|  |  |
| --- | --- |
| **NORMA CEDEAO** | **DHS ECOSTAND XX : 2022** |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
|  |  | **31-10-2022** |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | |  | |
|  | | **Produtos de mandioca - Etanol para uso industrial - Especificação** | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  | |  | |
|  |  | | **Número de referência**  **CD ECOSTAND XX : 2022(PT)**  **© ECOSTAND 2022** |
| NENHUMA CÓPIA SEM AUTORIZAÇÃO DA COMISSÃO CEDEAO, EXCEPTO CONFORME PERMITIDO PELA LEI DOS DIREITOS DE AUTOR | | | |

**Preâmbulo**

A Comunidade Económica dos Estados da África Ocidental (CEDEAO) foi criada a 28 de Maio de 1975 pelos Chefes de Estado e de Governo de quinze (15) Estados Membros como a Comunidade Económica da região. O tratado foi reafirmado em 1993.

Um dos mandatos importantes da CEDEAO é promover o estabelecimento de um mercado comum, o desenvolvimento e harmonização de normas e procedimentos e medidas de avaliação da conformidade, a fim de reduzir os obstáculos técnicos ao comércio, encorajar o comércio intra e internacional e reforçar a industrialização da região.

As normas da CEDEAO são elaboradas de acordo com as regras dadas nas Directivas ISO/CEI, Parte 2.

O trabalho de preparação das normas da CEDEAO é normalmente levado a cabo por comités técnicos da CEDEAO. Cada organismo membro interessado num assunto para o qual foi criado um comité técnico tem o direito de estar representado nesse comité. Organizações internacionais, governamentais e não governamentais, em ligação com a CEDEAO, também participam nos trabalhos.

A principal tarefa dos comités técnicos é a de preparar as normas da CEDEAO. Os projectos de normas harmonizadas da CEDEAO adoptados pelos comités técnicos são distribuídos aos Estados Membros para votação. A publicação como norma da CEDEAO requer a aprovação de pelo menos 75% dos Estados Membros votantes.

Chama-se a atenção para a possibilidade de que alguns dos elementos deste documento possam estar sujeitos a direitos de patente. A CEDEAO não pode ser considerada responsável pela identificação de tais direitos de patente.

O trabalho de preparação desta norma foi realizado pelo Comité de Harmonização Técnica 3 da CEDEAO (THC3) Química.

**NORMA REGIONAL DA CEDEAO DHS ECOSTAND XX : 2022(PT)**

**Etanol industrial - Especificações**

1. **Âmbito de aplicação**

Esta norma especifica os requisitos e métodos de amostragem e ensaio de etanol para uso industrial..

1. **Referências normativas**

Os seguintes documentos referenciados são essenciais para a aplicação do presente documento. Para referências datadas, apenas se aplica a edição citada. Para referências não datadas, aplica-se a última edição do documento referenciado (incluindo quaisquer emendas)

1. *ECOSTAND XX, Produtos de Mandioca - Boas Práticas de Fabrico (GMP)*
2. *ECOSTAND XX, Produtos à base de mandioca - Embalagem e rotulagem*
3. *ISO 759, Líquidos orgânicos voláteis para uso industrial - Determinação do resíduo seco após evaporação num banho de água - Método geral*
4. *ISO 1388-2, Etanol para uso industrial - Métodos de ensaio - Parte 2: Detecção da alcalinidade ou determinação da acidez com fenolftaleína*
5. *ISO 1388-3, Etanol para uso industrial - Métodos de ensaio - Parte 3: Estimativa do teor de compostos carbonílicos presentes em pequenas quantidades - Método fotométrico*
6. *ISO 1388-5, Etanol para uso industrial - Métodos de ensaio - Parte 5: Determinação do teor de aldeídos - Método colorimétrico visual*
7. *ISO 1388-6, Etanol para uso industrial - Métodos de ensaio - Parte 6: Teste de miscibilidade com água*
8. *ISO 1388-7, Etanol para uso industrial - Métodos de ensaio - Parte 7: Determinação do teor de metanol (teores de metanol entre 0,01 e 0,20 % (V/V)) - Método fotométrico.*
9. *ISO 1388-8, Etanol para uso industrial - Métodos de ensaio - Parte 8: Determinação do teor de metanol (teores de metanol entre 0,10 e 1,50 % (V/V)) - Método colorimétrico visual..*
10. *ISO 1388-12, Etanol para uso industrial - Métodos de ensaio - Parte 12: Determinação do tempo de permanganato.*
11. *ISO 2096, Gliceróis para uso industrial - Métodos de colheita de amostras*

**3. Definições**

Para os efeitos desta norma, aplicam-se as seguintes definições e termos :

**3.1**

**Etanol**

Líquido incolor, volátil e inflamável, produzido pela fermentação natural dos açúcares. O etanol é também chamado álcool ou álcool.

**3.2**

**matérias estranhas**

- Materiais inorgânicos como areia, vidro, metal, pedras, argila e lama e

- materiais orgânicos como palha, ervas daninhas, sementes e insectos ou fragmentos de insectos, pêlos de roedores.

**4. Requisitos de qualidade**

**4.1 Requisitos gerais de qualidade**

**4.1.1 O etanol deve ser produzido em conformidade com o ECOSTAND XXX sobre Boas Práticas de Fabrico de Produtos de Mandioca..**

**4.1.2** Etanol deve ser :

a) um líquido claro, incolor e homogéneo, livre de matérias estranhas em suspensão na avaliação visual; e

d) livre de qualquer cheiro, odor e/ou sabor estranho não característico do produto.

* + 1. **Matéria-prima**

O etanol deve ser preparado a partir de raízes de mandioca conformes ao ECOSTAND XXX e livres de contaminação fúngica e bacteriana.

* 1. **Requisitos físico-químicos**

O etanol deve estar em conformidade com os requisitos do Quadro 1, quando testado de acordo com o método de teste apropriado, tal como indicado no Quadro 1.

**Quadro 1 - Requisitos físico-químicos para o etanol**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Parâmetros** | Limites | **Métodos de teste** |
| Teor de etanol a 200C, % (v/v), min. | 95 | Anexo A |
| Miscibilidade com água (etanol : água), 1 :19 (v/v) | Não deve ser observada opalescência | ISO 1388-6 |
| Acidez (como CH3COOOH), % (m/m), máximo. | 0,005 | ISO 1388-2 |
| Resíduo de evaporação, % (m/m), máximo. | 0,005 | ISO 759 |
| Conteúdo de compostos carbonílicos (como acetaldeídos), % (m/m), máximo.. | 0,01 | ISO 1388-5 |
| Alcalinidade, % (m/m), máximo. | 0,005 | ISO 1388-2 |
| Tempo de permanganato, minuto, mínimo | 30 | ISO 1388-12 |
| teor de metanol (CH3OH), % (v/v), máximo | 0,01 | ISO 1388-7 or 8 |

1. **Embalagem e rotulagem**
   1. **Embalagem**

**5.1.1** A embalagem deve ser feita de acordo com os requisitos do ECOSTAND XXX sobre embalagem e rotulagem de produtos de mandioca .

* + 1. O tipo de material de embalagem deve ser acordado entre o fabricante e o cliente de acordo com os regulamentos regionais.
    2. Todos os recipientes utilizados devem estar secos, limpos e isentos de substâncias solúveis em etanol..
    3. O etanol deve ser embalado num recipiente bem selado para evitar a evaporação e contaminação.

**5.2 Rotulagem**

Para além dos requisitos do ECOSTAND XX (norma de embalagem e rotulagem dos produtos de mandioca), aplicam-se as seguintes disposições específicas :

* + 1. **Rotulagem dos contentores de venda a retalho**
* O nome do produto a ser rotulado é "etanol";
* - A percentagem de pureza; e
* - Precaução de segurança com as palavras "altamente inflamável ".
  + 1. **Rotulagem de contentores não retalhistas**

As informações relativas aos recipientes que não sejam de venda a retalho devem constar ou do recipiente ou dos documentos que o acompanham, excepto que o nome do alimento, a identificação do lote e o nome e endereço do fabricante ou embalador devem constar do recipiente. Contudo, a identificação do lote, e o nome e endereço do fabricante ou embalador podem ser substituídos por uma marca de identificação, desde que tal marca seja claramente identificável com os documentos de acompanhamento..

1. **Métodos de análise e amostragem**

A amostragem deve ser realizada em conformidade com a norma ISO 2096(para mudar).Os testes devem ser efectuados de acordo com os métodos especificados para cada requisito ou outros métodos validados equivalentes.

**ANEXO A**

**(Normativo)**

**DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ETANOL**

**A-1**  **GERAL**

Foram prescritos dois métodos para determinar o teor de etanol ou a força etanolífica. Ambos os métodos podem ser utilizados para a determinação rotineira do teor de etanol. No entanto, em caso de litígio, o método 2 deve ser tratado como um árbitro.

**A-2 MÉTODO 1- MÉTODO ALCOOMÉTRICO UTILIZANDO O HIDRÓMETRO**

Determinar o teor de etanol do etanol anidro utilizando o método abaixo:

O quadro 3 abaixo mostra a relação entre a densidade no vácuo, a densidade no ar e a força etanolífica, expressa em percentagem por volume ou por massa, a 20°C. Os valores para a densidade no vácuo são retirados das "Practical Alcohol Tables", Volume 2, publicado pela Comissão das Comunidades Europeias. Os valores da densidade do ar são calculados a partir da fórmula relativa às temperaturas (em C), percentagem por massa de etanol e densidades de vácuo (em kg/m3 ) dada na "Recomendação n.º 22" da Organização Internacional de Metrologia Legal. As densidades de vácuo foram convertidas para as densidades e massas de ar adoptadas na "Recomendação nº 13" desta Organização.

**Tabela A.1: Relação entre densidade no vácuo, densidade no ar e resistência ao etanol**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Força Etanolica  a 20 °C | | Densidade no vácuo (kg/m3) como indicado por um  por um hidrómetro de vidro tipo EEC em | | | | Densidade no ar (kg/m3)\* |
| %(V/V) | % (mlm) | 10 °C | 15 °C | 20 °C | 25 °C | 20 °C |
| 90,00 | 85,66 | 837,6 | 833,4 | 829,2 | 825,0 | 828,10 |
| 90,50 | 86,31 | 836,0 | 831,8 | 827,6 | 823,4 | 826,44 |
| 91,00 | 86,97 | 834,2 | 830,2 | 826,0 | 821,6 | 824,75 |
| 91,50 | 87,63 | 832,6 | 828,4 | 824,2 | 820,0 | 823,05 |
| 92,00 | 88,29 | 830,8 | 826,6 | 822,4 | 818,2 | 821,31 |
| 92,50 | 88,96 | 829,2 | 825,0 | 820,8 | 816,4 | 819,55 |
| 93,00 | 89,64 | 827,4 | 823,2 | 819,0 | 814,6 | 817,77 |
| 93,50 | 90,32 | 825,6 | 821,4 | 817,2 | 812,8 | 815,95 |
| 94,00 | 91,01 | 823,6 | 819,4 | 815,2 | 811,0 | 814,10 |
| 94,50 | 91,70 | 821,8 | 817,6 | 813,4 | 809,2 | 812,22 |
| 95,00 | 92,41 | 819,8 | 815,6 | 811,4 | 807,2 | 810,30 |
| 95,50 | 93,12 | 818,0 | 813,8 | 809,6 | 805,2 | 808,34 |
| 96,00 | 93,84 | 816,0 | 811,8 | 807,6 | 803,2 | 806.34 |
| 96,50 | 94,57 | 813,8 | 809,6 | 805,4 | 801,2 | 804,29 |
| 97,00 | 95,31 | 811,8 | 807,6 | 803,4 | 799,2 | 802,19 |
| 97,50 | 96,05 | 809,6 | 805,4 | 801,2 | 797,0 | 800,04 |
| 98,00 | 96,81 | 807,4 | 803,2 | 799,0 | 794,8 | 797,82 |
| 98,50 | 97,59 | 805,2 | 801,0 | 796,8 | 792,6 | 795,54 |
| 99,00 | 98,38 | 802,8 | 798,6 | 794,4 | 790,2 | 793,17 |
| 99,50 | 99,18 | 800,2 | 796,2 | 792,0 | 787,8 | 790,72 |
| 100,00 | 100,00 | 797,8 | 793,6 | 789,4 | 785,2 | 788,16 |
| **\*Os valores de densidade no ar são dados a cinco números significativos porque é possível determinar a densidade no ar com maior precisão do que a densidade no vácuo utilizando um hidrómetro.** | | | | | | |

**A-3 MÉTODO 2- MÉTODO CROMATOGRÁFICO DE GÁS**

**A-3.1 Geral**

Este método de ensaio abrange a determinação de etanol e outros componentes tais como aldeído, éster (como acetato de etilo), álcool metílico, n-propanol e álcool isoamílico em álcool rectificado desnaturado por cromatografia em fase gasosa.

**A-3.1.1** A análise cromatográfica aqui apresentada é apenas para informação e orientação.

**A-3.1.2** A água não pode ser determinada por este método de ensaio.

**A-3.1.3** Este método de ensaio é inadequado para impurezas que fervem a temperaturas superiores a 2250C ou para impurezas que causam pouca ou nenhuma resposta num detector de ionização de chama, tais como a água.

**A-3.2** Resumo do método de ensaio

**A-3.2.1** Uma alíquota representativa da amostra de etanol é introduzida num cromatógrafo de gás equipado com uma coluna capilar de sílica fundida com ligação metílica. Um gás de transporte adequado transporta a alíquota vaporizada através da coluna onde os componentes são separados pelo.

cromatografia. Os componentes são detectados por um detector de ionização de chama à medida que são removidos da coluna. O sinal do detector é processado por um sistema electrónico de aquisição de dados. Etanol, metanol e outros componentes são identificados através da comparação dos seus tempos de retenção com aqueles identificados através da análise de normas em condições idênticas. A concentração de todos os componentes é determinada em percentagem de massa através da normalização das áreas de pico.

**A-3.3 Equipamento**

A-3.3.1 Cromatógrafo a gás, capaz de funcionar nas condições listadas abaixo. É necessário um injector de flash aquecido concebido para fornecer uma injecção linear da amostra invertida (por exemplo 2;1) para uma introdução adequada da amostra. Os controlos de gás portador devem ser suficientemente precisos para assegurar a reprodutibilidade dos caudais das colunas e rácios de divisão para manter a integridade analítica. Os dispositivos e manómetros de controlo de pressão devem ser concebidos para atingir a velocidade linear requerida na coluna utilizada. É necessário um detector de ionização de chama de hidrogénio com controlos de gás associados e electrónica concebida para uma resposta óptima com colunas tabulares abertas.

A-3.3.2 Introdução da amostra - É utilizada uma injecção manual ou automática da amostra por seringa líquida no fraccionador. O equipamento capaz de injectar 0,1 a 0,5 ul é adequado. Deve notar-se que uma concepção inadequada do separador, uma técnica de injecção deficiente e uma sobrecarga da coluna podem resultar numa resolução deficiente. Evitar a sobrecarga, particularmente do pico do etanol, e eliminar esta condição durante a análise.

A-3.3.3 Coluna - Este método de ensaio utiliza uma coluna de sílica fundida tabular aberta com um revestimento interno de fase não polar (reticulada) de metilo silício. Qualquer coluna com eficiência e selectividade cromatográfica equivalente ou melhor do que as descritas em A-3.3.3.1 pode ser utilizada.

**Tabela A-2 - Programa de Temperatura de Coluna**

|  |  |
| --- | --- |
| Coluna | Coluna capilar revestida com 6% de cianopropilfenil, 94% de dimetilpolissiloxano. |
| Comprimento da coluna | 30 m |
| Diâmetro interno | 0.53 mm |
| Espessura do filme | 3 µm |
| Temperatura inicial | 40 ̊C |
| Tempo inicial de retenção | 5 min |
| Taxa do programa | 30̊C/ min |
| Temperatura final | 230 ̊C |
| Tempo de espera final | 2 min |

|  |  |
| --- | --- |
| Temperatura do injector | 140̊C |
| Razão de divisão | 2 ;1 |
| Tamanho da amostra | 0.1 to 0.5 µl |

**Detector**

|  |  |
| --- | --- |
| Tipo | Ionização das chamas |
| Temperatura | 240̊C |
| Gás portador | Nitrogénio (3 ml/min) |

**Tabela A-3 Tempo aproximado de retenção**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| SI N° | Nome do componente | Tempo de retenção (min) |
| i) | Acetaldeído | 3.96 |
| ii) | Álcool metílico | 4,20 |
| iii) | Álcool etílico | 5,65 |
| iv) | n- Propanol | 9,12 |
| v) | Acetato de etilo | 10,53 |
| vi) | Iso-Butanol | 12,75 |
| vii) | Benzeno | 13,46 |
| viii) | Aldeído de croton | 14,83 |
| ix) | n-Butanol | 15,50 |
| x) | Acetal | 17,78 |
| xi) | Álcool isoamílico | 20,88 |

**A-3.4 Procedimento**

Injectar 0,5 µl de cada padrão e amostra separadamente e registar o cromatograma. Calcular o acetaldeído, metanol, acetato de etilo, n-propanol e álcool isoamílico na amostra pelo método de normalização da área. Um cromatograma de gás típico usando FID mostrando o tempo de retenção é dado na Fig. A.1

NOTA- O tempo de retenção pode variar ligeiramente em função das condições reais da CG.

