

NORMA Oficial Mexicana NOM-142-SSA1-1995, Bienes y servicios. Bebidas alcohólicas. Especificaciones sanitarias. Etiquetado sanitario y comercial.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Salud.
NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-142-SSA1-1995. BIENES Y SERVICIOS. BEBIDAS ALCOHOLICAS. ESPECIFICACIONES SANITARIAS. ETIQUETADO SANITARIO Y COMERCIAL.

JOSE MELJEM MOCTEZUMA y CARMEN QUINTANILLA MADERO, Director General de Control Sanitario de Bienes y Servicios de la Secretaría de Salud y Directora General de Normas de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, respectivamente, por acuerdo de los Comités Consultivos Nacionales de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario y de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio, con fundamento en los artículos 34 y 39 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 3o. fracciones XXII y XXIV; 13 apartado A fracción I, 194 fracción I, 197, 199, 210, 217, 218, 393, 396 fracción I, 401 Bis, 401 Bis 1 y 401 Bis 2 de la Ley General de Salud; 1o., 3o. fracción XI, 38 fracciones II y VII, 39 fracción V, 40 fracciones I, VI, VIII, XI, XII y XIII; 41, 43, 44, 45, 46, 47 y 53 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 2o. fracción III inciso p), 1005, 1010, 1011 y 1022 y demás aplicables del Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios; 8o. fracción IV y 13 fracción I del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud; 9o. y 24 fracción I del Reglamento Interior de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial; 1o. y 2o. del Acuerdo que adscribe orgánicamente Unidades Administrativas de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, publicado en el **Diario Oficial de la Federación** el 3 de octubre de 1995, se permiten ordenar la publicación en el **Diario Oficial de la Federación** del proyecto de Norma Oficial Mexicana NOM-142-SSA1-1995, Bienes y Servicios. Bebidas Alcohólicas. Especificaciones Sanitarias. Etiquetado Sanitario y Comercial.

CONSIDERANDO

Que con fecha 3 de junio de 1996, en cumplimiento de lo previsto en el artículo 46 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, la Dirección General de Control Sanitario de Bienes y Servicios presentó al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario el anteproyecto de la presente Norma Oficial Mexicana.

Que con fecha 20 de septiembre de 1996, en el cumplimiento del acuerdo del Comité y de lo previsto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, se publicó en el **Diario Oficial de la Federación** el proyecto de la presente Norma Oficial Mexicana, a efecto que dentro de los siguientes noventa días naturales, posteriores a dicha publicación los interesados presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario.

Que con fecha previa, fueron publicadas en el **Diario Oficial de la Federación** las respuestas a los comentarios recibidos por el mencionado Comité, en términos del artículo 47 fracción III de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

Que en atención de las anteriores consideraciones, contando con la aprobación del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, y del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio, se expide la siguiente:

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-142-SSA1-1995. BIENES Y SERVICIOS. BEBIDAS ALCOHOLICAS. ESPECIFICACIONES SANITARIAS. ETIQUETADO SANITARIO Y COMERCIAL.**PREFACIO**

En la elaboración de la presente norma participaron los siguientes Organismos e Instituciones:

SECRETARIA DE SALUD

Dirección General de Control Sanitario de Bienes y Servicios

Laboratorio Nacional de Salud Pública

Consejo Nacional contra las Adicciones

SECRETARIA DE COMERCIO Y FOMENTO INDUSTRIAL

Dirección General de Normas

Dirección General de Política de Comercio Interior

INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL
Escuela Nacional de Ciencias Biológicas
Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
Facultad de Química
ACADEMIA NACIONAL DE MEDICINA
PROCURADURIA FEDERAL DEL CONSUMIDOR
Dirección General de Investigación Tecnológica
CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION
CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE LA CERVEZA Y DE LA MALTA
CAMARA REGIONAL DE LA INDUSTRIA TEQUILERA
SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACION Y CERTIFICACION, S.C.
ASOCIACION NACIONAL DE VITIVINICULTORES, A.C.
ASOCIACION NACIONAL DE PRODUCTORES DE AGUARDIENTES REGIONALES
ASOCIACION DE PRODUCTORES DE CHARANDA DE LA REGION DE URUAPAN DE MICHOACAN
ASOCIACION PROMOTORA DE LA INDUSTRIA DEL AGUAMIEL Y SUS DERIVADOS
LA MADRILEÑA, S.A. DE C.V.
MEZCAL MONTE ALBAN, S.A. DE C.V.
BACARDI Y CIA., S.A. DE C.V.
INDUSTRIAS VINICOLAS PEDRO DOMECH, S.A. DE C.V.
CASA CUERVO, S.A. DE C.V.
LICORES VERACRUZ, S.A. DE C.V.
SEAGRAM DE MEXICO, S.A. DE C.V.
BODEGAS COPA DE ORO, S.A. DE C.V.
DESTILADORA DE TARASCO, S.A. DE C.V.
ENVASADORA TELLEZ DE PUEBLA, S.A. DE C.V.
MEXICANA DE DESTILACION, S.A. DE C.V.

INDICE

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION
2. REFERENCIAS
3. DEFINICIONES
4. SIMBOLOS Y ABREVIATURAS
5. DISPOSICIONES SANITARIAS
6. ESPECIFICACIONES SANITARIAS
7. MUESTREO
8. METODOS DE PRUEBA
9. ETIQUETADO
10. ENVASE Y EMBALAJE

11. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES
12. BIBLIOGRAFIA
13. OBSERVANCIA DE LA NORMA
14. VIGENCIA
15. APENDICES NORMATIVOS
 - APENDICE A NORMATIVO
 - APENDICE B NORMATIVO
 - APENDICE C NORMATIVO

1. Objetivo y campo de aplicación

1.1 La presente Norma Oficial Mexicana tiene por objeto establecer las especificaciones sanitarias y disposiciones de etiquetado sanitario y comercial de las bebidas alcohólicas que se comercialicen en el territorio nacional.

1.2 Esta Norma Oficial Mexicana es de observancia obligatoria en el territorio nacional para las personas físicas o morales que se dedican a su proceso o importación. Quedan exceptuados los productos para exportación.

2. Referencias

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicanas o las que la sustituyan:

2.1 Norma Oficial Mexicana NOM-002-SCFI-1993, Productos preenvasados—Contenido neto—Tolerancias y métodos de verificación.

2.2 NOM-030-SCFI-2006, Información comercial. Declaración de cantidad en la etiqueta-Especificaciones.

2.3 Norma Oficial Mexicana NOM-117-SSA1-1994, Bienes y servicios. Método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, fierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrometría de absorción atómica.

2.4 Norma Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-1994, Salud ambiental. Agua para uso y consumo humano—Límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización.

2.5 Norma Oficial Mexicana NOM-251-SSA1-2009, Prácticas de higiene para el proceso de alimentos, bebidas o suplementos alimenticios.

[Modificación publicada en el DOF el 3 de enero de 2013]

3. Definiciones

Para fines de esta norma se entiende por:

3.1 **Aditivo alimentario (Aditivo):** cualquier sustancia que en cuanto tal no se consume normalmente como alimento, ni tampoco se usa como ingrediente básico en alimentos, tenga o no valor nutritivo, y cuya adición al producto con fines tecnológicos en sus fases de producción, elaboración, preparación, tratamiento, envasado, empaquetado, transporte o almacenamiento, resulte o pueda preverse razonablemente que resulte (directa o indirectamente) por sí o sus subproductos, en un componente del producto o un elemento que afecte a sus características (incluidos los organolépticos). Esta definición no incluye "contaminantes" o sustancias añadidas al producto para mantener o mejorar las cualidades nutricionales.

[Modificación publicada en el DOF el 3 de enero de 2013]

3.2 Alcohol etílico, es el producto obtenido por fermentación, principalmente alcohólica de los mostos de las materias primas de origen vegetal que contienen azúcares o de aquéllas que contienen almidones sacarificables (caña de azúcar, mieles incristalizables, jarabe de glucosa, jarabes de fructosa, cereales, frutas, tubérculos, entre otras) y que dichos mostos fermentados son sometidos a destilación y rectificación. Su fórmula es CH₃-CH₂-OH.

3.3 Añejamiento o Maduración, transformación lenta que permite al producto adquirir las características

sensoriales deseadas, por procesos fisicoquímicos que en forma natural tienen lugar durante su permanencia en recipientes de madera de roble blanco o encino. Para el caso de cerveza se pueden utilizar tanques metálicos diseñados apropiadamente, para este fin.

3.4 Bebida alcohólica, aquella obtenida por fermentación, principalmente alcohólica de la materia prima vegetal que sirve como base utilizando levaduras del género *Saccharomyces*, sometida o no a destilación, rectificación, redestilación, infusión, maceración o cocción en presencia de productos naturales, susceptibles de ser añejadas, que pueden presentarse en mezclas de bebidas alcohólicas y pueden estar adicionadas de ingredientes y aditivos permitidos por la Secretaría, con una graduación alcohólica de 2% a 55% en volumen a 20°C (293K).

3.5 Bebida alcohólica destilada, producto obtenido por destilación de líquidos fermentados que se hayan elaborado a partir de materias primas vegetales en las que la totalidad o una parte de sus azúcares fermentables, hayan sufrido como principal fermentación, la alcohólica, siempre y cuando el destilado no haya sido rectificado totalmente, por lo que el producto deberá contener las sustancias secundarias formadas durante la fermentación y que son características de cada bebida, con excepción del vodka, susceptibles de ser abocadas y en su caso añejadas o maduradas, pueden estar adicionadas de ingredientes y aditivos permitidos por la Secretaría.

3.6 Bebida alcohólica fermentada, es el producto resultante de la fermentación principalmente alcohólica de materias primas de origen vegetal, pueden adicionarse de ingredientes y aditivos permitidos por la Secretaría.

3.7 Bebidas alcohólicas preparadas y cócteles, productos elaborados a base de bebidas alcohólicas destiladas, fermentadas, licores genuinos o mezclas de ellos, pueden adicionarse de otros ingredientes y aditivos permitidos por la Secretaría.

3.8 Buenas prácticas de fabricación, conjunto de normas y actividades relacionadas entre sí, destinadas a garantizar que los productos tengan y mantengan las especificaciones requeridas para su consumo.

3.9 Coadyuvante de elaboración, sustancia o materia, excluidos aparatos, utensilios y los aditivos, que no se consume como ingrediente alimenticio por sí misma, y se emplea intencionalmente en la elaboración de materias primas, alimentos o sus ingredientes, para lograr alguna finalidad tecnológica durante el tratamiento o la elaboración, pudiendo dar lugar a la presencia no intencionada, pero inevitable, de residuos o derivados en el producto final.

3.10 Etiqueta, todo rótulo, marbete, inscripción, imagen u otra forma descriptiva o gráfica, ya sea que esté impreso, marcado, grabado, en relieve, hueco, estarcido o adherido al empaque o envase del producto.

3.11 Ingrediente, cualquier sustancia o producto, incluidos los aditivos, que se empleen en la fabricación o preparación de un alimento o bebida no alcohólica y esté presente en el producto final, transformado o no.

3.12 Licores, productos elaborados a base de bebidas alcohólicas destiladas, espíritu neutro, alcohol de calidad o común o mezcla de ellos y agua, aromatizados y saborizados con procedimientos específicos y a los cuales pueden agregarse ingredientes y aditivos permitidos por la Secretaría.

3.13 Límite máximo, cantidad establecida de aditivos, microorganismos, parásitos, materia extraña, plaguicidas, radionúclidos, biotoxinas, residuos de medicamentos, metales pesados y metaloides que no se deben exceder en un alimento, bebida o materia prima.

3.14 Lote, cantidad de un producto elaborado en un mismo lapso para garantizar su homogeneidad.

3.15 Metal pesado o metaloide, aquellos elementos químicos que causan efectos indeseables en el metabolismo aun en concentraciones bajas. Su toxicidad depende de la dosis en que se ingieran, así como de su acumulación en el organismo.

3.16 Métodos de prueba, procedimientos analíticos utilizados en el laboratorio para comprobar que un producto satisface las especificaciones que establece la norma.

3.17 Repetibilidad, es la precisión del sistema y es expresada como la concordancia obtenida entre determinaciones independientes de una misma preparación estándar bajo las mismas condiciones.

3.18 Reproducibilidad, es la precisión del método analítico y manifiesta la concordancia entre determinaciones independientes de una muestra homogénea del material que esté analizando bajo las mismas condiciones experimentales e introduciendo factores de variación; tiempo, analistas y equipos.

4. Símbolos y abreviaturas

Cuando en esta norma se haga referencia a los siguientes símbolos o abreviaturas se entiende por:

l	litro
mg	miligramo

ml	mililitro
% Alc. Vol.	por ciento de alcohol en volumen a 20°C
°C	grados Celsius
N	normalidad
X	signo de multiplicación
+	signo de adición o suma
%	por ciento
kg	kilogramo
g	gramo
µg	microgramos
min	minutos
nm	nanómetro
K	grados Kelvin
m	metro
cm	centímetro
mm	milímetro
±	más, menos
µl	microlitro
m/v	masa sobre volumen
/	por
BPF	buenas prácticas de fabricación
No.	número

Cuando en la presente norma se mencione:

Ley, debe entenderse que se trata de la Ley General de Salud.

Reglamento, debe entenderse que se trata del Reglamento de Control Sanitario de Productos y Servicios.

Acuerdo, debe entenderse que se trata del Acuerdo por el que se determinan los aditivos y coadyuvantes en alimentos, bebidas y suplementos alimenticios, su uso y disposiciones sanitarias.

[Modificación publicada en el DOF el 3 de enero de 2013]

5. Disposiciones sanitarias

Los productos objeto de esta norma, además de cumplir con lo establecido en la Ley y el Reglamento, deben ajustarse a las siguientes disposiciones:

5.1 El agua empleada en la elaboración de bebidas alcohólicas debe ser potable y cumplir con lo señalado en el Reglamento y en la norma correspondiente. De ser necesario podrá utilizarse agua destilada o desmineralizada.

5.2 En la elaboración de bebidas alcohólicas se deben seguir las BPF.

6. Especificaciones sanitarias

6.1 Como materia prima para la elaboración de bebidas alcohólicas, únicamente se permite el uso de alcohol etílico cuyo contenido de productos secundarios no exceda las siguientes especificaciones:

ESPECIFICACIONES	LIMITE MAXIMO
Metanol	mg/100 ml 100

Aldehídos	30
Furfural	4
Alcoholes superiores	200

6.2 Las bebidas alcohólicas, a excepción de las fermentadas, deben cumplir con las siguientes especificaciones:

ESPECIFICACIONES	LIMITE MAXIMO
	Valores expresados en mg/100 ml de alcohol anhidro.
Metanol	300
Aldehídos	40
Furfural	4
Alcoholes superiores (como aceite de fusel o alcoholes de peso molecular superior al alcohol etílico, expresados como alcohol amílico).	500*

* El límite máximo de alcoholes superiores para el Whisky y el Cognac no debe exceder de 1000 mg/ 100 ml de alcohol anhidro.

6.3 Las bebidas alcohólicas fermentadas deben cumplir con las siguientes especificaciones:

ESPECIFICACIONES	LIMITE MAXIMO
	mg/100 ml de alcohol anhidro
Metanol	300

6.4 Contaminación por metales pesados y metaloides

Las bebidas alcohólicas deben cumplir con las siguientes especificaciones:

ESPECIFICACIONES	LIMITE MAXIMO (mg/l)
Cobre (Cu)	2,0
Plomo (Pb)	0,5
Arsénico (As)	0,5
Zinc (Zn)	1,5

6.5 En la elaboración de los productos objeto de esta norma se pueden utilizar los aditivos establecidos en el acuerdo, bajo las especificaciones establecidas en el mismo.

[Modificación publicada en el DOF el 3 de enero de 2013]

6.6 Ingredientes opcionales

En la elaboración de los productos objeto de esta norma se permite el empleo de ingredientes opcionales, tales como: laminilla de oro, variedades de chile, gusanos de agave, frutas, arbolito escarchado, hierbas, miel, sal, CO₂, fructosa, entre otros; siempre y cuando no representen un riesgo a la salud.

7. Muestreo

El procedimiento de muestreo para los productos objeto de esta norma se sujeta a lo que establece la Ley.

8. Métodos de prueba

Para la verificación oficial de las especificaciones sanitarias que se establecen en esta norma, deben aplicarse los métodos de prueba que se señalan en el apartado de referencias y en el Apéndice B Normativo.

“9. Etiquetado

Los productos objeto de esta norma, además de cumplir con lo establecido en el Reglamento, deben sujetarse al menos a lo siguiente:

9.1 Disposiciones generales

9.1.1 La información contenida en las etiquetas de las bebidas alcohólicas preenvasadas debe presentarse y describirse en forma clara, evitando que sea falsa, equívoca o que induzca a error al consumidor con respecto a la naturaleza y características del producto.

9.1.2 Las bebidas alcohólicas preenvasadas deben presentarse con una etiqueta en la que se describa el producto o se empleen palabras, ilustraciones u otras representaciones gráficas que se refieren al producto, permitiéndose la descripción gráfica de la sugerencia de uso, empleo, preparación, a condición de que aparezca una leyenda alusiva al respecto.

9.2 Requisitos de información comercial

9.2.1 En las etiquetas de las bebidas alcohólicas debe figurar cuando menos la siguiente información comercial obligatoria:

9.2.1.1 Nombre o marca comercial del producto.

9.2.1.2 Nombre o denominación genérica del producto.

9.2.1.2.1 Para el caso del Brandy, se incluirá la palabra “Brandy” en forma ostensible y la leyenda “100% de uva”, la que deberá ser comprobable.

9.2.1.3 Indicación de la cantidad conforme a la NOM-030-SCFI-1993, Información comercial declaración de cantidad en la etiqueta-Especificaciones.

9.2.1.4 Nombre, denominación o razón social y domicilio fiscal del productor o responsable de la fabricación para productos nacionales. En caso de productos importados, esta información deberá ser proporcionada a la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial por el importador a solicitud de ésta.

La Secretaría proporcionará esta información a los consumidores que así lo soliciten cuando existan quejas sobre los productos.

9.2.1.5 Leyenda que identifique el país de origen del producto o gentilicio, por ejemplo: “producto de ____”, “Hecho en ____”, “Manufacturado en ____”, u otros análogos, sujeto a lo dispuesto en los tratados internacionales de los cuales los Estados Unidos Mexicanos sean parte.

9.2.1.6 Tratándose de productos importados: nombre, denominación o razón social y domicilio fiscal del importador. Esta información puede incorporarse al producto en territorio nacional, antes de la comercialización del producto.

9.2.1.7 Tratándose de la cerveza y de las bebidas alcohólicas refrescantes a base de una mezcla de limonada y cerveza o vino, o de una mezcla de cerveza y vino importadas: el nombre y el domicilio del importador o registro federal de contribuyentes y la leyenda precautoria que menciona el artículo 218 de la ley, deben estar impresos en la etiqueta de la botella, o grabados en el envase mismo cuando se trate de presentación en lata, antes de su internación al país.

9.3 Información sanitaria

9.3.1 En la etiqueta de las bebidas alcohólicas debe figurar cuando menos la siguiente información sanitaria obligatoria:

9.3.1.1 Contenido de alcohol

9.3.1.2 Indicar el por ciento de alcohol en volumen a 20°C, debiendo usarse para ello la siguiente abreviatura: % Alc. Vol.

9.3.2 Lote

9.3.2.1 Cada envase debe llevar grabada o marcada la identificación del lote al que pertenece con una indicación en clave.

9.3.2.2 La identificación del lote, que incorpore el fabricante, no debe ser alterado u oculto de forma alguna.

9.3.3 Leyendas precautorias

9.3.3.1 Toda bebida alcohólica debe ostentar en el envase o etiqueta la leyenda precautoria establecida en el artículo 218 de la ley.

9.3.3.2 Las bebidas alcohólicas con aspartame deben ostentar en el envase o etiqueta la leyenda "Fenilcetonúricos: contiene fenilalanina".

9.3.3.3 Aquellas bebidas alcohólicas en cuyo consumo diario se ingieran 50 g o más de sorbitol, deben ostentar en el envase o etiqueta la leyenda: "Contiene sorbitol: el abuso de este edulcorante puede causar efectos laxantes".

9.3.3.4 Bebidas alcohólicas bajas en calorías

9.3.3.4.1 Bebidas alcohólicas bajas en calorías son aquellas en las que su contenido energético es al menos un 24% menor en relación al contenido energético de la bebida alcohólica original.

9.3.3.4.2 Bebidas alcohólicas sin calorías son aquellas en las que su contenido energético es al menos un 35% menor en relación al contenido energético de la bebida alcohólica original.

9.3.3.4.3 Los productos con menor contenido de calorías incluirán en la etiqueta el contenido energético en kilocalorías por porción.

9.3.3.4.4 Para los productos señalados en los puntos 9.3.3.4.1 y 9.3.3.4.2, la declaración que deben ostentar en la etiqueta es la de "bajo en calorías" y "sin calorías", de acuerdo al grado de disminución.

9.3.3.4.5 No está permitido emplear términos descriptivos relacionados con modificaciones en su contenido energético, distintos a los definidos en esta Norma Oficial Mexicana.

9.3.3.5 Lista de ingredientes

9.3.3.5.1 La lista de ingredientes debe figurar únicamente en la etiqueta de las bebidas alcohólicas preparadas y cocteles.

9.3.3.5.2 La lista de ingredientes debe ir encabezada por el término "ingredientes".

9.3.3.5.3 Los ingredientes deben enumerarse por orden cuantitativo decreciente.

9.3.3.5.4 Cuando se declare el uso de los aditivos para alimentos permitidos en la elaboración de bebidas alcohólicas, debe emplearse el nombre específico del aditivo sin menoscabo de que también se puedan utilizar las denominaciones genéricas.

[Modificación publicada en el DOF el 22 de julio de 1998]

10. Envase y embalaje

10.1 Envase

Los productos objeto de esta norma se deben envasar en recipientes de tipo sanitario, elaborados con materiales inocuos y resistentes a distintas etapas del proceso, de tal manera que no reaccionen con el producto o alteren sus características físicas, químicas y sensoriales.

10.1.1 Únicamente será permitida la reutilización de envases, cuando el tratamiento que se le dé, garantice la inocuidad del mismo.

10.1.2 Los productos objeto de esta norma, únicamente podrán envasarse en botellas de vidrio o polietilén tereftalato, envases de aluminio, cartón laminado y barriles de acero inoxidable, conforme a lo establecido en el Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios

10.2 Embalaje

Se debe usar material resistente que ofrezca la protección adecuada a los envases para impedir su deterioro exterior, a la vez que faciliten su manipulación, almacenamiento y distribución.

11. Concordancia con normas internacionales

Esta norma no tiene concordancia con normas internacionales.

12. Bibliografía

12.1 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1992. Ley Federal sobre Metrología y Normalización. **Diario Oficial de la Federación**. México, D.F.

- 12.2** Secretaría de Salud. 1991. Ley General de Salud. **Diario Oficial de la Federación**. México, D.F.
- 12.3** Secretaría de Salud. 1988. Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios. **Diario Oficial de la Federación**. México, D.F.
- 12.4** Code of Federal Regulations. 1993. Alcohol, Tobacco Products and Firearms. Vol. 27 y Vol. 21. pp. 40-69 y 506-523.
- 12.5** Council Regulation (EEC) No. 1576/89. 1989. Official Journal of the European Communities. No. L 160/1
- 12.6** Directiva 94/36/CE del Parlamento Europeo y del Consejo. 1994. Relativa a los colorantes utilizados en los productos alimenticios. Diario Oficial de las Comunidades Europeas.
- 12.7** Directiva 94/35/CE del Parlamento Europeo y del Consejo. 1994. Relativa a los edulcorantes utilizados en los productos alimenticios.
- 12.8** Directiva 95/2/CE del Parlamento Europeo y del Consejo. 1995. Relativa a aditivos alimentarios distintos de los colorantes y edulcorantes.
- 12.9** Estatuto de la Viña, del Vino y de los Alcoholes (Ley). 1970. Boletín Oficial del Estado. España.
- 12.10** Interministerial Commission for Food Regulation. 1988. Technical-Health Regulation for the Production, Distribution and Sale of Beer. España.
- 12.11** Ministerio de Salud. 1986. Reglamento Sanitario de Alimentos. República Peruana.
- 12.12** Ministerio de Salud. 1979. Disposiciones Sanitarias sobre Bebidas Alcohólicas. Bogotá, Colombia.
- 12.13** Minister of Supply and Services Canadá. 1981. Departmental Consolidation of the Food and Drugs Act and of the Food and Drug Regulations. pp. 22-27.
- 12.14** Ministerio de Agricultura. 1979. Reglamentación de la Sidra y otras Bebidas derivadas de la Manzana. España.
- 12.15** Ministerio de Agricultura. 1978. Reglamentación de los vinos aromatizados y de bitter-soda. España.
- 12.16** Ministerio de Sanidad y Consumo. 1987. El Código Alimentario Español y su Desarrollo Normativo. Vol. XXII. Bebidas Alcohólicas. pp. XXX.1.1/1-XXX.1.3/4.
- 12.17** Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria. 1982. Reglamentación Técnico-Sanitaria de Aguardientes Compuestos, Licores, y Aperitivos sin Vino base y otras Bebidas derivadas de alcoholes naturales. España.
- 12.18** Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria. 1984. Reglamentaciones Técnico-Sanitaria para la Elaboración, Circulación y Comercio de la Cerveza. España.
- 12.19** Dirección General de Aduanas e Impuestos Especiales (Hacienda) 1982. Nomenclatura Arancelaria NACCA (1) Integral. España-CEE.
- 12.20** Secretaría de Inspecao de Produto Vegetal. 1974. Complementacao de Padroes de Identidade e qualidade para Destilados Alcoólicos. pp. 9-78.
- 12.21** Secretaría de Inspecao de Produto Vegetal. 1974. Complementacao de Padroes de Identidade e qualidade para Fermentados Alcoólicos e acético. pp. 9-83.
- 12.22** Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. NORMA-Z-013/02. 1981. Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Oficiales Mexicanas.
- 12.23** Alain Bertrand. 1993. Recueil des methodes d' analyse des baissons spirituauses, des alcoals, de la fraction an outique des boissons. 1a. Edición. pp. 147.
- 12.24** American Society of Brewing Chemist. 3340 Pilot Knob Road. St. Paul, Minnesota. 55121-2097. U.S.A. 8ava. Edition.
- 12.25** Amerine, M.A., y Ough, C.S. 1980. Methods for Analysis of Musts and Wines. Ed. Wiley. Interscience Publication. E.U. pp. 1-5, 99-107 y 128-141.
- 12.26** Amerine, M.A. 1960. The Technology of Wine Making. The Avi Publishing Company, Inc. E.U. pp. 125, 184 y 191.
- 12.27** Association of Official Analytical Chemists. 1990. Official Methods of Analysis. Volume Two. 15 th. Edition. pp. 699, 702 y 720-722.
- 12.28** Borges, M.G. 1960. Contribución al conocimiento químico de los Brandies de Uva. Tesis. Universidad Nacional Autónoma de México.

12.29 Food Law Research Centre Institute of European Studies of Brussels. 1984. Food Additives Tables, Clase XII- Beverages and Drinks. Elsevier. pp. 6-19.

12.30 Jean Ribereau-Gayon, Emile Peynaud. 1972. Ciencias y Técnicas del vino. Ed. Hemisferio Sur. pp. 350-351, 353-361 y 366.

12.31 J.R. Pigget, University of Strathclyde. Flavour of Distilled Beverages. Origin and Development. 3th. Ed. pp. 49-56.

12.32 OIML R.1.22 Guide Pratique D'Alcoométrie. Tables alcoométriques Internationales.

12.33 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1970. NMX-V-4-1970. Norma Oficial de Método de prueba para la determinación de furfural en bebidas alcohólicas destiladas. México, D.F.

12.34 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1980. NMX-V-5-S-1980. Bebidas alcohólicas destiladas. Determinación de esteres y aldehídos. México, D.F.

12.35 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1995. NMX-V-13-1995-SCFI. Bebidas alcohólicas- Determinación del por ciento de alcohol en volumen a 293 K (20 °C) (% Alc. Vol.) México, D.F.

12.36 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1986. NMX-V-14-1986. Bebidas alcohólicas destiladas. Determinación de alcoholes superiores (aceite de fusel). México, D.F.

12.37 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1986. NMX-V-21-1986. Bebidas alcohólicas destiladas. Determinación de metanol. México, D.F.

12.38 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. NMX-V-25-1986. Bebidas alcohólicas destiladas- Determinación del origen de los alcoholes en los aguardientes de uva y brandies-Espectometría de masas- Método de prueba.

12.39 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1981. NMX-V-27-S-1981. Bebidas alcohólicas- Determinación de bióxido de azufre libre. México, D.F.

12.40 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1982. NMX-V-34-1982. Alcohol etílico. Etanol.

12.41 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1981. NMX-V-35-S-1981. Bebidas alcohólicas- Determinación de bióxido de azufre total. México, D.F.

12.42 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1994. NOM-050-SCFI-1994. Información comercial- Disposiciones generales para productos.

13. Observancia de la norma

La vigilancia de la presente norma estará a cargo de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, la Procuraduría Federal del Consumidor, la Secretaría de Salud, las Unidades de Verificación acreditadas para el efecto y demás autoridades competentes.

14. Vigencia

La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor con su carácter de obligatoria el 1 de enero de 1998.

La disposición establecida en el punto 9.2.1.7 entrará en vigor al día natural siguiente de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

La sustitución paulatina de los envases retornables cuyo etiquetado se encuentra grabado en forma permanente, se iniciará el 1 de abril de 1998.

Atentamente

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a 26 de junio de 1997.- La Directora General de Normas, **Carmen Quintanilla Madero**.- Rúbrica.- El Director General de Control Sanitario de Bienes y Servicios, **José Meljem Moctezuma**.- Rúbrica.

APENDICE A NORMATIVO

A.1. COADYUVANTES DE ELABORACION PARA BEBIDAS DESTILADAS

- Aceite mineral
- Acido acético
- Acido caprílico

- Acido clorhídrico
- Acido fosfórico
- Acido fumárico
- Acido sulfúrico
- Acido láctico
- Acido mirístico
- Acido palmítico
- Albúmina
- Bentonita
- Bicarbonato de potasio y sodio
- Carbonato de amonio
- Carbonato de calcio
- Carbonato de potasio
- Caseína
- Caseinato de sodio
- Celulosa
- Fosfato de amonio mono y dibásico
- Goma arábica
- Monoestearato de sorbitán
- Nitrógeno
- Nutrientes para levadura
- Peptona
- Polivinilpirrolidona
- Polivinilpolipirrolidona
- Sílice de diatomáceas
- Sílica gel
- Sulfato de calcio, magnesio, potasio, sodio y aluminio
- Taninos

APENDICE B NORMATIVO

B. DE LOS METODOS DE PRUEBA

B.1 DETERMINACION DEL POR CIENTO DE ALCOHOL EN VOLUMEN A 20°C (293 K) (% Alc. Vol.)

B.1.1 Reactivos

Solución de hidróxido de sodio (NaOH), 6N.

Agua destilada.

Gránulos o trozos de carburo de silicio o perlas de vidrio (destilación de alcoholes).

Probeta con diámetro suficiente para efectuar simultáneamente las mediciones alcoholimétricas y de temperatura (preferirse sin graduación con un diámetro de 4 o 5 cm y de capacidad mínima de 300 ml).

Matraz volumétrico de 250 ml o 300 ml.

Matraz de destilación de 1 l.

Refrigerante tipo Graham de 60 cm de longitud adaptado en el extremo inferior con un tubo y con la punta biselada.

Trampa de vapor.

Pipetas (5 ml).

Tablas de corrección por temperatura para exfuerza real a 20°C (293 K) (% Alc. Vol.).

B.1.2 Aparatos e instrumentos

Juego de alcoholímetros certificados por el fabricante o por un Organismo de Certificación con escala en % en volumen graduados en 0,1% Alc. Vol. y referidos a 20°C (293 K).

Termómetro certificado por el fabricante o por un Organismo de Certificación y calibrado por un laboratorio de calibración autorizado, con escala de 0 a 50°C (0 a 323 K), con división mínima no mayor a 0,1°C.

Equipo de ultrasonido.

Equipo de agitación magnética.

B.1.3 Procedimiento

B.1.3.1 Procedimiento general

Verter y medir en el matraz volumétrico, 250 o 300 ml de muestra a una temperatura de 20°C (293 K) \pm 0,5, transferirlos cuantitativamente con agua destilada de acuerdo a la tabla No. 1 (procurando enjuagar con el agua al menos tres veces el matraz volumétrico), al matraz de destilación que contiene gránulos o trozos de carburo de silicio o perlas de vidrio, conectándolo al refrigerante mediante el adaptador.

B.1.3.1.1 Calentar el matraz de destilación y recibir el destilado en el mismo matraz donde se midió la muestra. El refrigerante terminará en una adaptación con manguera y tubo con la punta biselada, que entren en el matraz de recepción hasta el nivel del agua puesta en éste (véase tabla No.1 y según producto). Por el refrigerante estará circulando siempre agua fría, y el matraz de recepción debe encontrarse sumergido en un baño de agua-hielo durante el curso de la destilación.

Cuando la cantidad de destilado contenida en el matraz, se acerque a la marca (unos 0,5 cm abajo de la marca de aforo), suspender la destilación y retirar el matraz de recepción, y llevar el destilado a la temperatura en la que se midió la muestra, procurar no perder líquido. Llevar a la marca con agua destilada, homogeneizar y transferir el destilado a la probeta.

B.1.3.1.2 En una probeta adecuada al tamaño del alcoholímetro y a la cantidad de la muestra destilada, verter el destilado enjuagando la probeta primero con un poco de la misma muestra. Después vaciar el destilado hasta unos 10 cm abajo del nivel total. Introducir el alcoholímetro cuidadosamente junto con el termómetro. El alcoholímetro debe flotar libremente, se aconseja que esté separado de las paredes de la probeta \pm 0,5 cm. Esperar a que se estabilice la temperatura y dando ligeros movimientos con el termómetro, eliminar las burbujas de aire. Efectuar la lectura de ambos (véase apéndice A). Si la lectura se realiza a una temperatura diferente de 20°C (293 K), se tiene que pasar a grado volumétrico (% alcohol en volumen a 20°C (293 K), (exfuerza real), y hacer la corrección necesaria empleando las tablas de corrección por temperatura (véase apéndice B).

B.1.3.2 Procedimiento para vinos

Verter y medir en el matraz volumétrico la cantidad de muestra indicada en la tabla No. 1 a una temperatura de 20°C (293 K) \pm 0,5, transferidos cuantitativamente con agua destilada (la cantidad de agua depende del contenido de azúcares reductores del vino véase tabla No.1, procure enjuagar con el agua al menos tres veces el matraz volumétrico), al matraz de destilación que contiene gránulos o trozos de carburo de silicio o perlas de vidrio y se adicionan 2,5 ml de NaOH 6N, posteriormente conectarlo al refrigerante mediante el adaptador.

Continuar con el procedimiento descrito en B.1.3.1.1. y B.1.3.1.2.

TABLA B 1

VOLUMENES DE MUESTRA Y AGUA PARA LA DESTILACION DE LAS MUESTRAS

Producto	% ALC. VOL. 20°C (293K)	Contenido de azúcares reductores	Cantidad de muestra (ml)	Cantidad de agua destilada agregada (ml)	Cantidad de agua en el matraz de recepción de
----------	----------------------------	--	-----------------------------	--	--

		totales (g/l)			la destilación (ml)
Bebidas alcohólicas	35 a 55	0 a 15	250	75 300	10
Vinos	10 a 13	0 a 30	250 300	100 150	30
Vinos generosos	10 a 20	0 a 400	250 300	100 180	30
Vinos espumosos	10 a 14	0 a 100	250 300	100 180	30
Bebidas carbonatadas y sidras	3 a 8	0 a 120	250 300	100 150	20
Rompopo	10 a 14	200 a 500	250 300	150 200	30
Cócteles	12,5 a 24	100 a 200	250 300	125 150	30
Licores	15 a 45	50 a 500	250 300	100 200	
Extractos hidroalcohólicos	45 a 80	0 a 50	250 300	50 90	10

B.1.3.3 Procedimiento para bebidas carbonatadas

Eliminar previamente el dióxido de carbono (CO₂) de la muestra, mediante agitación mecánica durante 30 min o 5 min en ultrasonido.

Continuar con el procedimiento descrito en B.1.3.1. y B.1.3.1.1., tomar en cuenta las cantidades de muestra y agua que se expresan en la tabla No. 1, y si después del procedimiento de destilación la muestra presenta una acidez total mayor a 3,0 g/l, ésta deberá neutralizarse.

Continuar con el procedimiento B.1.3.1.2.

B.1.3.4 Procedimiento para licores

Procédase de acuerdo a lo descrito en B.1.3.1., B.1.3.1.1. y B.1.3.1.2. y véase la tabla No.1 para el empleo de volumen de muestra y agua.

B.1.3.5 Procedimiento para aguardientes

En aquellos productos que no contienen color o azúcar, como el caso del aguardiente no es necesario realizar el proceso de destilación y la medición del por ciento de alcohol se realiza con la muestra directa. Procédase como lo descrito en B.1.3.1.2.

B.1.4 Expresión de resultados

B.1.4.1 Si en el momento de la determinación la muestra está a una temperatura diferente a 20°C (293 K), la lectura debe corregirse usando las tablas alcoholimétricas, en la sección de grado volumétrico (exfuerza real), (véase apéndice B).

El por ciento de alcohol en volumen a 20°C (293 K) de la bebida alcohólica, objeto de esta prueba, es la lectura ya corregida obtenida en el párrafo anterior (Ver ejemplo de apéndice B), puede abreviarse (% Alc. Vol.).

B.1.5 Repetibilidad del método

La tolerancia entre dos resultados, obtenidos en las mismas condiciones por el mismo analista, no debe exceder de $\pm 0,2\%$ Alc. Vol. En caso contrario repetir las determinaciones.

B.1.6 Reproducibilidad del método

La tolerancia entre las determinaciones de dos analistas en las mismas condiciones, no debe exceder de $\pm 0,3\%$ de alcohol en volumen a 20°C (293K).

B.1.7 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe contener los siguientes datos como mínimo:

- Nombre del producto;
- Resultados obtenidos (expresados en % Alc. Vol. a 20°C)
- Referencia a esta norma;
- Lugar y fecha de la prueba, y
- Nombre y firma de la persona responsable o signatario autorizado.

APENDICE A

Lectura del alcoholímetro.

Para efectuar la lectura en el alcoholímetro, es necesario colocar el ojo de manera que la raya visual siga paralelamente la superficie libre horizontal del líquido justamente hasta donde se encuentra con la escala alcoholimétrica en el punto donde ella aparece como cortada en dos por esta superficie, es decir, en donde se encuentra la parte más baja del menisco (véase figura 1).

APENDICE B

Ejemplo del uso de las tablas alcoholimétricas

Fuente: En la tabla VIII b de la Guide Pratique D'Alcoométrie, la lectura del alcoholímetro se localiza en la columna q^* y la temperatura en la fila t , la intersección nos da el % Alcohol en volumen a 20°C (293K), grado volumétrico o exfuerza real.

q^*	42,0	42,1	42,2	42,3
t22 ...	41,2 999	41,3	41,4	41,5
22,5 ...	41,0	41,1	41,2	41,3
23 ...	40,8 998	40,9	41,0	41,1
23,5	40,6	40,7	40,8	40,9
24 ...	40,4 997	40,5	40,6	40,7
24,5	40,2	40,3	40,4	40,5
25 ...	40,0 997	40,1	40,2	40,3
25,5	39,6	39,9	40,0	40,1
26 ...	39,6 996	39,7	39,8	39,9

Lectura del alcoholímetro 42,2; temperatura $25,5^{\circ}\text{C}$

De la tabla VIII b el % Alcohol en volumen a 20°C (293K), grado volumétrico o exfuerza real es 40,0.

B.2 DETERMINACION DE FURFURAL**B.2.1 Fundamento**

Este método de prueba se basa en la determinación colorimétrica del compuesto colorido que se forma al hacer reaccionar el furfural que contenga la bebida destilada con anilina, en presencia de ácido después de un tiempo de 20 min a 20°C .

La intensidad de la coloración rojo-cereza que se produce, es proporcional a la concentración de furfural presente en la muestra.

La intensidad de color producida en la muestra, se mide en el espectro visible a 520 nm (determinación de absorbancia).

B.2.1.1 Furfural, también llamado 2-furan-carbonel, es un compuesto que se forma por la deshidratación de las pentosas en medio ácido y con calor. Su concentración varía de acuerdo al tipo de bebida, al tipo de destilación y a las reacciones que presente durante su proceso de añejamiento. Sin embargo, no contribuye al sabor y aroma de las bebidas, por ser uno de los componentes de menor proporción en las bebidas alcohólicas.

B.2.2 Reactivos y materiales

B.2.2.1 Reactivos

Los reactivos que se mencionan a continuación deben ser grado analítico, cuando se hable de agua, debe ser "agua destilada".

- Furfural a $161 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ con $P = 1,1594$, $n_D 20^{\circ}\text{C} = 1,52603$, el cual se torna de amarillo a café por exposición al aire y la luz.
- Anilina (recientemente destilada de 184 a 186°C , ya que se oscurece por la exposición al aire y la luz).
- Acido acético glacial o Acido clorhídrico concentrado.
- Alcohol etílico (de más del 95% Alc. Vol., libre de furfural).
- Alcohol etílico de 50% Alc. vol., recientemente destilado y libre de furfural.
- Solución de alcohol etílico al 50% Alc. Vol. recientemente destilada y libre de furfural.

B.2.2.2 Materiales

Equipo de destilación completa, con juntas esmeriladas (de 1000 ml de capacidad, de preferencia).

Perlas de ebullición o de carburo de silicio.

Pinzas para montar el equipo de destilación.

Parrilla de calentamiento.

Matraces volumétricos clase A, calibrados o certificados de 50, 10 y 500 ml.

Pipetas volumétricas clase A, calibradas o certificadas de 1, 2, 5 y 10 ml.

Pipetas graduadas de un 1 ml.

Baño de agua (mantenerla a 20°C).

Material común de laboratorio.

Termómetro de inmersión de -10 a 200°C calibrado.

B.2.2.3 Aparatos

Balanza analítica con sensibilidad de $\pm 0,0001$ g.

Espectrofotómetro, con capacidad para leer a 520 nm o Colorímetro con filtro verde.

B.2.3 Preparación de la muestra

Todas las bebidas a las que es aplicable este método de prueba, deben llevarse a una temperatura de 20°C para evitar la variación en volumen en dos pruebas de una misma muestra.

B.2.3.1 Destilación de la muestra

Para llevar a cabo la destilación de la muestra, consultar el método de prueba para determinación del % Alc. Vol. a 20°C .

B.2.4 Procedimiento

B.2.4.1 Solución patrón de furfural.- Se redestila el furfural, se recoge la fracción que destile a $161 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ y se corrige por presión atmosférica. Se pesa exactamente 1 g de furfural recientemente destilado y se diluye con alcohol etílico de 95% Alc. Vol., aforando a 100 ml en un matraz volumétrico. De esta solución se toma 1 ml, se lleva a otro matraz volumétrico y se afora a 100 ml con alcohol etílico de 50% Alc. Vol. Esta es la solución patrón de furfural con una concentración de 100 mg/l.

B.2.4.2 Preparación de la curva de furfural

Se preparan una serie de diluciones de 50 ml cada una a partir de la solución patrón de furfural y del alcohol al 50% Alc. Vol., que contengan 0, 1, 2, 3, 4 y 5 mg/l de furfural, se llevan al volumen con el etanol a 50%.

B.2.4.3 Se adiciona 1 ml de anilina a cada una de las diluciones y 0,5 ml de ácido acético o clorhídrico se homogeneizan y se lleva la muestra a un baño a 20°C durante 20 min, al término de los cuales, se lee la absorbancia espectrofotométrica a 520 nm, previamente ajustar el cero del equipo con el blanco (dilución cero).

B.2.4.4 Procedimiento para la muestra

Se miden 10 ml de muestra destilada o el volumen necesario según la naturaleza de la muestra, se colocan en un matraz de 50 ml y se llevan a la marca con solución de etanol al 50% Alc. Vol.

B.2.4.5 Se grafican las lecturas de las diluciones contra concentración (mg/l) de furfural, de cada una, trazar la curva, determinar su correlación lineal, ésta debe ser $\geq 0,97$.

B.2.5 Cálculos y expresión de resultados

El resultado se expresa en mg de furfural por litro de alcohol anhidro mediante la siguiente expresión:

$$F = \frac{FD \times F1 \times 100}{\% \text{ Alc. Vol.}}$$

En donde:

FD = Factor de dilución = $FD = VT/VM$

VT = Volumen total de la dilución de la muestra.

VM = Volumen de muestra.

F = mg de furfural/l de alcohol base anhidra.

F1 = concentración de la muestra obtenida en gráfica.

% Alc. Vol. = Por ciento de alcohol en volumen de la muestra a 20°C.

B.2.6 Repetibilidad

La diferencia entre resultados sucesivos obtenidos en las mismas condiciones para una sola muestra, no debe exceder del 5% del promedio de éstas.

B.2.7 Reproducibilidad

La diferencia entre determinaciones de diferentes analistas, no debe exceder del 15% del promedio de las mismas.

B.2.8 Cuidados y precaución de seguridad

Para la realización de este método de prueba se deben llevar a cabo las siguientes precauciones:

B.2.8.1 Para la muestra

La muestra a la que se determine el contenido de furfural debe ser recientemente destilada, obtenida de su volumen real medido a 20°C, de lo contrario se obtendrían valores bajos de furfural.

B.2.8.2 Para los reactivos

Los reactivos con que se construya la curva de calibración de furfural, deben ser recientemente destilados y libres de toda oxidación, guardarse en frascos color ámbar perfectamente cerrados, protegidos de la luz y del calor. La solución de furfural concentrado es estable (por periodos cercanos a tres meses) si se le conserva bien tapada en frasco ámbar y en refrigeración para usos posteriores.

B.2.8.3 Para el analista

Debe emplear el equipo de seguridad adecuado durante el proceso de destilación de la muestra y los reactivos (lentes de seguridad y guantes de asbesto) y para la preparación de las muestras (guantes de cirujano) para impedir el contacto de los reactivos tóxicos e irritantes, con la piel.

B.3 DETERMINACION DE ALCOHOLES SUPERIORES (Aceite de Fusel) excepto n-propanol en bebidas alcohólicas destiladas.

B.3.1 Método químico**B.3.1.1 Fundamento**

Este método sólo determina a los alcoholes superiores de 4 carbonos en adelante, es decir superiores al propílico, ya que parte de éste se pierde como propileno durante la preparación de la muestra, además de su baja sensibilidad por el p-dimetilamino benzaldehído.

El método se basa en la coloración producida cuando se somete a los alcoholes al calor y a la presencia de ácido sulfúrico concentrado, la reacción se sensibiliza más con la adición de aldehídos aromáticos. El color producido se lee en el espectrofotómetro entre 538 y 543 nm.

Los alcoholes superiores son compuestos orgánicos con más de 2 átomos de carbono y uno o más grupos hidróxilos.

Los principales alcoholes superiores de las bebidas alcohólicas son: propanol-1, el 2-butanol, feniletil alcohol, el alcohol isobutílico (metil-2-propanol) y los alcoholes amílicos (mezcla de metil-2-butanol-1, metil-3-butanol-1 y pentanol-1). A la mezcla de estos cuatro últimos alcoholes se le llama aceite de fusel.

La formación de estos alcoholes se efectúa durante la fermentación alcohólica.

B.3.1.2 Reactivos y Materiales**B.3.1.2.1 Reactivos**

Los reactivos deben ser grado analítico y por agua debe entenderse "agua destilada".

Acido sulfúrico concentrado (libre de material oxidable).

Alcohol isobutílico.

Alcohol isoamílico.

Solución de p-dimetilamino benzaldehído.-Disolver 1 g de la sal de p-dimetilamino benzaldehído en una mezcla de 5 ml de ácido sulfúrico y 40 ml de agua, contenida en un matraz volumétrico de 100 ml, llevar a volumen con agua y homogeneizar.

Alcohol etílico bidestilado.- Por destilación simple, eliminando el 15% de cabezas en cada una de las destilaciones y recolectando el 50%. Estas destilaciones deben efectuarse a una velocidad aproximada de 250 ml/30 min.

Solución patrón de aceite de fusel al 0,1% m/v.- Transferir 2 g de alcohol isobutílico y 8 g de alcohol isoamílico a un matraz volumétrico de 1000 ml, llevar a volumen con agua y homogeneizar.

Tomar de la solución anterior una alícuota de 10 ml y transferirla a un matraz volumétrico de 100 ml, llevar al volumen con agua y homogeneizar.

Preparar con alcohol etílico bidestilado una disolución de grado alcohólico igual al que se espera tener en la muestra cuando es pasada al tubo de análisis.

B.3.1.2.2 Materiales

Matraz volumétrico clase A, certificado o calibrado, de 100 y 1000 ml.

Pipetas volumétricas clase A, certificadas o calibradas, de 1, 2, 3, 4, 6 y 10 ml.

Bureta graduada en décimas.

Tubos de 15 ml con tapón de vidrio esmerilado.

B.3.1.2.3 Aparatos y equipo

Aparato de destilación como se indica en el método de prueba para la determinación de % Alc. Vol. a 20°C.

Balanza analítica con sensibilidad de 0,0001 g.

Espectrofotómetro.

B.3.1.3 Curva de calibración**B.3.1.3.1 Soluciones tipo para la curva de calibración**

Preparar seis soluciones tipo, conteniendo de 1 a 6 mg/100 ml de aceite de fusel, poniendo en matraces volumétricos de 100 ml alícuotas de 1 a 6 ml de la solución patrón de aceite de fusel y llevar al aforo con la solución de % Alc. Vol. al que se espera tener en la muestra cuando ésta es pasada al tubo de análisis.

Para comprobar la solución patrón de aceite de fusel sintética, simultáneamente preparar un testigo con 6 ml

de la solución patrón de aceite de fusel, en un matraz volumétrico de 100 ml, llevar al aforo con alcohol etílico bidestilado al 95% Alc. Vol. Tratando este testigo como en el apartado B.3.1.5 debe dar una absorbancia de $0,83 \pm 0,03$ a una longitud de onda de 530 nm, de lo contrario preparar nuevamente la solución patrón de aceite de fusel.

B.3.1.4 Preparación de la muestra

B.3.1.4.1 Para bebidas destiladas, destilar previamente la muestra, como se indicó en el método de prueba para determinación del % Alc. Vol. a 20°C.

B.3.1.4.2 En un matraz volumétrico de 100 ml colocar un volumen conocido del destilado de la muestra, dependiendo del contenido de alcoholes superiores de la misma y llevar al aforo con agua, homogeneizar y proceder como se indica en el punto B.3.1.5.

Nota: En el caso de bebidas alcohólicas con bajo contenido de alcoholes superiores, tomar la muestra directamente del destilado y proceder como se indica en el apartado B.3.1.5.

B.3.1.5 Procedimiento

B.3.1.5.1 En una serie de tubos de ensayo poner 2 ml de la muestra, 2 ml de cada una de las soluciones tipo preparadas y 2 ml de la disolución testigo y en otro tubo poner 2 ml de agua como blanco.

B.3.1.5.2 Los tubos se colocan en un baño de hielo, agregarles 1 ml de solución de p-dimetilamino benzaldehído, dejarlos en el baño de hielo durante 3 min. Adicionar a cada tubo lentamente gota a gota por medio de una bureta 10 ml de ácido sulfúrico concentrado, dejándolo escurrir por las paredes del tubo, agitar los tubos individualmente, colocarlos nuevamente en el baño de hielo durante 3 min y pasarlos a un baño de agua en ebullición durante 20 min. Colocarlos después en el baño de hielo entre 3 y 5 min, sacarlos y llevarlos a la temperatura ambiente.

B.3.1.5.3 Leer la absorbancia de los tipos y las muestras en el espectrofotómetro a una longitud de onda entre 538 y 543 nm contra el blanco usado como referencia. Usar la misma longitud de onda para tipos y problemas.

B.3.1.5.4 Con los datos obtenidos, construir en papel milimétrico la curva de calibración, colocando en las abscisas las concentraciones de las soluciones tipo de aceite de fusel y en las ordenadas la absorbancia de las mismas.

B.3.1.6 Cálculos

El contenido de alcoholes superiores (aceite de fusel), expresado en mg/100 ml de alcohol anhidro, se calcula con la siguiente fórmula:

$$A.S. = \frac{P \times FD \times 100}{\% \text{ Alc. Vol.}}$$

En donde:

A.S. = Alcoholes superiores (aceite de fusel) en mg/100 ml de alcohol anhidro. Superiores al propílico.

P = mg de aceite de fusel/100 ml de muestra, calculados a partir de la curva de calibración.

$$FD = \frac{\text{Vol. total de la dilución}}{\text{Vol. de la muestra empleada en la dilución}}$$

% Alc. Vol. = Por ciento de alcohol en volumen a 20°C de la muestra.

B.3.1.7 Repetibilidad y reproducibilidad del método

B.3.1.7.1 Repetibilidad

La diferencia entre dos resultados sucesivos, obtenidos en las mismas condiciones para una sola muestra, no debe exceder del 5% del promedio de éstas.

B.3.1.7.2 Reproducibilidad

La diferencia entre determinaciones de diferentes análisis, no debe exceder del 15% del promedio de las mismas.

B.3.1.8 Precauciones

B.3.1.8.1 Para las muestras

Es importante hacer la medición de volúmenes de muestras, siempre a 20°C a fin de evitar el error por volumen en dos pruebas de una misma muestra.

B.3.1.8.2 Para el analista

Debe emplearse el equipo de seguridad necesario y adecuado, lentes de seguridad y guantes para el manejo de sustancias tóxicas.

B.4 DETERMINACION DE METANOL

B.4.1 Método Químico

B.4.1.1 Fundamento

El método se basa en la oxidación del metanol a aldehído fórmico por acción del permanganato de potasio en medio ácido. El formaldehído reacciona con el ácido cromotrópico para dar un compuesto colorido violeta que se lee en el espectrofotómetro a 575 nm.

El metanol es un alcohol que se encuentra presente en todas las bebidas alcohólicas en mayor o menor proporción incluso en trazas. Proviene de la hidrólisis de las pectinas (pectinas solubles y propectinas), de las materias primas vegetales que se fermentan.

La pectina que es una cadena de núcleos galacturónicos (ácido péctico), se esterifica con el alcohol metílico, por esta razón, la fermentación se acompaña de la hidrólisis de este éster, donde se libera el metanol y el ácido péctico se insolubiliza.

Por lo tanto el contenido de metanol está en función del contenido de pectinas de la materia prima vegetal que se fermenta.

B.4.1.2 Reactivos y materiales

Los reactivos deben ser de grado analítico y por agua se entiende "agua destilada".

Acido Sulfúrico concentrado (libre de materia oxidable).

Acido Fosfórico.

Metanol grado HPLC.

Bisulfito de Sodio (NaHSO₃).

Permanganato de Potasio KMnO₄.

Solución de alcohol etílico al 5,5% Alc. Vol.

Solución de permanganato de potasio en ácido fosfórico.- Disolver 3 g con permanganato de potasio con 15 ml de ácido fosfórico en un matraz volumétrico de 100 ml y llevar al volumen con agua (esta solución debe prepararse por lo menos cada mes); para la preparación de este reactivo deberá usarse agua destilada libre de materia orgánica.

Acido Cromotrópico o su sal de sodio (1, 8-dihidroxi-naftaleno - 3, 6- disódico).

Solución acuosa al 5% de ácido Cromotrópico.- Preparar una solución acuosa al 5% de ácido cromotrópico o su sal de sodio (debe filtrarse al momento de utilizarse).

Purificación del ácido cromotrópico.- Si la absorbancia del blanco es mayor a aproximadamente 0,05, hay que purificar el reactivo de la siguiente manera:

Disolver 10 g de ácido cromotrópico o su sal en 25 ml de agua destilada. (Si se está trabajando con la sal añadir 2 ml de ácido sulfúrico a la solución para convertirla a su ácido).

Adicionar 50 ml de metanol, calentar a ebullición y filtrar, añadir 100 ml de isopropanol para precipitar el ácido cromotrópico libre. (Adicionar más isopropanol para incrementar el rendimiento del ácido purificado).

Alcohol bidestilado.- Por destilación simple eliminando el 15% de cabezas en cada una de las destilaciones y recolectando el 50%; estas destilaciones deben efectuarse a una velocidad aproximada de 250 ml/30 min (Este alcohol se emplea para la preparación del alcohol al 5,5% Alc. Vol.) que se utiliza para preparar el patrón y el blanco de reactivos.

Preparación del agua destilada libre de materia orgánica.- Pesar 1 g de permanganato de potasio y 1 g de carbonato de sodio y disolverlos completamente en 4 l de agua destilada, destilar la solución recién preparada, descartar los primeros 20 ml que destilen.

Solución patrón de metanol al 0,025% v/v en solución alcohólica al 5,5%. Medir con pipeta volumétrica 5 ml de metanol y pasarlos a un matraz volumétrico de 100 ml y llevar a volumen con solución de alcohol etílico al 5,5%, homogeneizar. De esta solución tomar 1 ml en un matraz volumétrico de 100 ml y llevar al volumen con

solución de alcohol etílico al 5,5% y homogeneizar (pueden emplearse múltiplos de estas cantidades).

B.4.1.2.1 Materiales

Bureta graduada en décimas de 10, 25 o 50 ml.

Baño maría regulado a 70°C.

Baño de hielo.

Matraces volumétricos clase A, certificados o calibrados, de 50, 100 y 200 ml.

Pipetas volumétricas clase A, certificadas o calibradas, de 1, 2, 5, 10 y 15 ml.

Placa de calentamiento con termostato.

Equipo de destilación completo con juntas esmeriladas de 1000 ml de capacidad de preferencia.

Pinzas para el equipo de destilación.

Perlas de ebullición o de carburo de silicio.

Termómetro de inmersión parcial certificado o calibrado de 0 a 100°C.

B.4.1.3 Aparatos

Balanza analítica con sensibilidad de 0,0001 g.

Espectrofotómetro con capacidad para leer a 575 nm.

B.4.1.4 Preparación de muestra

La muestra deberá llevarse a una temperatura de 20°C en el momento de medirla.

Destilación de la muestra.

Para llevar a cabo la destilación de la muestra, consultar el método de prueba para la determinación del % Alc. Vol. a 20°C.

Diluir la muestra destilada a una concentración de alcohol de 5 a 6% en volumen con agua destilada.

Si contiene más de 0,05% de metanol por volumen diluir a la concentración de 5 - 6% con alcohol al 5,5%.

B.4.1.5 Procedimiento

Medir 2 ml de la solución de permanganato de potasio en ácido fosfórico en 3 matraces volumétricos de 50 ml, colocarlos en un baño de hielo hasta que se enfríe, posteriormente añadir por separado 1 ml de la muestra diluida, 1 ml de la solución estándar de metanol al 0,025% y 1 ml de la solución alcohólica al 5,5% (este sería el BLANCO) y dejar reposar 30 min en el baño de hielo.

Decolorar cada uno de los matraces con pequeñas cantidades de bisulfito de sodio seco agitando individualmente. Añadir 1 ml de solución de ácido cromotrópico, con el matraz en el hielo añadir lentamente 15 ml de ácido sulfúrico concentrado, agitando constantemente, colocar en baño maría (de 60 a 75°C), durante 15 min, enfriar y adicionar con agitación agua hasta un volumen próximo al aforo, enfriar a temperatura ambiente y llevar al aforo con agua, homogeneizar y reposar durante 5 min. Leer la absorbancia de la solución estándar y de la muestra a 575 nm utilizando el blanco para el ajuste del espectrofotómetro (la temperatura de la solución patrón y las muestras no deberá variar más de 1°C pues esto afecta la absorbancia).

B.4.1.6 Cálculos

El contenido de metanol expresado en miligramos por 100 ml de alcohol anhidro, se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$M = \frac{(A/A') \times 0,025 \times FD \times 0,790 \times 100 \times 1000}{\% \text{Alc. Vol}}$$

M= Metanol expresado en mg por 100 ml de alcohol anhidro

A= Absorbancia de la muestra

A'= Absorbancia de la solución patrón de metanol

0,025= Porcentaje de metanol en la solución patrón

$$FD = \frac{\text{Vol. total de la dilución}}{\text{Vol. de la muestra empleada en la dilución}}$$

% Alc. Vol. = por ciento de alcohol en volumen a 20°C de la muestra

0,790 = Densidad del metanol expresado en g/ml

B.4.1.7 Repetibilidad y reproducibilidad del método

B.4.1.7.1 Repetibilidad

La diferencia entre resultados sucesivos obtenidos en las mismas condiciones para una sola muestra, no debe exceder del 5% del promedio de éstas.

B.4.1.7.2 Reproducibilidad

La diferencia entre determinaciones de diferentes analistas, no debe exceder del 15% del promedio de las mismas.

B.4.1.8 Precauciones

B.4.1.8.1 Para las muestras

B.4.1.8.1.1 Enjuagar todo el material que se emplea en la determinación con ácido clorhídrico 1:10 v/v, posteriormente con agua y finalmente con agua destilada, ya que si se encuentran trazas de impurezas depositadas en las paredes del vidrio, pueden catalizar la reacción entre el permanganato de potasio y las sustancias reductoras presentes en la muestra.

B.4.1.8.1.2 Se recomienda que tanto el permanganato de potasio como el bisulfito de sodio sean de reciente adquisición (máximo 6 meses) ya que con el tiempo ambas se deterioran considerablemente.

B.4.1.8.1.3 Se recomienda que en la preparación de los estándares se utilice alcohol etílico libre de metanol.

B.4.1.8.2 Para el analista

Deberá emplearse el equipo de seguridad necesario y adecuado, lentes de seguridad y guantes para el manejo de sustancias tóxicas.

B.5 DETERMINACION DE ALDEHIDOS, ESTERES, ALCOHOLES SUPERIORES Y METANOL

Método cromatográfico (Cromatografía de gases).

B.5.1 Fundamentos

B.5.1.1 Este método se basa en los principios de la cromatografía de gases y consiste en la inyección de una pequeña cantidad de la muestra (constituida por una mezcla de sustancias volátiles) en el inyector de un cromatógrafo de gases en el que son vaporizadas y transportadas por un gas inerte a través de una columna empacada o capilar con un líquido de partición que presenta solubilidad selectiva con los componentes de la muestra, ocasionando su separación.

Los componentes que eluyen de la columna pasan uno a uno por el "detector", el cual genera una señal eléctrica proporcional a su concentración, la que es transformada por el registrador, integrador o sistema de manejo de datos en una gráfica de concentración contra tiempo llamada cromatograma.

B.5.1.2 La identificación de cada componente registrado como un pico en el cromatograma, se realiza por inyección del o de los componentes que se sospecha contiene la muestra en forma pura y en las mismas condiciones que la muestra, midiendo el tiempo de retención en esas condiciones. También se puede comprobar por adición del componente a la muestra e inyectándola nuevamente para apreciar el incremento de altura o área del pico correspondiente.

B.5.1.3 La cuantificación se puede efectuar por cualquiera de estos 3 métodos; normalización, estandarización externa y estandarización interna, siendo este último el único que se describe a continuación:

La cuantificación por estandarización interna, consiste en obtener el cromatograma de la muestra estandarizada, o sea adicionada de una sustancia llamada estándar interno que deberá aparecer en un sitio del cromatograma, libre de traslapes y desde luego no deberá ser componente de la muestra, aunque es recomendable que sea de la misma naturaleza química y del mismo rango de concentración que el componente de la muestra por cuantificar. Deberán obtenerse cromatogramas paralelos con soluciones de concentración conocida de cada componente por cuantificar y del estándar interno que sea el adecuado al tipo de muestra (2-Pentanol, n-Butanol, sec-butil-acetato o Hexanol) y trazar una curva de calibración que tenga por ordenadas la relación de concentraciones correspondientes al componente por cuantificar y al estándar interno.

Esta curva servirá para situar en su ordenadas, la relación de áreas correspondientes al componente por cuantificar y el estándar interno del cromatograma de la muestra estandarizada y así ubicar la relación correspondiente de concentraciones.

B.5.2 Reactivos y materiales

Los reactivos deberán de ser de pureza cromatográfica y por lo menos de 99,0% (De no ser así, calcular cromatográficamente su pureza real y efectuar las correcciones necesarias para tener valores de calibración verdaderos en la tabla de calibración para cada componente del estándar) y deberá emplearse agua destilada o desmineralizada.

Acetaldehído; (Por la naturaleza volátil de este compuesto se recomienda usar una ampollita sellada de 5 ml).

Metanol

sec-Butanol (2-butanol).

n-Propanol.

iso-Butanol (2-metil-1-propanol).

iso-Amílico (3-metil-1-butanol).

n-amílico (1-pentanol).

Acetato de etilo.

Considerar estándar interno apropiado con una pureza mayor al 99,0% (puede ser n-Butanol 2-Pentanol, sec-butilacetato, Hexanol).

Alcohol etílico de alta pureza y libre de impurezas (redistilado y checado por cromatografía de gases, antes de usarlo).

Solución de alcohol etílico de alta pureza de 40% Alc. Vol.

Gases para el cromatógrafo:

Hidrógeno prepurificado

Nitrógeno de alta pureza

Aire extraseco

B.5.2.1 Materiales

Matraces volumétricos de diferentes capacidades clase A o calibrados.

Pipetas volumétricas de diferentes capacidades clase A o calibradas.

Material común de laboratorio.

B.5.2.2 Aparatos y Equipos

Cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de flama, con sistema de inyección capilar o empacada, con integrador o sistema de manejo de datos (opcional).

Columna para sistema capilar de silica fundida DB-WAX de 60 m de longitud de 0,25 micras de espesor de película y 0,25 mm de diámetro interno o columna equivalente.

Inserto para columna capilar, de acuerdo a la marca y modelo del cromatógrafo, empacado con 10% de OV-101/Chromosorb WHP 100/120 mallas.

Columna para sistema empacado - Columna de vidrio de 2,0 m de longitud y 2 mm de diámetro interno y 6 mm de diámetro externo con configuración de acuerdo a la marca y modelo del cromatógrafo y empacada con 5% Carbowax 20 M sobre Carbopack B, 80-120 mallas. Esta columna no debe tener tratamiento silanizado, solamente tratamiento de ácido fluorhídrico para el vidrio o columna equivalente.

Inserto de vidrio para columna empacada.

Jeringa Hamilton de 10 µl.

Balanza analítica con sensibilidad de 0,0001 g.

Baño de agua a temperatura constante (20°C).

B.5.3 Procedimiento**B.5.3.1** Preparación de soluciones

Para preparar la solución patrón, se puede optar por dos procedimientos:

Preparar los patrones de los componentes en forma individual, o

Preparar un patrón concentrado que contenga todos los componentes a analizar.

Los patrones deben prepararse para obtener las concentraciones aproximadas a las establecidas en la tabla B.3.

B.5.3.2 Preparación de la solución patrón de acetaldehído

En un matraz volumétrico de 100 ml llenar aproximadamente la mitad con etanol al 40% Alc. Vol., tapar el matraz y pesarlo, anotar el peso. En una campana de extracción, medir 5 ml de acetaldehído o transferir el contenido de la ampolleta sellada de 5 ml, tapar el matraz y pesarlo nuevamente anotando el peso, llevar al volumen con la solución de etanol al 40% Alc. Vol. y homogeneizar. Colocar el matraz volumétrico en el baño de agua a temperatura constante a 20°C por 30 min. Remover y ajustar el aforo nuevamente. (Esta solución se guarda en congelación y deberá verificarse antes de volverla a usar).

Para la medición del acetaldehído debe refrigerarse la pipeta antes de la medición y el reactivo llevarse a 20°C, a fin de que pueda medirse a esta temperatura sin proyectarse (dada su temperatura de ebullición de 29°C).

La concentración de acetaldehído en el estándar se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Concentración de acetaldehído g/100 ml} = P1 - P2$$

En donde:

P1 = peso del matraz con etanol al 40% y acetaldehído

P2 = peso del matraz con etanol al 40%

En caso de efectuarse por volumen hacer el ajuste a peso tomando en cuenta la densidad del compuesto.

B.5.3.3 Preparación de la solución de estándar interno. (En este caso se ejemplificará la preparación de 2-Pentanol).

En un matraz volumétrico de 100 ml, llenar aproximadamente la mitad con etanol de 40% Alc. Vol., tapar el matraz y en una campana de extracción pesar o medir la cantidad requerida de estándar interno, como por ejemplo 2-pentanol al 0,6% (p/v).

B.5.3.4 Preparación de la solución patrón

La solución patrón se puede preparar de dos formas: individual o en forma concentrada.

B.5.3.4.1 Si se prepara en forma individual, pesar o medir la cantidad requerida de cada componente en un matraz y llevar a volumen como en 5.3.2 (se puede usar como referencia la tabla B.3).

B.5.3.4.2 Si se prepara en forma concentrada, pesar o medir la cantidad requerida de cada componente en un solo matraz y llevar al volumen como en B.5.3.2 (se puede usar como referencia la tabla B.3).

B.5.3.5 Preparación de las diluciones de calibración

B.5.3.5.1 Para preparar las diluciones de calibración medir a 20°C en un matraz volumétrico de 100 ml las cantidades necesarias de la solución patrón para obtener las concentraciones aproximadas establecidas en la tabla B.4 y antes de llevar al volumen con etanol al 40% Alc. Vol., adicionar el volumen requerido de solución patrón de estándar interno. Estas soluciones deben guardarse bien tapadas en refrigeración.

La concentración de las diluciones de calibración dependerá de la concentración que se espera determinar en la muestra por analizar y deberá ser lo más aproximada a ésta (ver tabla B.5).

B.5.3.5.2 Las condiciones de operación varían de acuerdo a la columna e instrumentos utilizados y deberán ser optimizados por cada laboratorio, los cuales son determinados por medio de soluciones estándares, y curvas de número de platos teóricos (N) contra velocidad lineal del flujo de gas, los parámetros serán ajustados para obtener la resolución óptima de todos los componentes de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$R = \frac{2 Dt}{ac + cs}$$

En donde:

R = Resolución

Dt = Diferencia de tiempos de retención

ac = Amplitud del pico en la base correspondiente al componente por cuantificar

cs = Amplitud del pico en la base correspondiente al componente más cercano

Nota: Las unidades de Dt, ac y cs deberán ser las mismas.

B.5.3.5.3 Con el objeto de obtener cromatogramas confiables deberán tomarse las siguientes precauciones:

- Acondicionamiento de la columna.
- Limpieza del Inyector, detector y columna.
- Detección de fugas del sistema.
- Estabilidad del flujo de gas.
- Optimización de la señal del detector (flujos de hidrógeno y aire).
- Estabilidad de las zonas de temperaturas del inyector.
- Repetibilidad de los cromatogramas.

Inyectar al cromatógrafo la cantidad de muestra apropiada. Al menos dos inyecciones reproducibles deberán realizarse para asegurar que el cromatógrafo esté trabajando adecuadamente.

B.5.3.6 Preparación de la muestra

B.5.3.6.1 A todas las muestras deberá determinarse el % de Alc. Vol. a 20°C.

B.5.3.6.2 Cuando el extracto seco de la muestra excede de 5 g/l destilar como se indica en el método para determinar % de Alc. Vol. a 20°C, se admite el uso de una precolumna o inserto en cuyo caso no se requiere destilar.

B.5.3.6.3 Para tener resultados confiables es conveniente preparar las muestras a volúmenes exactos (en matraces volumétricos) y a temperatura de 20°C y con pipeta volumétrica adicionar la misma concentración de la solución patrón del estándar interno que fue agregado a las soluciones patrón de calibración, tomando en cuenta que en el cromatograma el pico del estándar interno deberá tener una altura mínima del 50% de la escala y esta señal no deberá saturar la escala.

B.5.3.6.4 Inyectar al cromatógrafo la cantidad adecuada de estándar o estándares para obtener los cromatogramas respectivos. Enseguida inyectar al cromatógrafo la cantidad adecuada de muestra para obtener el cromatograma correspondiente.

B.5.4 Expresión de resultados

Los resultados se expresan en mg/100 ml de alcohol anhidro.

B.5.5 Cálculos

Cálculo de áreas y relaciones de áreas:

Calcule el área correspondiente al componente "i" (Aib) y al estándar interno (Ae) en cada cromatograma de acuerdo a la tabla B.5 dividiendo el área del componente "i" entre el área del estándar interno y con los valores obtenidos, trace la curva de relación de concentraciones contra la relación de áreas que corresponden a las concentraciones esperadas.

Aib = Área del pico del componente "i" en el estándar de calibración

Ae = Área del pico del estándar interno en el estándar de calibración

Cib = Concentración del componente "i" en el estándar de calibración

Ce = Concentración del estándar interno en el estándar de calibración

Calcular las áreas del componente "i" y del estándar interno en el cromatograma de la muestra estandarizada y obtener el valor del Aib/Ae con el cual se localiza en la curva de calibración el valor Cib/Ce.

Con el valor de Cib/Ce obtenido para la muestra en la curva de calibración y conociendo la cantidad de estándar interno (Ce) agregado a la solución de muestra estandarizada podemos calcular la concentración del componente "i" en la muestra (Cib) con la siguiente fórmula:

$$Cib = Ce \times Rg$$

En donde:

Cib = Componente "i" expresado en mg/100 ml de muestra directa

Ce = mg de estándar interno agregados a la solución de muestra estandarizada

Rg = Relación de Cib/Ce obtenida en la curva de calibración

$$IB = \frac{Cib \times Fd \times 100}{\% Alc. Vol.}$$

En donde:

IB = Componente "i" expresado en mg/100 ml de alcohol anhidro

% Alc. Vol. = % de alcohol en volumen a 20°C

Fd = Factor de dilución

$$Fd = \frac{\text{Volumen total de la muestra estandarizada}}{\text{Volumen de la muestra diluida en la estandarización}}$$

Los cálculos anteriores pueden hacerse utilizando alturas de pico en lugar de áreas.

B.5.6 Repetibilidad y reproducibilidad del método.

B.5.6.1 Repetibilidad del método

La diferencia entre resultados sucesivos obtenidos en las mismas condiciones para una sola muestra, no debe exceder del 5% del promedio de éstas.

B.5.6.2 Reproducibilidad del método

La diferencia entre determinaciones de diferentes analistas, no debe exceder del 15% del promedio de las mismas.

B.5.7 Precauciones

B.5.7.1 Para las muestras

Es importante hacer la medición de volúmenes siempre a 20°C a fin de evitar el error por volumen en dos pruebas de una misma muestra.

B.5.7.2 Para el analista

Debe emplearse el equipo de seguridad necesario y adecuado, lentes de seguridad y guantes para el manejo de sustancias tóxicas.

TABLA DE DISOLUCIONES B.3

CONCENTRACIONES RECOMENDABLES PARA EL ESTANDAR CONCENTRADO

No.	COMPONENTE	CONCENTRADO EN g/100 ml DE DISOLUCIÓN EN ALCOHOL DE 40 % DE ALC. VOL.
1	Acetaldehído	0,16
2	Metanol	1,20
3	s-butanol	0,20
4	n-propanol	0,60
5	i-butanol	0,60
6	n-butanol	0,20
7	i-amílico	0,60
8	n-amílico	0,60
9	Acetato de etilo	0,30

TABLA B.4 DILUCIONES DE LA SOLUCION PATRON CONCENTRADA, RECOMENDADAS PARA PREPARAR LAS SOLUCIONES PATRON DE CALIBRACION (CONCENTRACION mg/ml)

ESTANDAR CONC. ml	ACETALDEHIDO	METANOL	s- BUOH	n-PROH	i-BUOH	n-BUOH	i- AMILICO	n-AMILICO	ACETATO DE ETILO
1	1,60	12,00	2,00	6,00	6,00	2,00	6,00	6,00	3,00
2	3,20	24,00	4,00	12,00	12,00	4,00	12,00	12,00	6,00
3	4,80	36,00	6,00	18,00	18,00	6,00	18,00	18,00	9,00
4	6,40	48,00	8,00	24,00	24,00	8,00	24,00	24,00	12,00
5	8,00	60,00	10,00	30,00	30,00	10,00	30,00	30,00	15,00
6	9,60	72,00	12,00	36,00	36,00	12,00	36,00	36,00	18,00
7	11,20	84,00	14,00	42,00	42,00	14,00	42,00	42,00	21,00
8	12,80	96,00	16,00	48,00	48,00	16,00	48,00	48,00	24,00
9	14,40	108,00	18,00	54,00	54,00	18,00	54,00	54,00	27,00
10	16,00	120,00	20,00	60,00	60,00	20,00	60,00	60,00	30,00

TABLA B.5 mg DE COMPONENTE EN 100 ml DE ALCOHOL ANHIDRO.

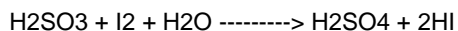
ESTANDAR CONC. ml	ACETALDEHIDO	METANOL	s- BUOH	n-PROH	i-BUOH	n-BUOH	i- AMILICO	n-AMILICO	ACETATO DE ETILO
1	4,00	30,00	5,00	15,00	15,00	5,00	15,00	15,00	7,50
2	8,00	60,00	10,00	30,00	30,00	10,00	30,00	30,00	15,00
3	12,00	90,00	15,00	45,00	45,00	15,00	45,00	45,00	22,50
4	16,00	120,00	20,00	60,00	60,00	20,00	60,00	60,00	30,00
5	20,00	150,00	25,00	75,00	75,00	25,00	75,00	75,00	37,50
6	24,00	180,00	30,00	90,00	90,00	30,00	90,00	90,00	45,00
7	28,00	210,00	35,00	105,00	105,00	35,00	105,00	105,00	52,50

8	32,00	240,00	40,00	120,00	120,00	40,00	120,00	120,00	60,00
9	36,00	270,00	45,00	135,00	135,00	45,00	135,00	135,00	67,50
10	40,00	300,00	50,00	150,00	150,00	50,00	150,00	150,00	75,00

B.6 DETERMINACION DE BIOXIDO DE AZUFRE LIBRE

B.6.1 Fundamento

La determinación del bióxido de azufre libre se basa en la reacción de óxido reducción:



Para efectuar la determinación primero se acidula la muestra para reducir la oxidación de yodo hasta obtener coloración azul.

B.6.2 Reactivos y materiales

B.6.2.1 Reactivos

Los reactivos que se mencionan a continuación deben ser grado analítico, y por agua debe entenderse "agua destilada".

Disolución de almidón al 2%.

Disolución de ácido sulfúrico en una proporción 1:3.

Bicarbonato de sodio (Na_2CO_3).

Disolución de yodo 0,02 N.

Disolución saturada de dicromato de potasio.

B.6.2.2 Material

Matraz Erlenmeyer de 250 ml.

Material común de laboratorio.

B.6.3 Aparatos e instrumentos

Fuente de luz amarilla, consiste en:

El haz luminoso de una lámpara eléctrica atraviesa una capa de 3 cm de una disolución saturada de dicromato de potasio colocada en una caja de vidrio, la luz amarilla ilumina el fondo del recipiente que sirve para la valoración.

Equipo común de laboratorio.

B.6.4 Procedimiento

Se toman 50 ml de la muestra, se transfieren a un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Se adicionan 5 ml de disolución de almidón como indicador, 5 ml de ácido sulfúrico 1:3 y unas trazas de bicarbonato de sodio para expulsar el aire. Valorar rápidamente el ácido sulfuroso libre utilizando la disolución de yodo 0,02 N. El punto final de la valoración es cuando aparece una coloración azulada que persista durante 1-2 min. La temperatura de la disolución no debe ser superior a 20°C (293K).

Para efectuar la determinación en vinos rojos, se coloca una fuente intensa de luz amarilla, de modo que la luz se transmita a través de la disolución con el fin de distinguir el punto final de la valoración que es cuando la muestra toma un color gris mate que persista de 10 a 15 segundos.

B.6.5 Cálculos y Resultados

El contenido de bióxido de azufre libre, se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{SO}_2 \text{ libre, mg/l} = \frac{V \times N \times 32 \times 1000}{v}$$

En donde:

32 = miliequivalente del SO_2 expresado en mg

V = Volumen de la disolución de yodo empleada en la valoración, en ml

N = Normalidad de la disolución de yodo

v = Volumen de la muestra, en ml

B.7 DETERMINACION DE BIOXIDO DE AZUFRE TOTAL**B.7.1 Reactivos y materiales****B.7.1.1 Reactivos**

Los reactivos que se mencionan a continuación deben ser grado analítico, cuando se mencione agua debe ser destilada.

Acido clorhídrico concentrado.

Disolución de yodo 0,05 N.

Disolución de almidón al 2%.

Cloruro de bario dihidratado ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

B.7.1.2 Material

Matraz de tres bocas.

Embudo de separación.

Bureta.

Material común de laboratorio.

B.7.2 Aparatos e instrumentos

Condensador.

Equipo común de laboratorio.

B.7.3 Procedimiento

En un matraz de tres bocas se colocan 200 ml de agua, se calienta a ebullición. A través de un embudo de separación, se adicionan 25 o 50 ml de la muestra y 20 ml de ácido clorhídrico (ver figura B.2). Calentar a ebullición lo más rápidamente posible. El destilado se hace pasar por un condensador eficiente y se recoge en agua que contiene 1 o 2 gotas de disolución 0,05 N de yodo y unas gotas de almidón. La recolección de la muestra se hace por medio de un adaptador tal como se indica en la figura B.2. La disolución de yodo se adiciona por medio de una bureta a medida que la destilación continúa hasta que el color azul persista.

Generalmente el bióxido de azufre se desprende en unos 5 min, pero el punto final se toma cuando el color azul, debido a la adición de 0,1 ml de la disolución de yodo 0,05 N, persista durante 1 min.

Cada ml de la disolución 0,05 N de yodo equivale a 0,0016 g de SO_2 . Para confirmar que el destilado ya no contiene bióxido de azufre la disolución que queda después de la titulación puede acidificarse con ácido clorhídrico y dejar en ebullición hasta poco volumen y el ácido sulfúrico se precipita agregando cloruro de bario, se pesa como sulfato.

En este caso se prepara un blanco con los reactivos y si precipita sulfato de bario restarlo del valor obtenido de sulfatos.

B.7.4 Cálculos y resultados

El contenido de bióxido de azufre total se calcula en la siguiente forma:

$$\text{SO}_2 \text{ total, mg/l} = \frac{M \times 32 \times 0,05 \times 1000}{V}$$

En donde:

M = Volumen de la disolución de yodo 0,05 N en ml

V = Volumen de la muestra tomada, en ml

32 = Miliequivalente del SO_2 expresado en mg

0,05 = Normalidad de la disolución de yodo

B.8 DETERMINACION DE ALDEHIDOS**B.8.1 Fundamento**

Este método se basa en que se aprovecha la reactividad química del grupo carbonilo del acetaldehído para combinarse fácilmente con un exceso de agentes sulfatados y formar el ácido etanol sulfúrico, el contenido de

aldehídos se puede determinar por el procedimiento indirecto con bisulfato de sodio, en el cual se valora mediante una titulación el exceso de yodo con tiosulfato de sodio.

Los aldehídos son compuestos carbonílicos que se encuentran en la mayoría de las bebidas alcohólicas, se forman como productos de oxidación secundaria en los procesos de añejamiento de las mismas y durante los procesos de fermentación y destilación de los mostos para obtener bebidas alcohólicas, mediante una reacción en que cada molécula de aldehído se adiciona a una molécula de alcohol para formar un hemiacetal, que es un compuesto inestable, el cual se combina con una segunda molécula de alcohol y produce un acetal, la reacción es reversible y el acetal formado puede ser hidrolizado a aldehído y alcohol en soluciones alcohólicas diluidas. Ambas reacciones son catalizadas por ácidos, debido a esto, aunque estén presentes ambas sustancias es más frecuente la formación de aldehídos que de acetales.

B.8.2 Reactivos y materiales

B.8.2.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico. Cuando se mencione agua debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

Solución valorada de yodo 0,05 N.

Solución valorada de tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,05 N.

Preparada a partir de una solución 0,1 N.

Solución valorada de bisulfito de sodio (NaHSO_3) 0,05 N.

Pesar 260 mg de bisulfito de sodio y en un matraz volumétrico de 100 ml disolver en agua y llevar al volumen (esta solución deberá prepararse en el momento de utilizarse).

Almidón soluble en disolución acuosa al 1%.

B.8.2.2 Materiales

Aparato de destilación como se indica en el método de prueba para la determinación de % Alc. Vol. a 20°C.

Matraz Erlenmeyer de 500 ml con boca y tapón esmerilados.

Matraz volumétrico clase A, certificado o calibrado, de 100 ml.

Bureta graduada en décimas de 25 y 50 ml.

Pipetas volumétricas clase A, certificadas o calibradas, de 20, 25 y 100 ml.

B.8.3 Aparatos

Balanza analítica de sensibilidad de 0,0001 g.

B.8.4 Preparación de la muestra

La muestra deberá llevarse a una temperatura de 20°C en el momento de medirla.

Destilación de la muestra:

Para llevar a cabo la destilación de la muestra, consultar el método de prueba para la determinación del % Alc. Vol. a 20°C.

B.8.5 Procedimiento

B.8.5.1 Transferir 100 ml del destilado a un matraz Erlenmeyer de 500 ml, con boca y tapón esmerilados, agregar 100 ml de agua y 20 ml de solución de bisulfito de sodio 0,05 N. Dejar reposar 30 min, agitando ocasionalmente.

Cuando se tienen varias muestras es conveniente esperar 1 o 2 min entre la adición de una muestra y la siguiente.

B.8.5.2 Añadir 25 ml de la solución de yodo 0,05 N, agitar y titular inmediatamente con tiosulfato de sodio 0,05 N, hasta la aparición de un color amarillo pálido, adicionar la solución de almidón como indicador y continuar la titulación hasta la decoloración total del color azul.

B.8.5.3 Preparar un testigo, tomando 100 ml de agua y adicionar las mismas cantidades de solución de bisulfito de sodio y solución de yodo utilizados para la muestra y trabajar como en ésta.

B.8.6 Cálculos

El contenido de aldehídos expresados en miligramos de acetaldehído por 100 ml referidos a alcohol anhidro,

se calcula con la siguiente ecuación:

$$A = \frac{(V1 - V2) N \times 22 \times 100}{M} \times \frac{100}{\% \text{ Alc. Vol.}}$$

Donde:

V1 = Gasto de solución de tiosulfato 0,05 N por la muestra

V2 = Gasto de solución de tiosulfato 0,05 N por el blanco

N = Normalidad de la solución del tiosulfato

M = Volumen de la muestra (parte alícuota 100 ml)

% Alc. Vol. = Por ciento de alcohol en volumen de la muestra a 20°C

A = mg de acetaldehído por 100 ml de alcohol anhidro

22 = miliequivalente del acetaldehído expresado en mg

B.8.7 Repetibilidad y reproducibilidad

B.8.7.1 Repetibilidad

La diferencia entre dos resultados sucesivos obtenidos en las mismas condiciones de la misma muestra, no debe exceder del 5% del promedio de las mismas.

B.8.7.2 Reproducibilidad

La diferencia entre dos determinaciones de dos analistas no deberá exceder del 15% del promedio de las mismas.

B.8.8 Precauciones

B.8.8.1 Para la muestra

Es importante hacer la medición de su volumen para el análisis siempre a 20°C a fin de evitar el error por volumen en dos pruebas de una misma muestra.

B.8.8.2 Para el analista

Durante la determinación deberá emplearse el equipo de seguridad necesario y adecuado, lentes de seguridad y guantes para el manejo de sustancias tóxicas.

APENDICE C NORMATIVO

C. VERIFICACION DE LA VERACIDAD DE LA INFORMACION COMERCIAL PARA BRANDY.

Para la verificación de la información comercial, deberán llevarse a cabo pruebas analíticas conforme al siguiente método de prueba:

C.1 Antecedentes del Método a utilizar.

La fotosíntesis de las plantas es el mecanismo a través del cual el carbono de la atmósfera se convierte en material orgánico. Las diferentes condiciones ambientales han obligado a las plantas a desarrollar diferentes tipos de reacciones enzimáticas para realizar la fotosíntesis.

En la actualidad se conocen tres tipos de mecanismos fotosintéticos: el de Calvin o C3, el de Hatch-Slack o C4 y el de Acido Cruseláceo o CAM.

La mayor parte de las plantas poseen el mecanismo fotosintético de Calvin cuyo primer producto biosintetizado es un compuesto de 3 carbonos (C3).

Otras plantas que han evolucionado en condiciones más secas y adversas han desarrollado un mecanismo fotosintético más eficiente cuyo primer producto biosintetizado es un compuesto de cuatro carbonos por lo que se denomina plantas C4. A este grupo de plantas pertenecen principalmente los pastos tropicales como la caña de azúcar, el maíz, sorgo, etc.

Existen grandes diferencias entre estos mecanismos fotosintéticos y comprenden desde diferencias en la cantidad de materia orgánica producida por gramo de agua absorbida hasta la relación que hay entre el tipo de carbonos que asimilan las plantas durante la fotosíntesis.

El bióxido de carbono atmosférico que asimila la planta para fabricar la materia orgánica contiene dos tipos de

moléculas de carbón, el Carbón-12 y el Carbón-13. De estas dos moléculas el Carbono-13 tiene una abundancia del 3 % debido a sus características fisicoquímicas ligeramente distintas a las del Carbono 12, resulta de gran utilidad como trazador natural en una gran variedad de procesos. En especial la materia orgánica de las plantas con mecanismos fotosintéticos diferentes presentan una diferencia considerable en la relación de Carbono 13 a Carbono 12.

La relación de Carbono-12 a Carbono-13 de la materia orgánica se determina fácilmente y con gran precisión en un instrumento llamado Espectrómetro de Masas.

C.2 Bases del método.

C.2.1 La caña de azúcar y la vid poseen diferentes tipos de mecanismos fotosintéticos para sintetizar materia orgánica a partir de bióxido de Carbono de la atmósfera. Estas diferencias en los mecanismos fotosintéticos producen una diferencia considerable entre la relación de Carbono-12 a Carbono-13 de la materia orgánica (azúcares y glucosa) producida por la caña de azúcar ($d_{13}C = -12\%$) y la relación de Carbono a Carbono-13 de la materia orgánica de la vid ($d_{13}C = -27\%$).

C.2.2 No se producen variaciones apreciables en la relación isotópica de Carbono de los azúcares durante los procesos de fermentación de los azúcares así como durante la destilación de los alcoholes (la variación reportada asociada a la fermentación en promedio es menor de 2 partes por mil). Por lo tanto pueden distinguirse alcoholes de distintos orígenes botánicos con la misma facilidad que se distinguen azúcares biosintetizados por diferentes mecanismos fotosintéticos.

C.2.3 Las distintas variedades de uvas cultivadas en México así como las diferentes condiciones climatológicas producen variaciones en los alcoholes del orden de 2.5 partes por mil.

C.2.4 Las relaciones isotópicas de Carbono de la materia orgánica es aditiva de tal manera que en una mezcla de alcoholes de distintos orígenes puede mediante una ecuación lineal determinarse la proporción de cada uno de los ingredientes de la mezcla con una exactitud de 0,2%.

C.3 Método de prueba.

El método de prueba a utilizar es el descrito en la Norma Mexicana NMX-V-25.

Con base en los parámetros identificados, para efectos de verificación de la información comercial se tomarán los intervalos de -26,06 a -28,35 para todos los aguardientes puros destilados de alcoholes derivados de uvas cultivadas con excepción de los españoles, para los cuales se aplicará un intervalo de -23,9 a -27,5 (valores de $d_{13}C$).

Los valores se determinarán por el método de espectrometría de masas antes citado.