	48,55	146,3
73,3	48,77	146,5
73,4	48,98	146,7
73,5	49,19	146,9
73,6	49,40	147,1
73,7	49,61	147,3
73,8	49,83	147,5
73,9	50,04	147,7
74,0	50,25	147,9
74,1	50,46	148,1
74,2	50,68	148,3
74,3	50,89	148,5
74,4	51,10	148,7
74,5	51,31	148,9
74,6	51,53	149,1
74,7	51,74	149,3
74,8	51,95	149,5
74,9	52,17	149,7
75,0	52,38	149,9

TABELA 4 – Volume de água a adicionar a 100 mL de álcool de 90,5 a 100 % em volume para obtenção de álcool a 90 % v/v

Grau Alcoólico Real % em volume	Volume de água a adicionar (mL)
100,0	13,2
99,5	12,5
99,0	11,8
98,5	11,1
98,0	10,4
97,5	9,7
97,0	9,0
96,5	8,3
96,0	7,7
95,5	7,0
95,0	6,4
94,5	5,7
94,0	5,1
93,5	4,4
93,0	3,8
92,5	3,1
92,0	2,5
91,5	1,8
91,0	1,2
90,5	0,5

Referência bibliográfica

BRASIL, Leis, Decretos, etc. Portaria nº 76, de 27 de nov de 86, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3-12-86. Seção I. p. 18152-18174.

227/IV Bebidas fermento-destiladas – Metanol

Este método é aplicável em bebidas alcoólicas e se baseia numa reação de oxidação do metanol pelo permanganato de potássio, formando formaldeído, que reage com o sal do ácido cromotrópico, conferindo cor.

Material

Banho-maria, espectrofotômetro UV/VIS, termômetro, cubeta de 10 mm, pipetas volumétricas de 1, 2, e 5 mL, pipeta graduada de 10 mL e balões volumétricos de 50 e 100 mL.

Reagentes

Ácido sulfúrico

Álcool grau espectrofotométrico

Metanol grau espectrofotométrico

Isopropanol grau espectrofotométrico

Sulfito de sódio ou bissulfito de sódio

Solução de permanganato de potássio a 3% em solução de ácido fosfórico a 15% – Pipete 15 mL de ácido fosfórico (85%, $d = 1,69$) e dilua com água, acrescente 3 g de KMnO_4 e complete o volume a 100 mL num balão volumétrico.

Solução do sal dissódico dihidratado do ácido cromotrópico ($\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) a 5% – Dissolva 5 g do sal em 100 mL de água. Se a solução não estiver clara, filtre. A solução deve ser preparada semanalmente. O sal ou o ácido podem ser usados.

Purificação do ácido cromotrópico – Se a leitura da absorbância do branco for maior que 0,05, purifique o reagente dissolvendo 10 g de ácido cromotrópico ou seu sal sódico em 25 mL de água. Adicione 2 mL de ácido sulfúrico à solução aquosa de sal para a conversão para ácido livre. Adicione 50 mL de metanol. Aqueça até a ebulição, e filtre. Adicione 100 mL de isopropanol para precipitar o ácido cromotrópico livre (adicione mais isopropanol para aumentar o rendimento do ácido purificado).

Preparação da amostra – Utilize o destilado da amostra, o qual foi obtido para a determinação da graduação alcoólica e dilua para uma concentração de álcool etílico de 5 a 6% em volume. Prepare um branco de álcool etílico a 5,5%. Uma solução padrão contendo 0,025% de metanol em solução de álcool etílico a 5,5% deve ser preparada (v/v). Se a concentração de metanol (em volume) na amostra for maior ou igual a 0,05%, dilua aproximadamente à concentração de 0,025% de metanol com álcool etílico a 5,5% (v/v). Para amostras que contenham concentração de metanol menor ou igual a 0,05% utilize uma quantidade maior de amostra e destile novamente, recolhendo o destilado em um balão de menor volume do que o inicial, de modo a realizar uma concentração da mesma.

Procedimento – Pipete 2 mL da solução de permanganato de potássio para um balão volumétrico de 50 mL. Resfrie em banho de gelo. Adicione 1 mL da solução da amostra diluída e deixe por 30 minutos em banho de gelo. Descore com um pouco de bissulfito de sódio e adicione 1 mL da solução de ácido cromotrópico. Adicione lentamente 15 mL de ácido sulfúrico com agitação e coloque em banho de água quente (60-75°C) por 15 minutos. Resfrie e complete o volume com água à temperatura ambiente. Faça a leitura da absorbância

a 575 nm contra um branco de álcool a 5,5% tratado da mesma forma que a amostra. Trate a solução-padrão de 0,025% de metanol (em álcool a 5,5%) da mesma maneira que a amostra e faça a leitura da absorbância A_p . A diferença entre as temperaturas do padrão e da amostra não deve ser maior que 1°C, pois a temperatura afeta a leitura da absorbância. Se a cor da amostra for muito intensa, dilua com o branco preparado como acima, até no máximo três vezes.

Cálculo

$$\frac{A \times 2,5 \times f}{A_p \times G} = \text{metanol, mL por 100 mL de álcool anidro}$$

A = absorbância da amostra

f = fator de diluição da amostra

A_p = absorbância da solução padrão

G = graduação alcoólica

Referência bibliográfica:

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 958.04)
Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 26. p. 15.

228/IV Bebidas fermento-destiladas – Determinação de metanol e componentes secundários

Este método é utilizado para determinar as concentrações de metanol e componentes secundários em bebidas alcoólicas por cromatografia em fase gasosa. As bebidas alcoólicas destiladas como aguardente, whisky, conhaque, vodca, rum e tequila, não requerem destilação prévia, entretanto, as que apresentarem resíduo seco superior a 0,4 g/100 mL devem ser destiladas antes de serem analisadas.

Material

Balança analítica, cromatógrafo a gás com controle de programação de temperatura de coluna, provido de detector de ionização de chama (FID). Colunas cromatográficas que podem ser utilizadas nesta análise: coluna empacotada: fase estacionária: 1) Carbowax 20M 5% ou similar; suporte: Carbopack B, 80/120 mesh; comprimento: 2 m; diâmetro interno: 2 mm; coluna capilar de sílica fundida: fase estacionária Carbowax ou similar; comprimento: 60 m; diâmetro interno: 0,25 mm; espessura do filme: 0,25 µm.: 2) Coluna megabore: fase es-

tacionária Carbowax ou similar, comprimento 30 m, diâmetro interno 0,53 mm; ou qualquer outra coluna que permita a separação dos compostos de interesse com satisfatórias eficiência e resolução. Gases de arraste: nitrogênio (pureza 99,999% para coluna empacotada) e hidrogênio (pureza 99,999% para colunas capilar e megabore). Gases auxiliares para FID: hidrogênio (pureza 99,999%), nitrogênio (pureza 99,999%) e ar sintético (pureza 99,999%). Microsseringa de 10 µL, graduada em 0,1 µL, pipetas graduadas de 1 e 10 mL, balões volumétricos de 10 e 100 mL, proveta de 100 mL e funil.

Reagentes

Álcool absoluto

Acetaldeído

Metanol

Acetato de etila

n-Propanol

Isobutanol

n-Butanol

2-Metilbutanol

3-Metilbutanol

3-Pentanol (padrão interno)

Nota: o álcool absoluto e todos os padrões devem ter grau cromatográfico. Acetaldeído deve ser estocado no escuro à temperatura de freezer e os demais devem ser estocados sob refrigeração.

Solução-padrão estoque A – Tare um balão volumétrico de 100 mL e adicione 20 a 40 mL de álcool etílico absoluto. Pese cada padrão individualmente, conforme tabela abaixo. Complete o volume com álcool e pese. Agite a mistura para homogeneizar. Anote as massas de cada padrão adicionado e a massa total da solução.

Padrão	V (mL)
acetaldeído	0,8
metanol	2,0
acetato de etila	2,0
n-propanol	1,5
isobutanol	2,5
n-butanol	0,5
2-metilbutanol	1,0
3-metilbutanol	2,5

Solução-padrão interno estoque B – Pese 2,5 mL de 3-pentanol em um balão volumétrico de 100 mL tarado, contendo 20 a 40 mL de álcool. Complete com álcool e pese. Agite para homogeneizar. Anote as massas do frasco vazio, do padrão interno e da solução total.

Solução de álcool etílico a 40% v/v – Transfira 40 mL de álcool para uma proveta ou balão volumétrico de 100 mL e complete o volume com água.

Solução-padrão de trabalho C – Transfira 1 mL da solução A e 1 mL da solução B para um balão volumétrico de 100 mL tarado, contendo 20 a 40 mL de álcool etílico a 40% v/v. Pese após cada adição. Complete o volume com álcool a 40% e agite para homogeneizar. Anote as massas do frasco vazio, de cada solução adicionada e da solução total.

Solução D – Prepare esta solução utilizando a solução-padrão estoque A. Pipete 1 mL da solução A para um balão volumétrico de 100 mL tarado, contendo 20 a 40 mL de álcool a 40% v/v e pese. Complete o volume com álcool a 40% v/v e pese. Agite. Anote as massas do frasco vazio, da solução A e da solução total.

Solução-padrão interno de trabalho E – Pipete 10 mL da solução-padrão interno estoque - B para um balão volumétrico de 100 mL tarado, contendo 20 a 40 mL de álcool a 40% v/v e pese. Complete o volume com álcool a 40% v/v e pese novamente. Agite vigorosamente para homogeneizar. Anote as massas do frasco vazio, da solução adicionada e da solução total.

Todas as soluções devem ser estocadas à temperatura de 4 a 8°C. As soluções C e E devem ser preparadas mensalmente, as soluções A e B a cada 6 meses, e a solução D deve ser preparada sempre que houver interesse em checar os resultados. Os rótulos dos frascos devem conter informações quanto à identificação das soluções e as datas de preparação.

Procedimento

Preparação da amostra: pese em um balão volumétrico de 10 mL, tarado, 9 mL da amostra; em seguida, adicione 1 mL da solução-padrão interno de trabalho (E) e pese. Agite. Anote as respectivas massas.

Solução D adicionada de padrão interno (de controle de qualidade de trabalho): pese em um balão volumétrico de 10 mL, tarado, 9 mL da solução D; em seguida, adicione 1 mL da solução de padrão interno de trabalho (E) e pese. Agite. Anote as respectivas massas.

Análise cromatográfica

Condições de operação do cromatógrafo a gás:

a) coluna empacotada:

Programação da temperatura do forno: temperatura inicial: 70°C por 4min; 6°C por min

até 118°C (por 1 min); 5°C por min até 160°C (por 10 min).

Temperatura do injetor: 200°C

Temperatura do detector: 250°C

Vazão do Gás de arraste (N₂): 30 mL/ min

Vazão do H₂ (chama): 20 mL/ min

Vazão do Ar: 175 mL/ min

b) coluna capilar:

Programação da temperatura do forno: temperatura inicial: 40°C por 4 min; 15°C por min até 60°C (por 5 min); 30°C por min até 170°C (por 10 min).

Temperatura do injetor: 200°C

Temperatura do detector: 250°C

Vazão do Gás de arraste (H₂): 1 mL/ min

Vazão do H₂ (chama): 20 mL/ min

Vazão do Ar: 175mL/ min

Vazão do N₂ (make-up): 25 a 30 mL/min

Razão de divisão: 1:100 *split*

Injete 1,0 µL da solução-padrão de trabalho C no cromatógrafo e identifique os picos dos componentes pelos respectivos tempos de retenção. Repita a injeção no mínimo quatro vezes.

Amostra – Injete 1 µL da solução da amostra e identifique os picos dos componentes secundários, seguindo exatamente as mesmas condições. Repita a injeção no mínimo quatro vezes.

Quando houver interesse, injete 1 µL da solução de controle de qualidade de trabalho D (adicionada de padrão interno).

Cálculos

Cálculo utilizando software que acompanha o cromatógrafo: siga as instruções do manual do equipamento para cálculos com padronização interna.

Cálculos manuais: cálculo dos fatores de correção. Os fatores de correção são obtidos a partir dos cromatogramas gerados pela solução-padrão de trabalho - C para cada componente secundário.

$$\frac{C_{\text{comp}} \times A_{\text{PI}}}{C_{\text{PI}} \times A_{\text{comp}}} = \text{fator de correção do composto}$$

A_{PI} = área do pico do padrão interno do cromatograma da solução C
 A_{comp} = área do pico de cada composto do cromatograma da solução C
 C_{PI} = concentração do padrão interno (mg/100 g) na solução C
 C_{comp} = concentração do composto (mg/100 g) na solução C

A concentração de cada composto é calculada a partir do cromatograma da amostra e é expressa em mg por 100 g:

$$\frac{A_{compA} \times FC_{comp} \times C_{PIA}}{A_{PIA}} = \text{concentração do composto mg/100 g}$$

A_{compA} = área do pico do composto do cromatograma da amostra
 A_{PIA} = área do pico do padrão interno do cromatograma da amostra
 FC_{comp} = fator de correção do composto obtido a partir da solução C
 C_{PIA} = concentração do padrão interno na solução da amostra (mg por 100 g)

Cálculo da concentração de cada composto, expressa em mg por 100 mL de álcool anidro:

$$\frac{C_{comp} \times dabs \times 100}{G} = C$$

C = concentração do composto (mg/100 mL de álcool anidro)
 C_{comp} = concentração do composto, expressa em mg/100 g
 $dabs$ = densidade absoluta da amostra
 G = graduação alcoólica da amostra, em % v/v

Referências bibliográficas

MARTIN, G.E.; BURGGRAFF, J.M.; DYER, R.H.; BUSCEMI, P.C. Gas-liquid chromatography determination of congeners in alcohol products, **Journal of the A.O.A.C.**, v. 64, p. 186-190, 1981.

NAGATO, L.A.F.; DURAN, M.C.; CARUSO, M.S.F.; BARSOTTI, R.C.F.; BADOLATO, E.S.G. Monitoramento da autenticidade de amostras de bebidas alcoólicas enviadas ao Instituto Adolfo Lutz em São Paulo. **Rev. Ciênc. Tecnol. Alimentos**, Campinas, v. 21, n.1, p. 39-42, 2001.

229/IV Bebidas fermento-destiladas – Determinação de carbamato de etila ou uretana por cromatografia a gás e detecção por espectrometria de massa

Este método é utilizado para a determinação de carbamato de etila em bebidas destiladas. A identificação é feita pela comparação dos tempos de retenção dos picos da amostra e do padrão, injetados nas mesmas condições, além da verificação da presença dos íons de razão massa/carga 74 e 89. A quantificação de carbamato de etila em amostras de bebidas destiladas é feita pelo método de monitoramento seletivo de íons (SIM) para o fragmento de massa m/e 62, calculando-se a concentração de carbamato de etila pelo método de padronização interna, sendo o carbamato de *n*-propila empregado como padrão interno.

Material

Balança analítica, cromatógrafo a gás acoplado ao detetor de massa (analisador de massa quadrupolo), gás de arraste hélio (pureza 99,999%), nitrogênio comum para secagem, pipetas de 0,1, 0,2 e 0,5 mL, pipetas volumétricas de 1, 2, e 5 mL, *vials* de 1 ou 2 mL com fundo cônico, balões volumétricos de 50 e 100 mL e frascos de vidro ou balões volumétricos de 25 mL.

Reagentes

Metanol - grau cromatográfico

Carbamato de etila - pureza 99%

Carbamato de *n*-propila (padrão interno) - pureza 99%

Metanol grau cromatográfico

Soluções-padrão de carbamato de etila e de *n*-propila – Prepare, em metanol, soluções de carbamato de etila e de *n*-propila, no mínimo, em três concentrações (100, 300 e 500 $\mu\text{g}/\text{kg}$) de carbamato de etila e concentração ao redor de 300 $\mu\text{g}/\text{kg}$ para o carbamato de *n*-propila (padrão-interno)

Procedimento – Pese aproximadamente 20 g de amostra e adicione solução-padrão interno de carbamato de *n*-propila na concentração aproximada de 300 $\mu\text{g}/\text{kg}$ em relação à massa de amostra e agite. Pipete 0,2 mL desta solução para um frasco de vidro (*vial*) e evapore cuidadosamente com nitrogênio comum em banho de água à temperatura de 35°C, não deixando secar totalmente. Adicione 0,2 mL de metanol ao frasco e homogeneíze. Este mesmo procedimento é aplicado para as soluções-padrão. Injete 1 μL das soluções-padrão no cromatógrafo, modo *splitless*, monitoramento do íon 62/SIM e 1 μL das soluções da amostra, no mínimo, em triplicata.

Condições de operação do cromatógrafo a gás acoplado ao detector de massa – coluna capilar DBwax - 30 m x 0,25 mm (J&W Scientific), espessura do filme 0,25 µm; programação da temperatura da coluna: de 50 a 90°C a 30°C/min, estável por 3 min, de 90 a 147°C a 5°C/min e até 220°C a 20°C/min, ficando nesta temperatura por 5 min. Tempo total da corrida de 25 min; gás de arraste hélio - 50 kPa; temperatura do injetor a 220°C; temperatura da interface a 250°C; fonte de íons a 250°C; sistema de ionização: impacto de elétrons a 70 eV; analisador de massa quadrupolo; injeção sem divisão da amostra de 1 min (*splitless*); tempo de espera de corrida do cromatograma para ser ligado o detector de massa de 9 min.

Cálculo

A quantificação de carbamato de etila em amostras de bebidas destiladas é feita pelo método de monitoramento seletivo de íons (SIM) para o fragmento de massa m/e 62, calculando-se a concentração de carbamato de etila pelo método de padronização interna, sendo o carbamato de n-propila empregado como padrão interno.

Referência bibliográfica

NAGATO, L. A. F., SILVA, O. A., YONAMINE, M., PENTEADO, M. De V. C. Quantitation of ethyl carbamate (EC) by gas chromatography and mass spectrometric detection in distilled spirits. **Alimentaria**, Madrid, n. 311, p. 31-36, 2000.

230/IV Bebidas fermento-destiladas – Determinação de cobre

Este método aplica-se à determinação de cobre em bebidas fermento-destiladas, utilizando-se a técnica de espectrometria de absorção atômica, pelo método de adição de padrão.

Material

Espectrômetro de absorção atômica, balões volumétricos de 50 e 200 mL e pipetas volumétricas de 1, 2, 5 e 10 mL

Reagentes

Solução de álcool a 8%

Solução padrão de cobre a 1000 mg/L

Solução-Padrão de cobre a 5 mg/L – Pipete 1 mL da solução-padrão de cobre 1000 mg/L em um balão volumétrico de 200 mL e complete o volume com água.

Procedimento – Preparação da curva padrão: em 4 balões volumétricos de 50 mL contendo 10 mL da amostra em cada um, adicione, respectivamente, alíquotas de 2, 5, e 10 mL da solução-padrão de 5 mg/L de cobre, sendo que, em um dos balões não adicione a solução padrão. Complete o volume com água. A concentração final de cobre em cada balão será, respectivamente, 0; 0,2; 0,5; e 1 mg/L. Zere o equipamento com a solução de álcool etílico a 8% em água. Leia a absorbância destas soluções em 324,8 nm, usando chama oxidante ar/acetileno. Construa um gráfico de absorbância x concentração. Prolongue a reta de modo a cortar o eixo das abscissas. O ponto de intersecção na abscissa corresponde à concentração de cobre na amostra diluída (**Figura 1**). Multiplique este valor por 5 para obter a concentração de cobre na amostra (mg de Cu/L). Caso o equipamento apresente recurso de programação para o método de adição de padrão, utilize-o para estabelecer a curva de calibração. Consulte o manual do equipamento para efetuar a programação.

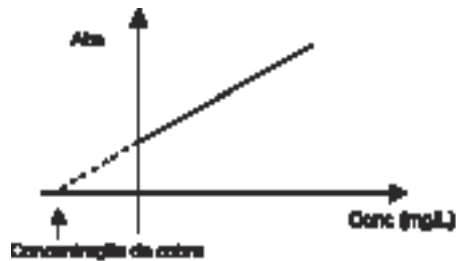


Figura 1 - Cálculo da concentração de cobre.

Referência Bibliográfica

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 967.08) Arlington: A.O.A.C., 1995, chapter 26. p. 6-7.

Bebidas fermentadas

Estão incluídos neste capítulo os vinhos de mesa, vinhos espumantes, licorosos, compostos, fermentado de cana, fermentado de frutas, hidromel, filtrado doce, mistela, jeropiga, saquê, sidra e cerveja. Com exceção desta última, todas as outras bebidas alcoólicas fermentadas são analisadas, em alguns aspectos, da mesma maneira que o vinho. Na análise destes produtos, as determinações usuais são, entre outras, exame preliminar, densidade

relativa, álcool em volume, pH, acidez total, volátil, acidez fixa, extrato seco, açúcares redutores em glicose, açúcares não redutores em sacarose, sulfatos, extrato seco reduzido, relação álcool em peso/extrato seco reduzido, cinzas (**018/IV**), alcalinidade das cinzas, cloretos, dióxido de enxofre, taninos, metanol, corantes artificiais (**051/IV**), minerais e contaminantes inorgânicos (**cap. XXIII**).

Vinhos

231/IV Bebidas fermentadas – Exame preliminar de vinhos

O exame físico da amostra, antes e no momento da abertura da embalagem, é importante especialmente no caso dos vinhos e seus derivados, pois estes são susceptíveis à modificações provenientes de causas diversas.

Procedimento – Antes da abertura da embalagem, observe: aparência - se o produto apresenta o aspecto límpido ou turvo, se há presença de depósito ou não; cor - se o produto apresenta tonalidade própria ou imprópria; condições da embalagem - estado da embalagem, vazamentos e sistema de vedação; formação de gás. No momento da abertura da embalagem, verifique: aparência - se apresenta carbonatação conforme a característica do produto ou se há presença de gás devido a alguma anormalidade; odor - se típico (vinoso), estranho ou alterado (acético); sabor - caso seja necessário por degustação, avalie se o produto é seco, doce, próprio, estranho ou alterado (acético).

Referência Bibliográfica

BRASIL, Leis, Decretos, etc - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

232/IV Bebidas fermentadas – Preparação da amostra de vinhos

Determine imediatamente, após a abertura da embalagem, os compostos que são sujeitos à alteração, tais como álcool e ácidos voláteis. Filtre, se necessário. Nos casos de bebidas gasificadas, elimine o CO₂, utilizando um agitador magnético ou banho de ultrassom.

233/IV Vinhos — Álcool em volume ou grau alcoólico

Este método aplica-se a amostras de bebidas fermentadas. Baseia-se na destilação do álcool da amostra e posterior quantificação pela medida da densidade relativa do destilado a 20°C.

Material

Conjunto de destilação ou equipamento destilador por arraste de vapor, chapa aquecedora, condensador de serpentina 40 cm, conexão com bola de segurança, balão volumétrico de 100 mL, funil, bastão de vidro, pérolas de vidro e termômetro.

Procedimento: Ajuste a temperatura da amostra a 20°C e meça 100 mL em um balão volumétrico. Transfira para o recipiente do aparelho destilador (adicione pérolas de vidro) ou para o borbulhador do aparelho de arraste a vapor, com auxílio do bastão de vidro. Lave o balão volumétrico 4 vezes com água destilada e destile a amostra. Recolha o destilado no próprio balão volumétrico inicialmente usado, em pelo menos $\frac{3}{4}$ do volume tomado de amostra. Complete o volume com água destilada. Determine a densidade relativa à 20°C/20°C e obtenha a graduação alcoólica a partir da **Tabela 1**. Se necessário, especialmente nos vinhos novos, adicione uma pequena quantidade de material anti-espumante, para prevenir a formação de espuma durante a destilação. No caso de vinhos que contenham uma quantidade elevada de ácido acético, neutralize exatamente com solução de hidróxido de sódio 0,1 N (volume calculado a partir da determinação de acidez), antes de proceder à destilação. A neutralização é desnecessária em vinhos que apresentam sabor e odor normais.

Referências Bibliográficas

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 920.57) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 28. p. 1.

BRASIL, Leis, Decretos, etc - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

234/IV Vinhos – Álcool em peso

Aplicável para se determinar a porcentagem de álcool em peso em bebidas alcoólicas fermentadas. Considera-se como álcool em peso, por 100 mL, o resultado da multiplicação da graduação alcoólica em volume, por 0,79 (densidade aproximada do álcool absoluto a 20°C).

Cálculo

$A \times 0,79 = \text{Álcool em peso por cento m/v}$

$A = \text{n}^\circ \text{ de mL de álcool em volume por cento}$

Referência Bibliográfica

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP 1985. p. 366.

235/IV Vinhos – Acidez total

Este método basea-se na titulação de neutralização dos ácidos com solução padronizada de álcali, com uso de indicador fenoftaleína para soluções claras de vinho e outras bebidas alcoólicas fermentadas ou com o pHmetro para soluções escuras.

Material

pHmetro, agitador magnético, barra magnética, pipeta volumétrica de 10 mL, frasco Erlenmeyer de 500 mL, béquer de 250 mL, bureta de 10 mL e pipeta graduada de 1 mL.

Reagentes

Solução de hidróxido de sódio 0,1 N ou 0,05 N

Solução de fenolftaleína

Procedimento - Pipete 10 mL da amostra descarbonatada em um frasco Erlenmeyer de 500 mL contendo 100 mL de água. Adicione 0,5 mL de fenolftaleína e titule com solução de hidróxido de sódio padronizada, até coloração rósea persistente ou transfira a amostra para um béquer e titule até o ponto de viragem (pH 8,2-8,4), utilizando o pHmetro.

Cálculo

$$\frac{n \times f \times N \times 1000}{V} = \text{acidez em mg/L}$$

n = volume em mL de solução de hidróxido de sódio gasto na titulação

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio

N = normalidade da solução de hidróxido de sódio

V = volume da amostra

Nota: a unidade de acidez é expressa em meq/L, para atender a legislação brasileira.

Referências bibliográficas

BRASIL, Leis, Decretos, etc - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 03 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP 1985. p.361.

236/IV Vinhos – Acidez volátil

Método utilizado para determinar a acidez volátil titulável de vinhos e outras bebidas fermentadas por volumetria, após a destilação por arraste de vapor.

Material

Chapa elétrica de aquecimento, pipeta volumétrica de 10 mL, aparelho de destilação de Cazenave-Ferré ou conjunto similar, gerador de vapor, frascos Erlenmeyer de 250 e 500 mL, refrigerante de Liebig ou de serpentina, bureta de 10 mL e pipeta de 1 mL.

Reagentes – *Os mesmos indicados no método 235/IV – acidez total.*

Procedimento – Transfira, com pipeta volumétrica, 10 mL da amostra no borbulador e 250 mL de água isenta de CO₂ no aparelho gerador de vapor de Cazenave-Ferré ou transfira a amostra para um conjunto similar de destilação por arraste de vapor. Conecte o condensador. Aqueça o aparelho de Cazenave-Ferré em chapa elétrica e leve à ebulição com a torneira de vapor aberta, a fim de eliminar o ar do conjunto e, eventualmente, o gás carbônico da água destilada. Em seguida, feche a torneira, para que o vapor de água borbulhe na amostra arrastando os ácidos voláteis. Recolha no mínimo 100 mL do destilado em um frasco Erlenmeyer de 250 mL, contendo 20 mL de água destilada. Adicione 1 mL de solução de indicador fenolftaleína. Titule rapidamente com solução de hidróxido de sódio padronizada, até coloração rósea persistente por 30 s.

Cálculo – *Usar fórmula do método 235/IV*

Nota: faça a correção da acidez volátil para amostras com anidrido sulfuroso.

Referências bibliográficas – indicadas no método **235/IV**

237/IV Vinhos – Acidez fixa

Este método é aplicável a vinhos e outras bebidas fermentadas. A acidez fixa é expressa, em meq/L, pela diferença entre a acidez total e a acidez volátil.

Cálculo

At - Av = acidez fixa, em meq/L

At = acidez total, em meq/L

Av = acidez volátil, em meq/L

Referências Bibliográficas

BRASIL, Leis, Decretos, etc - Portaria nº 76 de 27 de novembro de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 03 de dez. 1986. Seção I, p. 18152-18173.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP 1985. p. 361.

238/IV Vinhos - Extrato seco

Método A - aplicável a vinhos secos e outras bebidas fermentadas com extrato seco menor que 3 g/100 mL. O método avalia o resíduo seco (sólidos totais) da bebida, por evaporação e secagem em estufa.

Material

Cápsula de metal com fundo chato, com aproximadamente 8,5 cm de diâmetro, estufa, banho-maria, balança analítica, pipeta volumétrica de 20 ou 25 mL, dessecador e termômetro.

Procedimento – Transfira, com o auxílio de uma pipeta, 20 ou 25 mL da amostra para uma cápsula metálica de fundo chato, previamente aquecida em estufa a $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$, por uma hora, resfriada em dessecador e pesada. Evapore em banho-maria fervente até que o resíduo esteja aparentemente seco, ou até uma consistência xaroposa. Aqueça o resíduo em estufa a $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$, por 1 hora. Resfrie em dessecador e pese. Repita as operações em estufa e dessecador até peso constante.

Cálculo

$$\frac{1000 \times N}{v} = \text{extrato seco, em mL}$$

N = massa, em g de resíduo

v = volume da amostra, em mL

Referências Bibliográficas

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP 1985. p. 361.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 920.62) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 28. p. 4.

Método B – este método é aplicável a vinhos doces e outras bebidas fermentadas cujo conteúdo de extrato seco seja de (3 - 6)g/100 mL. Em amostras doces, o resultado de extrato seco pelo método gravimétrico, por secagem da amostra, pode apresentar erros, devido à alta temperatura utilizada e conseqüentemente queima do resíduo. O método avalia indiretamente o extrato seco pela medida da densidade relativa da amostra e do destilado alcoólico. O extrato seco total por litro é obtido mediante a fórmula de Tabarié.

Material

Balança analítica e picnômetro

Procedimento – determine a densidade relativa a 20°C/20°C diretamente da amostra de vinho. Determine a densidade relativa do destilado da amostra a 20°C/20°C (obtida na análise do grau alcoólico).

Cálculo

$$De = dv_c - dd + 1,0000$$

De = densidade relativa a 20°C/20°C do vinho sem álcool

dv_c = densidade relativa a 20°C/20°C do vinho corrigida em função da acidez volátil

dd = densidade relativa a 20°C/20°C do destilado alcoólico do vinho

Nota: antes de fazer o cálculo acima, a densidade da amostra deve ser corrigida em função da acidez volátil segundo a fórmula:

$$dv_c = dv - (0,0000086 \times A)$$

A = acidez volátil, em meq/L

dv = densidade relativa a 20/20°C do vinho

Como resultado de De (até a terceira casa decimal), faça a leitura do extrato seco total (g/L) correspondente na **Tabela 5**. Some a este resultado o valor que corresponde à quarta casa decimal da densidade, descrito na **Tabela de Ajuste**.

TABELA 5 – Teor do extrato seco total (g/L) a partir da densidade relativa a 20°C da mostra sem álcool (De)

Densidade até a 2ª. casa decimal	3ª casa decimal da densidade									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Gramas de extrato por litro										
1,00	0	2,6	5,1	7,7	10,3	12,9	15,4	18,0	20,6	23,2
1,01	25,8	28,4	31,0	33,6	36,2	38,8	41,3	43,9	46,5	49,1
1,02	51,7	54,3	56,9	59,5	62,1	64,7	67,3	69,9	72,5	75,1
1,03	77,7	80,3	82,9	85,5	88,1	90,7	93,3	95,9	98,5	101,1
1,04	103,7	106,3	109,9	111,6	114,2	116,8	119,4	122,0	124,6	127,2
1,05	129,8	132,4	135,0	137,6	140,3	142,9	145,5	148,1	150,7	153,3
1,06	155,9	158,6	161,2	163,8	166,4	169,0	171,6	174,3	176,9	179,5
1,07	182,1	184,8	187,4	190,0	192,6	195,2	197,8	200,5	203,1	205,8
1,08	208,4	211,0	213,6	216,2	218,9	221,5	224,1	226,8	229,4	232,0
1,09	234,7	237,3	239,9	242,5	245,2	247,8	250,4	253,1	255,7	258,4
1,10	261,0	263,6	266,3	268,9	271,5	274,2	276,8	279,5	282,1	284,8
1,11	287,4	290,0	292,7	295,3	298,0	300,6	303,3	305,9	308,6	311,2
1,12	313,9	316,5	319,2	321,8	324,5	327,1	329,8	332,4	335,1	337,8
1,13	340,4	343,0	345,7	348,3	351,0	353,7	356,3	359,0	361,6	364,3
1,14	366,9	369,6	372,3	375,0	377,6	380,3	382,9	385,6	388,3	390,9
1,15	393,6	396,2	398,9	401,6	404,3	406,9	409,6	412,3	415,0	417,6
1,16	420,3	423,0	425,7	428,3	431,0	433,7	436,4	439,0	441,7	444,4
1,17	447,1	449,8	452,4	455,2	457,8	460,5	463,2	465,9	468,6	471,3
1,18	473,9	476,6	479,3	482,0	484,4	487,4	490,1	492,8	495,5	498,2
1,19	500,9	503,5	506,2	508,9	511,6	514,3	517,0	519,7	522,4	525,1
1,20	527,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-

TABELA DE AJUSTE

4ª casa decimal da densidade	Gramas de extrato/L	4ª casa decimal da densidade	Gramas de extrato/L	4ª casa decimal da densidade	Gramas de extrato/L
1	0,3	4	1,0	7	1,8
2	0,5	5	1,3	8	2,1
3	0,8	6	1,6	9	2,3

Referência Bibliográfica

OFFICE INTERNATIONAL DE LA VIGNE ET DU VIN. **Recueil des methodes internationales d'analyse des vins et des mouts**, Paris: O.I.V., 1990. 85-89.

239/IV Bebidas fermentadas – Açúcares redutores em glicose

Este método volumétrico, aplicável a bebidas fermentadas, envolve a redução completa de um volume conhecido da solução de cobre (Solução de Fehling) por um volume de solução clarificada de açúcares redutores.

Material

Banho-maria, pipeta volumétrica de 50 mL, balão volumétrico de 100 mL, béquer de 150 mL, balão de fundo chato de 250 mL, chapa aquecedora, funil, papel de filtro e bureta de 10 ou 25 mL

Reagentes

Solução de hidróxido de sódio 0,1 M
 Solução saturada de acetato neutro de chumbo
 Soluções A e B de Fehling tituladas (**Apêndice I**)
 Oxalato de potássio ou de sódio, anidros
 Carvão ativo

Procedimento –Transfira, com auxílio de uma pipeta volumétrica, 50 mL da amostra para um béquer de 150 mL (para amostras com alto teor de açúcares, tome alíquotas menores). Neutralize exatamente com solução de hidróxido de sódio 0,1 M (o volume para a neutralização é calculado do resultado da acidez total). Evapore em banho-maria até eliminar todo o álcool. Resfrie e transfira com água para um balão volumétrico de 100 mL. Se necessário, adicione 1 mL da solução de acetato neutro de chumbo o suficiente para clarificar. Pode ser usada uma pequena quantidade de carvão ativo, para amostras escuras, suficiente para clarear a amostra. Misture, complete o volume com água e filtre, desprezando os primeiros mL do filtrado. Adicione ao filtrado oxalato de potássio ou de sódio anidros para precipitar o excesso de chumbo. Misture e filtre, descartando os primeiros mL filtrados e proceda conforme o método **038/IV**.

Referência Bibliográfica

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3 ed. São Paulo: IMESP 1985. p. 364.

240/IV Bebidas fermentadas – Açúcares não redutores, em sacarose

Material

Banho-maria, chapa aquecedora, pipeta volumétrica de 25 ou 50 mL, balão volumétrico de 100 mL, bureta de 10 ou 25 mL, balão de fundo chato de 250 mL, funil e papel de filtro.

Reagentes

Carbonato de sódio anidro

Ácido clorídrico

Solução saturada de acetato neutro de chumbo

Soluções A e B de Fehling tituladas (**Apêndice I**)

Carvão ativo

Oxalato de potássio ou de sódio

Procedimento – Pipete 25 ou 50 mL da amostra em um balão volumétrico de 100 mL. Adicione 1 mL de ácido clorídrico e aqueça em banho-maria por 1 hora aproximadamente, para hidrólise ácida da sacarose. Se necessário, clarifique a amostra e proceda conforme o método **240/IV**. Continue a determinação dos açúcares não redutores, em sacarose, seguindo a técnica indicada em glicídios não redutores em sacarose (**039/IV**).

Referência Bibliográfica

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 364.

241/IV Bebidas fermentadas – Sulfatos pelo método aproximativo de Marty

Este método semi-quantitativo é aplicável a vinhos e outras bebidas fermentadas. O método estima o conteúdo de sulfatos, por intermédio do tratamento da amostra com quantidades conhecidas de cloreto de bário. O precipitado de sulfato de bário formado é então separado por filtração. No filtrado, os sulfatos ou o cloreto de bário residuais são precipitados com a adição de cloreto de bário e ácido sulfúrico, respectivamente.

Material

Banho-maria, papel de filtro, tubos de ensaio, pipeta volumétrica de 10 mL, pipetas graduadas de 1, 5 e 10 mL e funil.

Reagentes

Ácido clorídrico

Licor de Marty: 2,804 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + 10 mL HCl, diluídos a 1000 mL com água

Solução de cloreto de bário a 10% m/v

Solução de ácido sulfúrico 0,5 M

Procedimento – Pipete 10 mL da amostra em 3 tubos de ensaio (A, B e C) e aqueça em banho-maria fervente durante 30 minutos para eliminação do ácido acético. Adicione no tubo de ensaio A, 3,5 mL, no tubo B, 5 mL e no tubo C, 7,5 mL do Licor de Marty. Agite e leve ao banho-maria em ebulição durante 5 minutos, resfrie e filtre. Divida o líquido filtrado de cada tubo em 2 volumes iguais nos tubos: a e a', b e b', c e c'. Adicione num dos tubos 1mL da solução de cloreto de bário a 10% e, no outro, 1 mL de solução de ácido sulfúrico 0,5 M.

Cálculo

Observe os tubos de ensaio da seguinte forma:

		TUBOS	K_2SO_4 (g/L)
A	a	Turvo com H_2SO_4	Menos de 0,7
		Límpido com BaCl_2	
	a'	Límpido com H_2SO_4	Mais de 0,7
		Turvo com BaCl_2	
B	b	Turvo com H_2SO_4	Menos de 1,0
		Límpido com BaCl_2	
	b'	Límpido com H_2SO_4	Mais de 1,0
		Turvo com BaCl_2	
C	c	Turvo com H_2SO_4	Menos de 1,5
		Límpido com BaCl_2	
	c'	Límpido com H_2SO_4	Mais de 1,5
		Turvo com BaCl_2	

Referências bibliográficas

BRASIL, Leis, Decretos, etc - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. *Diário Oficial*, Brasília, 3 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz.** v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 364-365.

242/IV Bebidas fermentadas – Extrato seco reduzido

Este cálculo é aplicado para vinhos de mesa tintos e brancos. O extrato seco reduzido é obtido pelo valor do extrato seco total diminuído dos açúcares totais que excedem 1 g/L e do sulfato de potássio que exceda 1 g/L.

Cálculo

$ES - (A - 1) - (S - 1) =$ extrato seco reduzido, em g/L

ES = extrato seco total (g/L)

A = açúcares totais, em g/L

S = sulfatos totais em g/L (despreze esse termo, quando o teor de sulfatos for menor que 1 g/L)

Referência Bibliográfica

BRASIL. Leis, Decretos, etc. Portaria nº 76 de 26 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3 de dez de 1986. Seção I, p. 18152-18173.

243/IV Vinhos – Relação entre álcool em peso e extrato seco reduzido

Este cálculo é aplicado para vinhos de mesa, tintos e brancos. A relação álcool em peso/extrato seco reduzido é obtida pela divisão do valor de álcool em peso pelo teor de extrato seco reduzido.

Cálculo

$$\frac{G \times 8}{ESR} = \text{relação álcool em peso/extrato seco reduzido}$$

G = graduação alcoólica da amostra de vinho de mesa, em % v/v

ESR = extrato seco reduzido em g/L

Referência Bibliográfica

BRASIL. Leis, Decretos, etc. Portaria nº 76 de 26 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3 de dez de 1986. Seção I, p. 18152-18173.

244/IV Bebidas fermentadas – Metanol

Este método é realizado por cromatografia a gás utilizando padrão interno. É aplicável tanto à amostras de bebidas fermentadas como outros tipos de bebidas alcoólicas.

Procedimento – Destile a amostra volumetricamente ou utilize a amostra destilada obtida

do procedimento de análise de grau alcoólico. Pese e adicione a solução de padrão interno e proceda como na determinação de metanol e componentes secundários, por cromatografia gasosa (228/IV).

Cervejas

A análise de cerveja inclui, entre outras, as determinações da densidade, grau alcoólico, acidez, teor de gás carbônico, extrato real, extrato aparente e extrato primitivo.

245/IV Cervejas – Preparação da amostra

Todas as determinações são realizadas na amostra descarbonatada. Para remover o CO₂ transfira a amostra para um béquer de 500 mL e agite com um bastão ou banho de ultra-som. Mantenha a temperatura da cerveja a (20-25)°C. Se necessário, remova algum material em suspensão filtrando a cerveja descarbonatada através de um filtro seco.

246/IV Cervejas – Álcool em volume a 20°C

Este método é utilizado para determinar o teor de álcool em volume em amostras de cerveja. A graduação alcoólica é obtida pela **Tabela 6**, de conversão da densidade relativa da amostra destilada.

Material

Conjunto de destilação, chapa de aquecimento, termômetro, balança analítica, balão volumétrico de 100 mL, funil de vidro e pérolas de vidro.

Procedimento – Transfira 100 mL da amostra para o conjunto de destilação; se necessário, adicione 1 ou 2 gotas de material antiespumante, para prevenir a formação de espuma durante a destilação. Recolha o destilado em um balão volumétrico de 100 mL, contendo 10 mL de água. Destile até aproximadamente $\frac{3}{4}$ do volume inicial, complete o volume com água e homogeneíze bem. Determine a densidade relativa desta solução a 20°C pelo picnômetro ou pelo densímetro digital automático. Utilize a **Tabela 1** para a conversão em porcentagem de álcool em volume.

Referência Bibliográfica

BRASIL, Leis, Decretos, etc - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3 de dez 1986. Seção I, p.18152-18173.

247/IV Cervejas – Álcool em peso

Este método é utilizado para determinar o teor de álcool em peso em amostras de cerveja. A graduação alcoólica é obtida a partir da conversão da densidade relativa da amostra destilada em porcentagem de álcool em peso, por meio de tabela.

Procedimento – Converta o valor da densidade relativa obtida em 247/IV, em peso, utilizando a **Tabela 6**.

TABELA 6 – Conversão da densidade relativa a 20°C/20°C em porcentagem de álcool em peso

Densidade Relativa	Álcool %	Densidade Relativa	Álcool %	Densidade Relativa	Álcool %	Densidade Relativa	Álcool %
1,00000	0,00	0,99777	1,20	0,99561	2,40	0,99354	3,60
0,99991	0,05	0,99768	1,25	0,99553	2,45	0,99346	3,65
0,99981	0,10	0,99759	1,30	0,99544	2,50	0,99337	3,70
0,99972	0,15	0,99750	1,35	0,99535	2,55	0,99329	3,75
0,99963	0,20	0,99741	1,40	0,99526	2,60	0,99320	3,80
0,99953	0,25	0,99732	1,45	0,99517	2,65	0,99312	3,85
0,99944	0,30	0,99723	1,50	0,99509	2,70	0,99303	3,90
0,99935	0,35	0,99714	1,55	0,99500	2,75	0,99295	3,95
0,99925	0,40	0,99705	1,60	0,99491	2,80	0,99286	4,00
0,99916	0,45	0,99695	1,65	0,99482	2,85	0,99278	4,05
0,99907	0,50	0,99686	1,70	0,99473	2,90	0,99270	4,10
0,99897	0,55	0,99676	1,75	0,99464	2,95	0,99262	4,15
0,99888	0,60	0,99668	1,80	0,99456	3,00	0,99253	4,20
0,99879	0,65	0,99659	1,85	0,99447	3,05	0,99245	4,25
0,99869	0,70	0,99650	1,90	0,99439	3,10	0,99237	4,30
0,99860	0,75	0,99641	1,95	0,99430	3,15	0,99229	4,35
0,99851	0,80	0,99632	2,00	0,99422	3,20	0,99221	4,40
0,99841	0,85	0,99623	2,05	0,99413	3,25	0,99212	4,45
0,99832	0,90	0,99614	2,10	0,99405	3,30	0,99204	4,50
0,99823	0,95	0,99606	2,15	0,99396	3,35	0,99196	4,55
0,99813	1,00	0,99597	2,20	0,99388	3,40	0,99188	4,60
0,99804	1,05	0,99588	2,25	0,99379	3,45	0,99179	4,65
0,99795	1,10	0,99579	2,30	0,99371	3,50	0,99171	4,70
0,99786	1,15	0,99570	2,35	0,99362	3,55	0,99163	4,75

Densidade Relativa	Álcool %	Densidade Relativa	Álcool %	Densidade Relativa	Álcool %	Densidade Relativa	Álcool %
0,99155	4,80	0,99018	5,65	0,98884	6,50	0,98762	7,30
0,99147	4,85	0,99010	5,70	0,98877	6,55	0,98755	7,35
0,99138	4,90	0,99002	5,75	0,98869	6,60	0,98747	7,40
0,99130	4,95	0,98994	5,80	0,98861	6,65	0,98740	7,45
0,99122	5,00	0,98986	5,85	0,98854	6,70	0,98732	7,50
0,99114	5,05	0,98978	5,90	0,98846	6,75	0,98725	7,55
0,99106	5,10	0,98970	5,95	0,98838	6,80	0,98717	7,60
0,99098	5,15	0,98962	6,00	0,98830	6,85	0,98710	7,65
0,99090	5,20	0,98954	6,05	0,98823	6,90	0,98702	7,70
0,99082	5,25	0,98946	6,10	0,98815	6,95	0,98695	7,75
0,99074	5,30	0,98938	6,15	0,98807	7,00	0,98687	7,80
0,99066	5,35	0,98931	6,20	0,98800	7,05	0,98680	7,85
0,99058	5,40	0,98923	6,25	0,98792	7,10	0,98672	7,90
0,99050	5,45	0,98915	6,30	0,98785	7,15	0,98664	7,95
0,99042	5,50	0,98908	6,35	0,98777	7,20	0,98657	8,00
0,99034	5,55	0,98900	6,40	0,98770	7,25	-	-
0,99026	5,60	0,98892	6,45	-	-	-	-

Referências Bibliográficas

BRASIL, Leis, Decretos, etc. - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial, Brasília, 3 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 368-370.

248/IV Cervejas – Extrato real pelo método 1

A determinação do extrato real por este método está baseada na pesagem do resíduo seco de um certo volume de amostra submetido à evaporação.

Material

Balança analítica, banho-maria, estufa ou estufa a vácuo, cápsula de níquel de 7 cm de diâmetro e 2 cm de altura e pipeta volumétrica de 20 mL

Procedimento – Transfira, com auxílio de uma pipeta, 20 mL de amostra descarbonatada, para uma cápsula de níquel previamente aquecida em estufa a $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ por 1 hora,

resfriada em dessecador e pesada. Aqueça em banho-maria até a secagem. Leve à estufa a $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ por 1 hora, resfrie à temperatura ambiente em dessecador e pese.

Cálculo

$$\frac{100 \times P}{V} = \text{extrato real \% m/v}$$

P = massa do resíduo, em g

V = volume da amostra, em mL

Referência bibliográfica

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 371-372.

249/IV Cervejas – Extrato real pelo método 2

Nste método, a porcentagem de extrato real é obtida pela conversão do valor da densidade relativa do resíduo de destilação, com auxílio da **Tabela 7**.

Material

Balança analítica, destilador, picnômetro, balão volumétrico de 100 mL, balão de destilação de 500 mL e funil de vidro

Procedimento – Este ensaio pode ser realizado utilizando-se o resíduo da destilação de 100 mL de amostra devidamente pesado. Transfira o resíduo para um balão volumétrico de 100 mL com água e acerte para a mesma massa inicial. Determine a densidade relativa a $20^\circ\text{C} / 20^\circ\text{C}$ utilizando picnômetro ou densímetro automático digital. Converta o valor da densidade relativa para extrato real utilizando a **Tabela 7**.

TABELA 7 – Conversão da densidade relativa a 20°C/20 °C em porcentagem de extrato

Densidade Relativa a 20°C/20°C	g Extrato em 100 g de solução	Densidade Relativa a 20/20°C	g Extrato em 100 g de solução	Densidade Relativa a 20°C/20°C	g Extrato em 100 g de solução
1,00000	0,00	1,00605	1,55	1,01213	3,10
1,00020	0,05	1,00624	1,60	1,01233	3,15
1,00039	0,10	1,00644	1,65	1,01253	3,20
1,00059	0,15	1,00663	1,70	1,01273	3,25
1,00078	0,20	1,00683	1,75	1,01292	3,30
1,00098	0,25	1,00702	1,80	1,01312	3,35
1,00117	0,30	1,00722	1,85	1,01332	3,40
1,00137	0,35	1,00742	1,90	1,01352	3,45
1,00156	0,40	1,00761	1,95	1,01371	3,50
1,00176	0,45	1,00781	2,00	1,01391	3,55
1,00195	0,50	1,00799	2,05	1,01411	3,60
1,00214	0,55	1,00820	2,10	1,01431	3,65
1,00234	0,60	1,00840	2,15	1,00451	3,70
1,00254	0,65	1,00859	2,20	1,01471	3,75
1,00273	0,70	1,00879	2,25	1,01490	3,80
1,00293	0,75	1,00897	2,30	1,01510	3,85
1,00312	0,80	1,00918	2,35	1,01530	3,90
1,00332	0,85	1,00938	2,40	1,01550	3,95
1,00351	0,90	1,00957	2,45	1,01570	4,00
1,00371	0,95	1,00977	2,50	1,01590	4,05
1,00390	1,00	1,00997	2,55	1,01609	4,10
1,00410	1,05	1,01016	2,60	1,01629	4,15
1,00429	1,10	1,01036	2,65	1,01649	4,20
1,00449	1,15	1,01056	2,70	1,01669	4,25
1,00468	1,20	1,01075	2,75	1,01689	4,30
1,00488	1,25	1,01095	2,80	1,01709	4,35
1,00507	1,30	1,01115	2,85	1,01729	4,40
1,00527	1,35	1,01134	2,90	1,01749	4,45
1,00546	1,40	1,01154	2,95	1,01769	4,50
1,00566	1,45	1,01174	3,00	1,01789	4,55
1,00585	1,50	1,01194	3,05	1,01808	4,60

Densidade Relativa a 20°C/20°C	g Extrato em 100 g de solução	Densidade Relativa a 20/20°C	g Extrato em 100 g de solução	Densidade Relativa a 20°C/20°C	g Extrato em 100 g de solução
1,01828	4,65	1,02511	6,35	1,03201	8,05
1,01848	4,70	1,02531	6,40	1,03221	8,10
1,01868	4,75	1,02551	6,45	1,03242	8,15
1,01888	4,80	1,02571	6,50	1,03262	8,20
1,01908	4,85	1,02592	6,55	1,03263	8,25
1,01928	4,90	1,02612	6,60	1,03283	8,30
1,01948	4,95	1,02632	6,65	1,03324	8,35
1,01969	5,00	1,02652	6,70	1,03344	8,40
1,01988	5,05	1,02672	6,75	1,03365	8,45
1,02008	5,10	1,02693	6,80	1,03385	8,50
1,02028	5,15	1,02713	6,85	1,03406	8,55
1,02048	5,20	1,02733	6,90	1,03426	8,60
1,02068	5,25	1,02753	6,95	1,03447	8,65
1,02088	5,30	1,02774	7,00	1,03467	8,70
1,02108	5,35	1,02794	7,05	1,03488	8,75
1,02128	5,40	1,02814	7,10	1,03503	8,80
1,02148	5,45	1,02835	7,15	1,03529	8,85
1,02169	5,50	1,02855	7,20	1,03549	8,90
1,02189	5,55	1,02875	7,25	1,03570	8,95
1,02209	5,60	1,02896	7,30	1,03591	9,00
1,02229	5,65	1,02916	7,35	1,03611	9,05
1,02249	5,70	1,02936	7,40	1,03632	9,10
1,02269	5,75	1,02956	7,45	1,03652	9,15
1,02289	5,80	1,02977	7,50	1,03673	9,20
1,02309	5,85	1,02997	7,55	1,03693	9,25
1,02329	5,90	1,03018	7,60	1,03714	9,30
1,02349	5,95	1,03038	7,65	1,03735	9,35
1,02370	6,00	1,03058	7,70	1,03755	9,40
1,02390	6,05	1,03079	7,75	1,03776	9,45
1,02410	6,10	1,03099	7,80	1,03796	9,50
1,02430	6,15	1,03119	7,85	1,03817	9,55
1,02450	6,20	1,03140	7,90	1,03838	9,60
1,02470	6,25	1,03160	7,95	1,03858	9,65
1,02490	6,30	1,03181	8,00	1,03879	9,70

Densidade Relativa a 20°C/20°C	g Extrato em 100 g de solução	Densidade Relativa a 20/20°C	g Extrato em 100 g de solução	Densidade Relativa a 20°C/20°C	g Extrato em 100 g de solução
1,03909	9,75	1,03941	9,85	1,03982	9,95
1,03929	9,80	1,03962	9,90	1,04003	10,00

Referências Bibliográficas

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 945.09) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 27. p. 4.

BRASIL, Leis, Decretos, etc. - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. *Diário Oficial*, Brasília, 3 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 372

250/IV Cervejas – Extrato aparente

Este método é utilizado para determinar o extrato aparente em amostras de cerveja. Esta determinação baseia-se na conversão do valor de densidade relativa diretamente da amostra em % de extrato aparente, por intermédio da **Tabela 7**.

Material

Balança analítica, picnômetro, frasco Erlenmeyer de 100 mL e funil de vidro

Procedimento filtre aproximadamente 100 mL de amostra descarbonatada e determine a densidade relativa a 20/20°C do filtrado. Converta o valor da densidade relativa em extrato aparente utilizando a **Tabela 7**.

Referências Bibliográficas

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 945.09) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 27. p. 4.

BRASIL, Leis, Decretos, etc. - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. *Diário Oficial*, Brasília, 03 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 375.

251/IV Cervejas – Extrato primitivo ou original

Este método é utilizado para determinar o extrato primitivo em amostras de cerveja. O extrato primitivo é obtido por meio de cálculo envolvendo os valores de teor alcoólico e extrato real segundo a fórmula de Balling.

Cálculo

Calcule o extrato primitivo segundo a seguinte fórmula e considere o resultado até a primeira casa decimal:

$$\frac{[(P \times 2,066) + Er] \times 100}{100 + (P \times 1,066)} = \text{extrato primitivo, em \% m/m}$$

P =% de álcool em peso

Er =% de extrato real

Referências Bibliográficas

BRASIL, Leis, Decretos, etc. - Portaria nº 76 de 27 de nov de 1986, do Ministério da Agricultura. *Diário Oficial*, Brasília, 03 de dez 1986. Seção I, p. 18152-18173.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 935.20) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 27. p. 4.

Bebidas alcoólicas por mistura

Estão incluídos neste ítem: licor, bebida alcóolica mista ou coquetel, batida, aperitivos e amargos (bitter, fernet, ferroquina) e aguardente composta.

A análise destes produtos inclui as seguintes determinações: álcool em volume, densidade, resíduo seco, glicídios totais em sacarose, acidez total, cinzas, componentes secundários, metanol, pesquisa de corantes orgânicos artificiais, cobre e eventualmente contaminantes inorgânicos. Essas determinações já estão descritas nos métodos de análise para bebidas alcóolicas destiladas e de determinações gerais.

Colaboradores

Letícia Araújo Farah Nagato; Miriam Solange Fernandes Caruso; Maria Cristina Duran; Maria de Fátima Henriques Carvalho e Cristiane Bonaldi Cano