

# SECRETARIA DE COMERCIO Y FOMENTO INDUSTRIAL

## **NORMA Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-1994, Bebidas alcohólicas-Tequila-Especificaciones.**

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.- Dirección General de Normas.- Dirección de Normalización.- Subdirección de Normas.

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-006-SCFI-1994, BEBIDAS ALCOHOLICAS-TEQUILA-ESPECIFICACIONES.

La Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, por conducto de la Dirección General de Normas, con fundamento en los artículos 34 fracciones XIII y XXX de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 1o., 39 fracción V, 40 fracciones XII y XV, 47 fracción IV de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, y 24 fracciones I y XV del Reglamento Interior de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, y

### **CONSIDERANDO**

Que con motivo de la *Declaración general de protección a la denominación de origen "Tequila"*, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el día 13 de octubre de 1977, el Estado mexicano se constituyó como único titular de dicha denominación, en virtud de corresponder a un producto distintivo de México;

Que en tal virtud, se ha buscado crear el escenario más adecuado para lograr que este producto distintivo de nuestro país continúe siendo un elemento de difusión de nuestra cultura y un reflejo de la calidad con la que cuenta la industria nacional;

Que es responsabilidad del Gobierno Federal establecer las medidas de apoyo que sean necesarias para garantizar que los productos que posean una denominación de origen se apeguen a los referentes establecidos en la norma oficial mexicana correspondiente y, de esa manera, garanticen calidad a los consumidores, tanto en el mercado nacional como en el extranjero;

Que aunado a lo anterior, es preciso proporcionar a los sectores económicos involucrados en la producción y comercialización del tequila, las herramientas necesarias para controlar la inocuidad, calidad y propiedad sobre el producto que elaboran o comercializan;

Que habiéndose cumplido el procedimiento establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización para la elaboración de proyectos de normas oficiales mexicanas, la presidenta del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio, ordenó la publicación del proyecto de Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-1994, Bebidas Alcohólicas - Tequila - Especificaciones, lo que se realizó en el **Diario Oficial de la Federación** el 30 de agosto de 1994, con objeto de que los interesados presentaran sus comentarios al citado Comité Consultivo;

Que durante el plazo de 90 días naturales, contado a partir de la fecha de publicación de dicho Proyecto de Norma Oficial Mexicana, los análisis a los que hacía referencia el artículo 45 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, estuvieron a disposición del público para su consulta; y que dentro del mismo plazo, los interesados presentaron sus comentarios al proyecto de norma, los cuales fueron analizados por el citado Comité Consultivo, realizándose las modificaciones procedentes;

Que en su sesión del 13 de agosto de 1997, el Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio aprobó la Norma Oficial Mexicana de que se trata, para ser publicada en forma definitiva; y

Que la Ley Federal sobre Metrología y Normalización establece que las normas oficiales mexicanas se constituyen como el instrumento idóneo para apoyar las denominaciones de origen, se expide la siguiente:

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-006-SCFI-1994, BEBIDAS ALCOHOLICAS - TEQUILA - ESPECIFICACIONES.

Para efectos correspondientes, esta Norma Oficial Mexicana entrará en vigor 90 días naturales después de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**, con excepción del capítulo 11, el cual entrará en vigor 180 días naturales después de dicha publicación, prorrogable este último plazo por una sola vez, por un periodo igual, en la medida en que se compruebe la existencia de etiquetas impresas con anterioridad a la entrada en vigor de la parte general de esta NOM.

La especificación contenida en el inciso 8.3.3.2 de esta NOM no es retroactiva para todos aquellos envasadores que ya cuentan con el registro de un convenio de corresponsabilidad vigente, en los términos del artículo 175 de la Ley de Propiedad Industrial, en tanto ese convenio continúe vigente entre las mismas partes.

México, D.F., a 14 de agosto de 1997.- La Directora General de Normas, **Carmen Quintanilla Madero**.- Rúbrica.

**NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-006-SCFI-1994, BEBIDAS ALCOHOLICAS-TEQUILA-ESPECIFICACIONES**

**PREFACIO**

En la elaboración de la presente Norma Oficial Mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION.
- CAMARA REGIONAL DE LA INDUSTRIA TEQUILERA.
- CASA CUERVO, S.A. DE C.V.
- CONSEJO REGULADOR DEL TEQUILA.
- DESTILADORA AZTECA DE JALISCO, S.A. DE C.V.
- DESTILADORA GONZALEZ GONZALEZ, S.A. DE C.V.
- DESTILADOS DE AGAVE, S.A. DE C.V.
- DISTILLED SPIRITS COUNCIL OF THE UNITED STATES.
- EMPRESA EJIDAL TEQUILERA AMATITAN, FABRICA DE TEQUILA LA NUEVA REFORMA.
- INSTITUTO MEXICANO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL.
- LA MADRILEÑA, S.A. DE C.V.
- LICORES VERACRUZ.
- PRESIDENT FORUM OF THE BEVERAGE ALCOHOL INDUSTRY.
- SECRETARIA DE COMERCIO Y FOMENTO INDUSTRIAL.  
Delegación Federal en el Estado de Jalisco.  
Dirección General de Normas.
- SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACION Y CERTIFICACION, S.C.  
(NORMEX)
- TEQUILA CASCAHUIN, S.A.
- TEQUILA CENTINELA, S.A. DE C.V.
- TEQUILA CUERVO, S.A. DE C.V.
- TEQUILA EL VIEJITO, S.A. DE C.V.
- TEQUILA HERRADURA, S.A. DE C.V.
- TEQUILA ORENDAIN DE JALISCO, S.A. DE C.V.
- TEQUILA SANTA FE, S.A. DE C.V.
- TEQUILA SAUZA, S.A. DE C.V.
- TEQUILA TRES MAGUEYES, S.A. DE C.V.
- TEQUILAS DEL SEÑOR, S.A. DE C.V.

## INDICE

0	INTRODUCCION
1	OBJETIVO
2	CAMPO DE APLICACION
3	REFERENCIAS
4	DEFINICIONES
5	CLASIFICACION
6	ESPECIFICACIONES
7	MUESTREO
8	METODOS DE PRUEBA
9	CONTROL DE CALIDAD
10	COMERCIALIZACION
11	INFORMACION COMERCIAL
12	BIBLIOGRAFIA
13	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES
	APENDICE A
	APENDICE B
	APENDICE C

## **NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-006-SCFI-1994, BEBIDAS ALCOHOLICAS-TEQUILA-ESPECIFICACIONES (CANCELA A LA NOM-006-SCFI-1993)**

### **0 Introducción**

Esta Norma Oficial Mexicana (NOM) se refiere a la denominación de origen TEQUILA, cuya titularidad corresponde al Estado Mexicano en los términos de la Ley de la Propiedad Industrial. La emisión de esta NOM es necesaria, de conformidad con el punto 2 de la Declaración General de Protección a la Denominación de Origen "Tequila", publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 13 de octubre de 1977 (en lo sucesivo referida como "la Declaración") y con la fracción XV del artículo 40 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

### **1 Objetivo**

Esta NOM establece las características y especificaciones que deben cumplir los usuarios autorizados para producir, envasar y/o comercializar tequila, conforme al proceso que más adelante se señala.

### **2 Campo de aplicación**

Esta NOM se aplica a la bebida alcohólica sujeta al proceso que más adelante se detalla, con agaves de la especie *Tequilana weber*, variedad *Azul*, cultivados en las entidades federativas y municipios señalados en la Declaración.

### 3 Referencias

Para la comprobación de las especificaciones establecidas en la presente NOM, se aplicarán las normas oficiales mexicanas, especificaciones y métodos de prueba que se mencionan a continuación:

#### 3.1 Normas oficiales mexicanas.

NOM-002-SCFI PRODUCTOS PREENVASADOS-CONTENIDO NETO, TOLERANCIAS Y METODOS DE VERIFICACION.

NOM-030-SCFI INFORMACION COMERCIAL DE CANTIDAD EN LA ETIQUETA-ESPECIFICACIONES.

NOM-117-SSA1 BIENES Y SERVICIOS-METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE CADMIO, ARSENICO, PLOMO, ESTAÑO, COBRE, FIERRO, ZINC Y MERCURIO EN ALIMENTOS, AGUA POTABLE Y AGUA PURIFICADA POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

NOM-120-SSA1 BIENES Y SERVICIOS-PRACTICAS DE HIGIENE Y SANIDAD PARA EL PROCESO DE ALIMENTOS, BEBIDAS NO ALCOHOLICAS Y ALCOHOLICAS.

NOM-142-SSA1 BIENES Y SERVICIOS-BEBIDAS ALCOHOLICAS ESPECIFICACIONES SANITARIAS-ETIQUETADO SANITARIO Y COMERCIAL.

#### 3.2 Los métodos de prueba contenidos en el Apéndice A.

### 4 Definiciones

Para los efectos de esta NOM se establecen en orden alfabético las definiciones siguientes:

#### 4.1 Abocado.

Procedimiento para suavizar el sabor del tequila, mediante la adición de uno o más de los siguientes ingredientes:

- Color caramelo
- Extracto de roble o encino natural
- Glicerina
- Jarabe a base de azúcar

El uso de cualquiera de estos ingredientes no debe ser mayor del 1% en relación al peso total que tiene el tequila, antes de su envasado; la coloración que resulte de este proceso debe ser amarillenta.

#### 4.2 Agave.

Planta de la familia de las amarilidáceas, de hojas largas y fibrosas, de forma lanceolada, de color verde azulado, cuya parte aprovechable para la elaboración de tequila es la piña o cabeza. La única especie admitida para los efectos de esta NOM, es la *Tequilana weber*, variedad *azul*, que haya sido cultivada dentro de la zona señalada en la Declaración.

#### 4.3 Buenas prácticas de fabricación.

Conjunto de normas y actividades relacionadas entre sí, destinadas a garantizar que los productos tienen y mantienen las especificaciones requeridas para su consumo.

#### 4.4 Dependencia.

Cualquier dependencia o entidad de la Administración Pública Federal.

#### 4.5 DGN.

La Dirección General de Normas de la SECOFI.

#### 4.6 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.

#### 4.7 IMPI.

El Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial.

#### 4.8 Ley.

La Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

#### 4.9 Límite mínimo y límite máximo.

Cantidad fijada en esta NOM en la que no existe tolerancia.

#### 4.10 Lote.

Cantidad de un producto elaborado en un mismo lapso para garantizar su homogeneidad.

#### 4.11 Maduración del tequila.

Transformación lenta que le permite adquirir al producto las características organolépticas deseadas, por procesos fisicoquímicos que en forma natural tienen lugar durante su permanencia en recipientes de madera de roble o encino.

#### 4.12 NOM.

Norma Oficial Mexicana.

#### 4.13 Operaciones unitarias.

Son las etapas del proceso de elaboración del tequila, en las cuales las materias primas sufren cambios químicos, bioquímicos y físicos, hasta obtener un producto determinado en cada una de ellas.

Existen las siguientes etapas básicas de dicho proceso: jima, hidrólisis, extracción, fermentación, destilación, maduración, en su caso, y envasado.

**4.14 PROFECO.**

La Procuraduría Federal del Consumidor.

**4.15 SECOFI.**

La Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

**4.16 Superficie principal de exhibición.**

De conformidad con la Norma Oficial Mexicana NOM-030-SCFI (ver 3 referencias), aquella parte de la etiqueta o envase a la que se le da mayor importancia para ostentar el nombre y la marca comercial del producto, excluyendo las tapas y fondos de latas, tapas de frascos, hombros y cuellos de botellas.

**4.17 Tequila.**

Bebida alcohólica regional obtenida por destilación y rectificación de mostos, preparados directa y originalmente del material extraído, dentro de las instalaciones de la fábrica, derivado de la molienda de las cabezas maduras de agave, previa o posteriormente hidrolizadas o cocidas, y sometidos a fermentación alcohólica con levaduras, cultivadas o no, siendo susceptible de ser enriquecido por otros azúcares hasta en una proporción no mayor de 49%, en la inteligencia de que no están permitidas las mezclas en frío. El tequila es un líquido que, de acuerdo a su tipo, es incoloro o amarillento cuando es madurado en recipientes de madera de roble o encino, o cuando se aboque sin madurarlo.

Cuando en esta NOM se haga referencia al término "Tequila", se entiende que aplica a las dos categorías señaladas en el capítulo 5, salvo que exista mención expresa al "Tequila 100% de agave" o "Tequila 100% puro de agave".

**4.17.1 Tequila blanco.**

Producto cuya graduación alcohólica comercial debe, en su caso, ajustarse con agua de dilución.

**4.17.2 Tequila joven u oro.**

Producto susceptible de ser abocado, cuya graduación alcohólica comercial debe, en su caso, ajustarse con agua de dilución. El resultado de las mezclas de tequila blanco con tequilas reposados y/o añejos se considera como tequila joven u oro.

**4.17.3 Tequila reposado.**

Producto susceptible de ser abocado, que se deja por lo menos dos meses en recipientes de madera de roble o encino, cuya graduación alcohólica comercial debe, en su caso, ajustarse con agua de dilución. En mezclas de diferentes tequilas reposados, la edad para el tequila resultante es el promedio ponderado de las edades y volúmenes de sus componentes.

**4.17.4 Tequila añejo.**

Producto susceptible de ser abocado, sujeto a un proceso de maduración de por lo menos un año en recipientes de madera de roble o encino, cuya capacidad máxima sea de 600 litros, y con una graduación alcohólica comercial que debe, en su caso, ajustarse con agua de dilución. En mezclas de diferentes tequilas añejos, la edad para el tequila resultante es el promedio ponderado de las edades y volúmenes de sus componentes.

**5 Clasificación**

**5.1 Categorías.**

De acuerdo al porcentaje de los azúcares provenientes del agave que se utilicen en la elaboración del tequila, éste se puede clasificar en una de las categorías siguientes:

**5.1.1 "Tequila 100% de agave" o "Tequila 100% puro de agave".**

Es aquel producto que se obtiene de la destilación y rectificación de mostos, preparados directa y originalmente del material extraído, dentro de las instalaciones de la fábrica, derivado de la molienda de las cabezas maduras de agave, previa o posteriormente hidrolizadas o cocidas, y sometidos a fermentación alcohólica con levaduras, cultivadas o no. Para que este producto sea considerado como "Tequila 100% de agave" o "Tequila 100% puro de agave", debe ser embotellado en la planta de envasado que controle el propio fabricante, misma que debe estar ubicada dentro de la zona de denominación de origen.

Este producto puede ser denominado como "Tequila 100% de agave" o "Tequila 100% puro de agave".

**5.1.2 "Tequila".**

Es aquel producto que se obtiene de la destilación y rectificación de mostos, en cuya formulación se han adicionado hasta una proporción no mayor del 49% de azúcares distintos a los derivados de la molienda, extraídos dentro de las instalaciones de la fábrica, de las cabezas maduras del agave, previa o posteriormente hidrolizadas o cocidas y sometidos a fermentación alcohólica con levaduras, cultivadas o no, en la inteligencia que no están permitidas las mezclas en frío.

**5.2 Tipos.**

**5.2.1** De acuerdo a las características adquiridas en procesos posteriores a la destilación y rectificación, el tequila se clasifica en 4 tipos:

- Tequila blanco.
- Tequila joven u oro.
- Tequila reposado.
- Tequila añejo.

**5.2.2** Para el mercado internacional se puede sustituir la clasificación mencionada en el párrafo anterior por la traducción al idioma correspondiente, o bien, por la siguiente:

- Tequila "Silver" en lugar de Tequila blanco.
- Tequila "Gold" en lugar de Tequila joven u oro.
- Tequila "Aged" en lugar de Tequila reposado.
- Tequila "Extra-aged" en lugar de Tequila añejo.

## 6 Especificaciones

### 6.1 Del producto.

**6.1.1** El producto objeto de esta NOM debe cumplir con las especificaciones señaladas en la tabla 1.

**TABLA 1  
ESPECIFICACIONES FISICOQUIMICAS DEL TEQUILA**

	Tequila blanco		Tequila joven u oro		Tequila reposado		Tequila añejo	
	mínimo	máximo	mínimo	máximo	mínimo	máximo	mínimo	máximo
Porcentaje de alcohol a 20°C	38,0	55,0	38,0	55,0	38,0	55,0	38,0	55,0
Extracto Seco (g/l)	0	0,20	0	5,0	0	5,0	0	5,0
Valores expresados en mg/100 ml referidos a alcohol anhidro								
Alcoholes superiores (en alcohol amílico) (1)	20	400	20	400	20	400	20	400
Metanol (2)	30	300	30	300	30	300	30	300
Aldehidos	0	40	0	40	0	40	0	40
Esteres	2	270	2	350	2	360	2	360
Furfural (3)	0	1	0	1	0	1	0	1

### NOTAS

<b>Nota 1:</b>	Supeditado a un análisis cromatográfico, se puede elevar el parámetro máximo hasta 500 mg/100 ml
<b>Nota 2:</b>	El parámetro mínimo puede disminuir si el productor de tequila demuestra a satisfacción del organismo de certificación acreditado, que es viable reducir el contenido de metanol mediante un proceso distinto.
<b>Nota 3:</b>	Supeditado al análisis, vía húmeda, se puede elevar el parámetro máximo hasta 4 mg/100 ml

**6.1.2** De ser necesario, para obtener la graduación comercial requerida, se debe usar agua potable, destilada o desmineralizada.

**6.1.3** Son aplicables para los efectos de esta NOM las especificaciones contenidas en el inciso 6.4 de la Norma Oficial Mexicana NOM-142-SSA1 (ver 3 referencias), para lo cual debe tomarse en consideración la Norma Oficial Mexicana NOM-117-SSA1 (ver 3 referencias). Dichas especificaciones son exclusivamente objeto de verificación oficial por parte de las dependencias y su certificación no es obligatoria.

### 6.2 Del agave.

El agave que se utilice como materia prima para la elaboración de tequila, debe ser maduro, de la especie *Tequilana weber*, variedad azul, y haber sido cultivado en la región geográfica descrita en la Declaración.

### 6.3 Uso de azúcares.

El producto objeto de esta NOM es susceptible de ser enriquecido por otros azúcares hasta en una proporción no mayor del 49%, en la medida de que se trate del tequila a que hace referencia el inciso 5.1.2, sin que se permitan las mezclas en frío.

### 6.4 Maduración.

En caso del tequila reposado, el producto debe dejarse en recipientes de madera de roble o encino por lo menos dos meses. Para el tequila añejo el proceso de maduración debe durar, por lo menos, un año en recipientes de madera de roble o encino, cuya capacidad máxima sea de 600 litros.

## 7 Muestreo

### 7.1 Requisitos generales.

La aplicación del plan de muestreo descrito en esta NOM obliga a los fabricantes y envasadores a llevar un control de calidad permanente a través de su propia infraestructura o por medio de la

contratación de los servicios de organismos de evaluación de la conformidad acreditados, tales como organismos de certificación, laboratorios de pruebas y/o unidades de verificación.

#### **7.2 Del producto a granel.**

Del producto a granel contenido en los carrostanque, pipas o pipones, se toma una muestra constituida por porciones aproximadamente iguales, extraídas de los niveles inferior, medio y superior, en la inteligencia que el volumen extraído no debe ser menor de 3 litros. En el caso del producto contenido en barriles, se debe tomar una muestra constituida con porciones aproximadamente iguales, extraídas del número de barriles que se especifican en el Apéndice B de esta NOM, de tal manera que se obtenga un volumen total no menor de 3 litros.

Cada muestra extraída, previamente homogeneizada debe dividirse en 3 porciones de aproximadamente un litro cada una, de las cuales debe envasarse en un recipiente debidamente identificado con una etiqueta firmada por las partes interesadas, debiendo cerrarse en forma tal que garantice su inviolabilidad. Estas porciones se reparten en la forma siguiente: dos para el organismo de certificación de producto o unidad de verificación acreditados o, a falta de éstos, para la DGN y una para la empresa visitada. En el primer caso, de las dos muestras, una se analiza y la otra permanece en custodia para usarse en caso de tercera.

#### **7.3 Envases menores.**

**7.3.1** Para producto en recipientes menores, cada muestra debe integrarse con el conjunto de las porciones aproximadamente iguales, tomadas del número de envases que se especifica en el Apéndice C de esta NOM, de tal manera que se obtenga un volumen total no menor de 3 litros.

Cuando el número de envases muestreados resulte insuficiente para reunir los 3 litros requeridos como mínimo, se muestrean tantos envases como sean necesarios hasta completar dicho volumen. Con las muestras se debe proceder de acuerdo con el último párrafo del inciso 7.2.

**7.3.2** La selección de los barriles o envases menores para extraer las porciones de muestra debe efectuarse al azar.

### **8 Métodos de prueba**

La verificación del cumplimiento de las especificaciones que se establecen en esta NOM, se realiza como sigue:

#### **8.1 Del producto.**

Deben aplicarse los métodos de prueba referidos en el capítulo 3 de esta NOM.

#### **8.2 Del proceso de fabricación.**

##### **8.2.1 Maduración en recipientes de roble o encino.**

Constatación de la existencia de recipientes y documentos de ingresos y extracciones de producto de esos recipientes (bitácora foliada).

Los recipientes en que se realiza deben estar sellados durante todo el tiempo del proceso. Los sellos son impuestos y levantados por el organismo de certificación de producto acreditado.

##### **8.2.2 Agua destilada o desmineralizada.**

Debe constatarse la existencia del equipo de destilación o desmineralización en condiciones de operación y la bitácora de uso del equipo y destino del agua destilada o desmineralizada. En su caso, debe verificarse la existencia de las facturas o comprobantes de compra o entrega de los volúmenes utilizados de agua destilada o desmineralizada.

#### **8.3 Relativos a la autenticidad del tequila.**

##### **8.3.1 Agave.**

El agave que se utilice como materia prima para la elaboración de cualquier tipo de tequila, debe cumplir con los requisitos mencionados a continuación:

**8.3.1.1** Estar inscrito en el Registro de Plantación de Predios instalado para tales efectos por el organismo de certificación de producto acreditado.

**8.3.1.2** Contar con la supervisión del organismo de certificación de producto acreditado en donde se comprueben los requisitos enunciados en el inciso 6.2 y en el subinciso 8.3.1.1.

##### **8.3.2 Uso de azúcares.**

**8.3.2.1.** El productor de tequila debe demostrar, en todo momento, que el producto no ha sido adulterado en las operaciones unitarias durante su elaboración, particularmente a partir de la formulación de los mostos. La prueba admisible para tales efectos consiste en un balance de materias primas y materiales que determine la participación mayoritaria o total de los azúcares procedentes del agave, así como en el cálculo de eficiencias de cada operación unitaria y del total de las etapas del proceso de elaboración. Por tal motivo, el productor de tequila debe llevar un registro actualizado de por lo menos, los documentos siguientes:

a) Facturas de materia prima y de venta de producto terminado;

b) Fichas de entradas y salidas de materia prima y producto terminado; y,

c) Inventarios, fichas de entradas y salidas de producto sometido a un proceso de maduración.

**8.3.2.2.** En ningún momento el productor de tequila puede elaborar simultáneamente cualquier otro producto en las instalaciones del productor autorizado por la dependencia competente, a menos de

que cuente con líneas de producción claramente diferenciadas a juicio del organismo de certificación acreditado y se notifique a éste dicha circunstancia con la debida anticipación a la fecha de inicio de la producción simultánea de cualquier otro producto distinto del tequila.

**8.3.2.3** La comprobación de lo establecido en esta NOM se realiza a través de inspección permanente por parte del organismo de certificación de producto acreditado, independientemente que puede ser corroborado por cualquier autoridad federal competente o por una unidad de verificación acreditada.

Este requisito se cumple a través del uso ininterrumpido de sistemas aleatorios de inspección previamente aprobados por la DGN, los cuales, en su caso, deben por lo menos incluir una huella cromatográfica que permita identificar el tequila de cada productor y garantice la integridad del producto.

### **8.3.3** Envasado.

El envasador de tequila debe demostrar, en todo momento, que el producto no ha sido adulterado desde su entrega a granel hasta el envasado final del mismo. Para tales efectos, la actividad de envasado se sujeta a los lineamientos siguientes:

**8.3.3.1** Los envasadores que no produzcan tequila y/o adquieran el producto a granel de un fabricante, no pueden mezclar tequila de diferentes tipos o procedencias.

**8.3.3.2** El envasador no puede utilizar más de un proveedor de tequila por marca o por tipo de tequila de esa marca.

**8.3.3.3** El producto que ostente la leyenda "Tequila 100% de agave" o "Tequila 100% puro de agave" debe ser embotellado en la planta de envasado del propio fabricante dentro de la zona de denominación de origen. En caso de que la planta no esté ubicada en las instalaciones de la fábrica, el traslado a granel del producto debe ser supervisado por el organismo de certificación de producto acreditado, o en su caso, por una unidad de verificación acreditada, a través de los mecanismos que previamente apruebe la DGN. Se considera que la planta de envasado es del propio fabricante cuando éste mantiene el control total del proceso de envasado.

**8.3.3.4** El traslado a granel del tequila debe ser supervisado por una unidad de verificación acreditada, de conformidad con los mecanismos que previamente apruebe la DGN. El proceso de envasado está sujeto a la inspección por lote de esa unidad de verificación.

**8.3.3.5** El envasador que no es productor de tequila no debe cambiar en forma alguna las características organolépticas del producto que recibe, salvo diluirlo con agua para obtener la graduación alcohólica comercial del tequila dentro de los parámetros permitidos en esta NOM. Por lo tanto, no puede madurar ni abocar el mismo.

**8.3.3.6** El envasador que no es productor de tequila sólo puede envasar el producto que haya sido elaborado bajo la supervisión del organismo de certificación acreditado. Por tal motivo, debe corroborar que cada lote que recibe cuenta con un certificado de conformidad de producto vigente.

**8.3.3.7** El envasador no debe envasar simultáneamente producto distinto del tequila en sus instalaciones, a menos de que cuente con líneas de producción claramente diferenciadas a juicio de la unidad de verificación acreditada que se contrate para supervisar dicho proceso y se notifique dicha circunstancia a esa unidad de verificación con la debida anticipación a la fecha de inicio del proceso de envasado simultáneo de cualquier producto distinto del tequila.

**8.3.3.8** El envasador que no es productor de tequila debe llevar un registro actualizado de, por lo menos, los documentos siguientes:

a) Notas de remisión, facturas de compraventa de tequila y de materiales de envase, incluyendo etiquetas;

b) Cuadros comparativos de análisis de especificaciones fisicoquímicas previos a la comercialización, con los parámetros permitidos en el inciso 6.1 de esta NOM; y

c) Copia de los certificados de cumplimiento de NOM que amparen cada lote que haya sido recibido.

**8.3.3.9** Para demostrar que el tequila no ha sufrido adulteraciones durante el proceso de envasado, deben coincidir las comparaciones de áreas y posición de picos cromatográficos de muestreo, realizados en la planta de envase con los obtenidos en la fábrica proveedora de tequila.

**8.3.3.10** El tequila se debe envasar en recipientes nuevos, aceptados por las autoridades sanitarias, que garanticen su conservación y no alteren su calidad. La capacidad de cada envase no debe ser mayor de 5 litros y en, ningún caso, se deben usar envases con marcas que pertenezcan a otro fabricante.

**8.3.3.11** La comprobación de lo establecido en el inciso 8.3.3, y en general cualquier aspecto relacionado de esta NOM que se le aplique a la actividad de envasado, se realiza a través de la inspección por lote que para tales efectos lleva a cabo la unidad de verificación acreditada que se contrate para supervisar dicho proceso, independientemente que puede ser corroborado por cualquier dependencia.

### **8.4** Presunción de incumplimiento.

Si cualquier dependencia competente o una unidad de verificación acreditada detecta el incumplimiento de cualquier disposición contenida en esta NOM, particularmente a lo señalado en el presente capítulo, por parte de un productor y envasador de tequila, se presume la comisión de una infracción. Dentro de los 15 días hábiles siguientes a la notificación de la resolución que emita la dependencia competente, el presunto infractor puede manifestar por escrito lo que a su derecho convenga, en la inteligencia que una vez agotado dicho plazo, la dependencia que emitió esa resolución puede imponer las sanciones que correspondan, de conformidad con la legislación de la materia.

Lo anterior, deja a salvo las facultades que, conforme a otras disposiciones legales, posean en materia de inspección las dependencias.

#### **8.5 Trámites ante dependencias.**

El incumplimiento de cualquier trámite necesario para obtener las autorizaciones para producir, envasar y/o comercializar tequila, que hayan sido aprobados por la DGN o el IMPI, en el ámbito de sus competencias, se considera violatorio de las disposiciones de esta NOM.

### **9 Control de calidad**

De conformidad con el artículo 56 de la Ley, los productores y envasadores de tequila deben mantener sistemas de control de calidad compatibles con las normas aplicables y las buenas prácticas de fabricación. Asimismo, también deben verificar sistemáticamente las especificaciones contenidas en esta NOM, utilizando equipo suficiente y adecuado de laboratorio, así como los métodos de prueba apropiados, llevando un control estadístico de la producción que objetivamente demuestre el cumplimiento de dichas especificaciones.

### **10 Comercialización**

**10.1** El productor y envasador no pueden comercializar tequila alguno que no cuente con un certificado expedido por el organismo de certificación acreditado.

**10.2** Se prohíbe la reventa a granel de tequila tanto en el mercado nacional, como en el internacional.

Asimismo, se prohíbe la exportación de tequila a cualquier país y/o comprador distinto del expresado en el certificado de exportación que expida para esos efectos el organismo de certificación de producto acreditado.

**10.3** La compra y venta de producto a granel entre productores de tequila se considera como una operación de materia prima y, por consiguiente, permitida en esta NOM, siempre y cuando se realice bajo las condiciones siguientes:

**10.3.1** El traslado del producto a granel y la subsecuente recepción debe ser supervisada por un organismo de certificación de producto acreditado, el cual lo hace constar en un registro especial que se toma en cuenta en el balance de materias primas de la fábrica receptora.

**10.3.2** El producto que se recibe debe sufrir un cambio que le dé valor agregado. Así, éste debe ser madurado o abocado, o si se recibe Tequila blanco, al menos diluirlo en agua hasta su graduación alcohólica comercial y envasarlo.

**10.3.3** El número de contraseña oficial que debe ostentar en la etiqueta el tequila es el correspondiente de la fábrica receptora.

**10.4** El productor y envasador de tequila debe reportar el número de litros producidos o envasados mensualmente al organismo de certificación de producto acreditado o, en su caso, a la unidad de verificación acreditada, especificando el nombre de los compradores directos a granel en el mercado nacional e internacional y bajo qué marcas se está comercializando el producto. Estas entidades acreditadas deben elaborar un informe bimestral en donde se haga constar el producto certificado por marca que legítimamente puede ser comercializado, mismo que debe ser enviado a la DGN, al IMPI y a la PROFECO.

**10.5** El productor autorizado a utilizar la denominación de origen tequila, debe satisfacer los lineamientos establecidos en esta NOM y en la Ley de Propiedad Industrial, particularmente los siguientes:

**a)** Estar al corriente en los trámites a que se refiere el inciso 8.5 de esta NOM; y,

**b)** Contar en todo momento con un certificado de cumplimiento con esta NOM, expedido por un organismo de certificación de producto acreditado.

**10.6** En caso de que se pretenda utilizar una marca para el tequila, distinta a la del productor o el tequila sea envasado por una persona diferente al fabricante, se debe presentar para su inscripción ante el IMPI un convenio de corresponsabilidad que incluya las declaraciones y cláusulas que para tales efectos publique el IMPI en el **Diario Oficial de la Federación**, de conformidad con esta NOM y con el artículo 175 de la Ley de la Propiedad Industrial. Adjunto a ese convenio se deben anexar los proyectos de etiqueta que se adherirán al envase en el cual se comercialice, en el país o en el extranjero, dicho producto. En ningún momento las etiquetas deben dañar o menoscabar la imagen del tequila como producto nacional.



**10.7** El envasador debe cumplir cabalmente con los requisitos de etiquetado contenidos en el capítulo 11 de esta NOM. Lo anterior, independientemente de los requisitos que impongan las leyes del país importador.

### **11 Información comercial**

#### **11.1** Marcado y etiquetado.

Cada envase debe ostentar una etiqueta en forma destacada y legible, con la siguiente información en idioma español:

- a) La palabra "Tequila";
- b) Categoría y tipo a las que pertenece, conforme al capítulo 5 de esta NOM;
- c) Contenido neto expresado en litros o mililitros, conforme a la Norma Oficial Mexicana NOM-030-SCFI (ver 3 referencias);
- d) Por ciento de alcohol en volumen a 20°C, que podrá abreviarse "% Alc. Vol.";
- e) Nombre o razón social del productor de tequila o de la fábrica autorizada y, en su caso, del envasador que haya obtenido un dictamen de la unidad de verificación acreditada, distinto al certificado del productor del tequila;
- f) Domicilio del productor de tequila o de la fábrica autorizada y, en su caso, del envasador que haya obtenido un dictamen de la unidad de verificación acreditada, distinto al certificado del productor del tequila;
- g) Marca registrada;
- h) La leyenda "HECHO EN MEXICO";
- i) Contraseña oficial, conforme a la norma oficial mexicana correspondiente;
- j) Lote: cada envase debe llevar grabada o marcada la identificación del lote a que pertenece, con una indicación en clave. La identificación del lote que incorpore el fabricante no debe ser alterado u oculto de forma alguna; y,
- k) Otra información sanitaria o comercial exigida por otras disposiciones legales aplicables a las bebidas alcohólicas.

#### **11.2** Presentación de la información.

**11.2.1** Deben aparecer en la superficie principal de exhibición, cuando menos, la información señalada en los literales a), b), c), d) y g) del inciso 11.1. El resto de la información a que se refiere ese inciso, debe aparecer y puede incorporarse en cualquier otra parte de la etiqueta o envase.

**11.2.2** Para el producto de exportación, deben aparecer en la superficie principal de exhibición, cuando menos, la información señalada en los literales a), b) y g) del inciso 11.1. La información contenida en los literales e), h) e i) del inciso 11.1, debe aparecer y puede incorporarse en cualquier otra parte de la etiqueta o envase. La información contenida en el literal h) del inciso 11.1 puede ser objeto de traducción a otro idioma.

### **12 Bibliografía**

**12.1** NOM-006-SCFI-1993 Bebidas Alcohólicas - Tequila - Especificaciones.

**12.2** NOM-008-SCFI-1993 Sistema General de Unidades de Medida.

**12.3** Declaración General de Protección a la Denominación de Origen "Tequila", publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 13 de octubre de 1977.

**12.4** Ley de Propiedad Industrial, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 2 de agosto de 1994.

**12.5** Ley Federal sobre Metrología y Normalización, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 1o. de julio de 1992.

### **13 Concordancia con normas internacionales**

No se establece concordancia con normas internacionales por no existir referencia alguna en el momento de su elaboración.

## **APENDICE A**

### **A.1** Determinación de azúcares invertidos en azúcares y jarabes - Método de Lane y Eynon

#### **A.1.1** Campo de aplicación

El presente procedimiento se aplica para la determinación de reductores totales, contenidos en las materias primas utilizadas para elaborar tequila o tequila 100% y materiales en proceso, previos a la fermentación.

#### **A.1.2** Reactivos y materiales.

##### **A.1.2.1** Reactivos.

A menos que se especifique lo contrario, los reactivos que se mencionan a continuación deben ser de grado analítico y cuando se mencione o se indique agua, ésta debe ser destilada o desionizada.

##### **A.1.2.1.1** Acido clorhídrico concentrado con densidad relativa de 1,1029

##### **A.1.2.1.2** Solución de Fehling

###### **a)** Solución de sulfato de cobre

Disolver 34,639 g de sulfato de cobre pentahidratado (CuSO<sub>4</sub> 5H<sub>2</sub>O) en un matraz aforado de 500 ml y aforar con agua.

**b) Solución alcalina de tartrato**

Disolver 173 g de sales de Rochelle, o sea tartrato de sodio y potasio tetrahidratado ( $\text{KNaC}_4\text{O}_6\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) y 50 g de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) en un matraz aforado de 500 ml y aforar con agua. Dejar reposar la solución durante dos días.

NOTA- Estandarización de la solución de Fehling

Con pipeta tomar con exactitud 10 ml o 25 ml de la mezcla del reactivo de Soxhlet (5 o 12,5 ml de cada una de las soluciones de soxhlet (a) y (b) en un matraz Erlenmeyer (la cantidad de cobre difiere ligeramente entre los dos métodos de pipeteo, por lo cual se debe usar el mismo, para la estandarización y la determinación). Preparar la solución estándar de azúcar a tal concentración que más de 15 ml y menos de 50 ml sean requeridos para reducir todo el cobre. Colocar esta solución en una bureta de punta lateral larga que evite el contacto del vapor con el cuerpo de ésta.

Adicionar la solución de azúcar al matraz hasta 0,5 1 ml del total requerido, caliente la mezcla hasta ebullición sobre un mechero con tela de alambre y mantenga la ebullición moderada por 2 min. (se pueden utilizar perlas de ebullición o cualquier material inerte que mantenga la ebullición uniforme). Sin quitar de la llama, adicione 1 ml de solución acuosa de azul de metileno al 0,2% (o de 3 a 4 gotas de solución al 1%) y completar la titulación dentro de un tiempo total de ebullición de 3 min., con adiciones pequeñas (2 a 3 gotas) de la solución de azúcar, hasta decolorar el indicador (mantener la salida del vapor continuamente previene la reoxidación del cobre o el indicador). Luego de completar la reducción del cobre, el azul de metileno es reducido a un compuesto incoloro y la solución toma el color naranja de  $\text{Cu}_2\text{O}$  que tenía antes de la adición del indicador.

Si se requieren sólo resultados aproximados (dentro del 1%), la estandarización se puede omitir, siempre y cuando las especificaciones del análisis sean observadas estrictamente.

**A.1.2.1.3 Solución de azúcar invertido en agua.**

Disolver 9.5 g de sacarosa en un matraz aforado de 1000 ml y aforar con agua. Un mililitro de esta solución equivale a 0,01 g de reductores.

**A.1.2.1.4 Solución indicadora de azul de metileno en agua al 0,2%.**

**A.1.2.1.5 Oxalato de sodio seco.**

**A.1.2.2 Materiales y aparatos.**

**A.1.2.2.1 Materiales.**

- Bureta de 50 ml graduada en 0,1 ml
- Cápsula de níquel de capacidad adecuada
- Fuente de calor con regulador de temperatura
- Matraces aforados de 100 ml, 200 ml y 1000 ml
- Matraz Erlenmeyer de 300 ml
- Pipetas volumétricas de 5 ml y 10 ml
- Papel filtro para azúcar
- Papel filtro ayuda
- Termómetro con escala de  $0^\circ\text{C}$  a  $100^\circ\text{C}$
- Material común de laboratorio

**A.1.2.2.2 Aparatos**

- Agitador eléctrico
- Balanza analítica con sensibilidad de  $\pm 0,1$  mg

**A.1.3 Preparación para la titulación de la solución de Fehling.**

Con pipeta medir 5 ml de solución de sulfato de cobre y ponerlos en un matraz Erlenmeyer de 300 ml. Hacer lo mismo con la solución de tartrato de sodio y potasio, colocándola en el mismo matraz. Agregar 50 ml de agua. Enjuagar una bureta graduada de 50 ml con solución de azúcar invertido y luego llenarla. Colocar el matraz Erlenmeyer con la solución de Fehling sobre la fuente de calor y cuando empiece la ebullición, hacer una titulación exploratoria rápida, previa a la titulación definitiva, agregando solución de azúcar invertido con la bureta y usando azul de metileno como indicador.

Una vez conocidos casi con exactitud los mililitros necesarios para reducir el cobre de la solución de Fehling, se procede a otra titulación, agregando inmediatamente después que la solución de Fehling comienza a hervir, y de una sola vez, con la bureta un poco inclinada, el volumen necesario menos 1 ml, aproximadamente, de solución de azúcar invertido.

Agregar unas cinco gotas de solución de azul de metileno, y sin que deje de hervir, agregar el volumen que falta ( $\pm 1$  ml) hasta que el color azul desaparezca.

El tiempo total para hacer la titulación no debe exceder de 3 min.; 2 min., para agregar la casi totalidad de la solución de azúcar invertido y el indicador, y 1 min. más para concluir dicha titulación.

Hacer dos determinaciones y los volúmenes de solución de azúcar invertido gastados no debe diferir en más de 0,1 ml.

El promedio aritmético de ambas lecturas es el volumen gastado en la titulación.

Suponiendo que este volumen fue de 5,0 ml, los reductores necesarios para reducir el cobre de la solución de Fehling se obtienen de la siguiente manera:

5,0 X 0,01 = 0,05 g de reductores

#### A.1.4 Procedimiento.

**a)** Método de incrementos.- Utilice este método si no conoce la concentración aproximada del azúcar en la muestra. A 10 ml o 25 ml de la mezcla de soxhlet, añada 15 ml de la solución de azúcar, y caliente hasta punto de ebullición sobre mechero con tela de alambre. Poner a ebullición por, aproximadamente, 15 s y rápidamente adicionar solución de azúcar hasta que sólo un ligero color azul permanezca.

Entonces adicione 1 ml de azul de metileno al 0,2% (o 3 o 4 gotas de solución al 1%) y completar la titulación adicionando la solución de azúcar gota a gota (el error en esta titulación debe ser  $\leq 1\%$ ).

**b)** Método estándar.- Para una precisión más alta, repetir la titulación adicionando casi la cantidad completa de solución de azúcar requerida para reducir el cobre, calentar hasta punto de ebullición y mantener a ebullición moderada por 2 min. (se recomienda utilizar perlas de ebullición). Sin quitar el calentamiento, adicionar 1 ml de solución acuosa de azul de metileno al 0,2 % (o 3 o 4 gotas de solución al 1% ) y completar la titulación dentro de un tiempo total de ebullición de 3 min., con adiciones pequeñas (2 o 3 gotas) de solución de azúcar hasta decolorar el indicador. Después de completar la reducción del cobre se reduce el azul de metileno a un compuesto incoloro y la solución toma el color naranja del  $\text{Cu}_2\text{O}$  que tenía antes de la adición del indicador.

#### A.1.5 Cálculos

$$\frac{\text{mg azúcar}}{100 \text{ ml}} = \frac{\text{azúcar reductor total requerido}}{\text{ml titulación}}$$

### A.2 Determinación de reductores totales en azúcares y materiales azucarados - Método de Lane y Eynon

#### A.2.1 Reactivos y materiales.

##### A.2.1.1 Reactivos.

A menos que se especifique lo contrario, los reactivos que se mencionan a continuación deben ser de grado analítico y cuando se mencione o se indique agua, ésta debe ser destilada o desionizada.

##### a) Solución de Fehling

###### a.1) Solución de sulfato de cobre

Disolver 34,639 g de sulfato de cobre pentahidratado ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) en un matraz aforado de 500 ml y aforar con agua.

###### a.2) Solución alcalina de tartrato

Disolver 173 g de sales Rochelle, o sea tartrato de sodio y potasio tetrahidratado ( $\text{KNaC}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) y 50 g de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) en un matraz aforado de 500 ml y aforar con agua. Dejar reposar la solución durante dos días.

###### b) Solución de azúcar invertido en agua

Disolver 10 g de glucosa en un matraz aforado de 1000 ml y aforar con agua. Un mililitro de esta solución equivale a 0,01 g de reductores.

###### c) Solución indicadora de azul de metileno en agua

Disolver 1 g de azul de metileno en un matraz aforado de 100 ml y aforar.

###### d) Oxalato de sodio seco

#### A.2.1.2 Materiales y aparatos

##### A.2.1.2.1 Materiales

- Bureta de 50 ml graduada en 0,1 ml
- Cápsula de níquel de capacidad adecuada
- Fuente de calor con regulador de temperatura
- Matraces aforados de 100 ml, 100 ml y 1 000 ml
- Matraz Erlenmeyer de 300 ml
- Pipetas volumétricas de 5 ml y 10 ml
- Papel filtro para azúcar
- Papel filtro ayuda
- Termómetro con escala de 0°C a 100°C
- Materiales común de laboratorio

##### A.2.1.2.2 Aparatos

- Agitador eléctrico
- Balanza analítica con exactitud de  $\pm 0,1$  mg

##### A.2.1.3 Procedimiento

Colocar 26 g de muestra en un matraz aforado de 200 ml, disolver y llevar al aforo, de esta solución, tomar una alícuota de 50 ml transferirlos a un matraz aforado de 100 ml, agregar 25 ml de agua, a continuación agregar poco a poco y girando el matraz 10 ml de ácido clorhídrico con una densidad relativa de 1,1029 (24,85° Brix a 20°C).

Calentar el baño de agua a 70°C; colocar el matraz con un termómetro dentro, agitando constantemente hasta que el contenido llegue a 67°C, lo cual debe lograrse de 2,5 min. a 3 min. Continuar calentando la solución exactamente 5 min. más desde el momento que el termómetro marque los 67°C, tiempo durante el cual la temperatura del contenido del matraz debe llegar aproximadamente a 69°C. Al final de los 5 min., colocar el matraz en agua fría. Cuando se alcance más o menos la temperatura ambiente, dejar enfriar en el baño de agua por lo menos 30 min. más. Lavar el termómetro de modo que el agua de lavado caiga dentro del matraz y aforar a 100 ml.

Con una pipeta volumétrica tomar 10 ml de esta solución, transferirlos a un matraz aforado de 100 ml, aforar con agua, tapar el matraz y homogeneizar.

Con una pileta volumétrica transferir 5 ml de solución de sulfato de cobre y 5 ml de solución de tartrato de sodio y potasio a un matraz Erlenmeyer de 300 ml y titular con la solución preparada de reductores totales, procediendo como se hizo para la titulación de la solución de Fehling.

#### A.2.4 Expresión de resultados.

##### A.2.4.1 Cálculos

El cálculo se hace con la siguiente fórmula:

$$r = \frac{k \times 80 \times 10\,000}{V \times m}$$

Donde:

r es el porcentaje de reductores totales en la muestra;

k son los gramos de reductores necesarios resultantes de la titulación de la solución de Fehling;

V son los centímetros cúbicos de solución de reductores totales gastados en la titulación;

m son los gramos de muestra empleados;

##### A.2.5 Repetibilidad

La diferencia entre los volúmenes de solución de reductores totales gastados en dos titulaciones, realizadas una inmediatamente después de la otra, por el mismo analista, con la misma muestra y con los mismos aparatos, no debe diferir de 0,1 ml El resultado es el promedio aritmético de las mismas.

En caso contrario, repetir las titulaciones.

#### A.3 Determinación de cenizas y extracto seco

##### A.3.1 Determinación de cenizas

La cápsula que contiene el residuo del extracto seco, se coloca en la mufla a temperatura ambiente y se programa para que llegue a 798 K (525°C), se mantiene a esta temperatura hasta obtener cenizas blancas (20 min. aproximadamente); dejar la cápsula en la mufla, una vez que haya disminuido su temperatura a 473 K (200°C, 1,5 h), sacar la cápsula de la mufla y dejar enfriar en el desecador hasta temperatura ambiente (aproximadamente 4 h). Determinar la masa y repetir esta operación hasta masa constante.

Meter a la estufa durante 1 h a 373 K (100°C).

Enfriar en desecador a temperatura ambiente (aproximadamente 2 h).

Determinar la masa por tercera vez.

La diferencia entre la segunda y tercera pesada no debe ser mayor a 1 mg. Si la diferencia es mayor, repetir el proceso hasta lograrlo.

##### A.3.2 Determinación de extracto seco

En una cápsula a masa constante, adicionar el volumen de la muestra (como se indica en la tabla A.3), evaporar en baño de agua hasta completa sequedad; pasar la cápsula a la estufa a una temperatura de 373 K a 378 K (100°C a 105°C) durante 1 h como mínimo o hasta que la masa sea constante en tres lecturas consecutivas, previamente llevado a temperatura ambiente en el desecador (aproximadamente 2 h).

**TABLA A.3.- Cantidad de muestra empleada para la determinación de extracto seco**

Tipo de bebida	Volumen de muestra (ml)
Bebidas destiladas secas (sin azúcares reductores)	25 - 50
Bebidas destiladas semisecas (hasta 10 g/l de reductores)	10 - 25
Bebidas hasta con 10 g/l de reductores	10
Bebidas con 10 g/l- 25 g/l de reductores	5
Licores con más de 25 g/l de reductores	2
Jarabes con más de 100 g/l de reductores	1

#### A.3.3 Expresión de resultados para la determinación de cenizas y extracto seco

##### A.3.3.1 Cenizas

Cálculos para determinar el contenido de cenizas:

$$C = \frac{(M_c - M_v) \times 10^6}{V}$$

Donde:

C es la cantidad de cenizas, en mg/l;

M<sub>c</sub> es la masa de la cápsula más cenizas, en g;

M<sub>v</sub> es la masa de la cápsula vacía, en g;

V es el volumen de la muestra empleada, en ml.

#### **A.3.3.2** Extracto seco

La cantidad de extracto seco se calcula de la siguiente manera:

$$Es = \frac{[Me (g) - Mv (g)] \times 1\,000 \text{ ml}}{V (ml)}$$

donde:

Es es la cantidad de extracto seco, expresado en g/l;

Me es la masa de la cápsula más extracto seco en g;

Mv es la masa de la cápsula vacía en g;

V es el volumen de la muestra empleada en ml.

#### **A.3.4** Repetibilidad de los métodos

La diferencia entre dos resultados sucesivos bajo las mismas condiciones, no debe exceder de 1% del promedio de los mismos, en caso contrario, repetir las determinaciones.

#### **A.3.5** Reproducibilidad de los métodos

La diferencia entre dos determinaciones no debe exceder de 3% del promedio de las mismas.

#### **A.3.6** Informe de la prueba

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

- Nombre del producto
- Prueba(s) a la(s) que se somete
- Número de muestras probadas
- Resultados obtenidos
- Referencia a esta Norma
- Lugar y fecha de la prueba
- Nombre y firma de la persona responsable o signatario autorizado
- Cualquier suceso no usual, ocurrido durante la prueba

#### **A.4** Determinación del por ciento de alcohol en volumen a 293 K (20°C) (% Alc. Vol)

##### **A.4.1** Reactivos, materiales y aparatos

###### **A.4.1.1** Reactivos

- Solución de hidróxido de sodio (NaOH), a 6N
- Agua destilada

###### **A.4.1.2** Materiales

- 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 (prefiérase sin graduación, y con un diámetro 4 cm 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 293 K (20°C) (% Alc. Vol.).

###### **A.4.1.3** Aparatos

- Juego de alcoholímetros certificados por el fabricante con escala en por ciento en volumen graduados en 0,1% Alc. Vol. y referidos a 293 K (20°C).
- Termómetro certificado o calibrado por un laboratorio de calibración autorizado, con escala de 0 K a 323 K (0°C a 50°C), con división mínima no mayor a 0,1°C.
- Equipo de ultrasonido
- Equipo de agitación magnética

##### **A.4.2** Procedimiento

###### **A.4.2.1** Procedimiento general

**A.4.2.1.1** Verter y medir en el matraz volumétrico de 250 ml a 300 ml la muestra a una temperatura de 293 K (20°C) ± 0,5 K, transferirlos cuantitativamente con agua destilada, de acuerdo a la tabla A.4

(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.

**A.4.2.1.2** Calentar el matraz de destilación y recibir el destilado en el mismo matraz donde se midió la muestra. El refrigerante termina 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 (ver tabla A.4 y según producto). Por el refrigerante está circulando siempre el agua fría, y el matraz de recepción debe encontrarse sumergido en un baño de agua-hielo durante el curso de la destilación.

**A.4.2.1.3** Cuando la cantidad de destilado contenida en el matraz de recepción 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 que se midió la muestra, procurar no perder líquido. Llevar a la marca de aforo con agua destilada, homogeneizar y transferir el destilado a la probeta.

**A.4.2.1.4** En una probeta adecuada al tamaño de 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 establezca la temperatura y dando ligeros movimientos con el termómetro, eliminar las burbujas de aire. Efectuar la lectura de ambos. Si la lectura se realiza a una temperatura diferente de 293 K (20°C), se tiene que pasar a grado volumétrico (% Alco. Vol. a 293 K (20°C), (exfuerza real), y hacer la corrección necesaria empleando las tablas de corrección por temperatura.

**A.4.2.2** Procedimiento para vinos y vinos generosos

Verter y medir en el matraz volumétrico la cantidad de muestra indicada en la tabla A.4 a una temperatura de 293 K (20°C)  $\pm 0,5$  K, transferirlos cuantitativamente con agua destilada (la cantidad de agua depende del contenido de azúcares reductores del vino, ver tabla A.4, 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 A.4.2.1.2 y A.4.2.1.3.

**TABLA A.4.- Volúmenes de muestra y agua para la destilación de las muestras**

Producto	% Alc. Vol. 273 K (20°C)	Contenido de azúcares reductores totales (g/l)	Cantidad de muestra (ml)	Cantidad de agua destilada agregada (ml).	Cantidad de agua en el matraz de recepción de 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	30
Extractos hidroalcohólicos	45 a 80	0 a 50	250 300	50 90	10

**A.4.2.3** Procedimiento para bebidas carbonatadas

Eliminar previamente el dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) de la muestra, mediante agitación mecánica durante 30 min. o 5 min. en ultrasonido.

Continuar con el procedimiento descrito en A.4.2.1.1 y A.4.2.1.2, tomar en cuenta las cantidades de muestra y agua que se expresan en la tabla A.4, y si después del procedimiento de destilación la muestra presenta la acidez total mayor a 3,0 g/l, ésta debe neutralizarse. Continuar con el procedimiento A.4.2.1.3.

**A.4.2.4** Procedimiento para licores

Procédase de acuerdo a lo descrito en A.4.2.1.1., A.4.2.1.2 y A.4.2.1.3 y ver la tabla A.4 para el empleo de volumen de muestra y agua.

#### **A.4.2.5 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 los descritos en A.4.2.1.3.

#### **A.4.3 Expresión de resultados**

**A.4.3.1** Si en el momento de la determinación la muestra está a una temperatura diferente a 293 K (20°C), la lectura debe corregirse usando las tablas alcoholimétricas (ver tabla VIII b de la Guide Practique D'Alcoométrie), en la sección de grado volumétrico (exfuerza real).

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

#### **A.4.4 Repetibilidad del método**

No debe exceder del 0,2%, en caso contrario repetir las determinaciones.

#### **A.4.5 Reproducibilidad del método**

No debe exceder de  $\pm 0,3$  % de alcohol en volumen a 293 K (20°C)

#### **A.4.6 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
- Nombre y firma de la persona responsable o signatario autorizado

**A.5 Determinación de alcoholes superiores (Aceite de Fusel) excepto npropanol en bebidas alcohólicas destiladas**

#### **A.5.1 Método químico**

##### **A.5.1.1 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 I, 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 atribuye a los azúcares de las bebidas a través de los cuales se sintetizan los aminoácidos.

##### **A.5.1.2 Reactivos, materiales y aparatos**

###### **A.5.1.2.1 Reactivos**

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

Acido sulfúrico concentrado.

Alcohol isobutílico.

Alcohol isoamílico.

Solución de p-dimetilamino benzaldehído.- Disolver 1 g de 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.

###### **A.5.1.2.2 Materiales**

Material común de laboratorio.

### **A.5.1.2.3 Aparatos y equipo**

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

Balanza analítica con sensibilidad de 0,0001 g.

Espectrofotómetro.

### **A.5.1.3 Preparación de la curva de calibración**

#### **A.5.1.3.1 Soluciones tipo para la curva de calibración**

Prepara seis soluciones tipo, conteniendo de 1 mg/100 ml a 6 mg/100 ml de aceite de fusel, poniendo en matraces volumétricos de 100 ml alícuotas de 1 ml a 6 ml de la solución patrón de aceite de fusel y llevar al aforo con la solución de grado alcohólico igual 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 A.5.1.5 debe dar una absorbancia de  $0,83 \pm 0,03$  a una longitud de onda de 530 nm, de lo contrario preparar nuevamente la disolución patrón de aceite de fusel.

#### **A.5.1.4 Preparación de la muestra**

**A.5.1.4.1** Para bebidas destiladas, destilar previamente la muestra, como se indicó en el método de prueba para determinación del % Alc. Vol. a 20°C.

**A.5.1.4.2** En un matraz volumétrico de 100 ml colocar un volumen conocido 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 A.5.1.5.

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 A.5.1.5.

#### **A.5.1.5 Procedimiento**

**A.5.1.5.1** 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.

**A.5.1.5.2** 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 agua en ebullición durante 20 min. Colocarlos después en el baño entre 3 y 5 min., sacarlos y llevarlos a la temperatura ambiente.

**A.5.1.5.3** 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.

**A.5.1.5.4** 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.

#### **A.5.1.6 Cálculos**

En 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. = Grado alcohólico real de la muestra a 293 K (20°C) en % de alcohol en volumen.

#### **A.5.1.7 Repetibilidad y reproducibilidad del método**

##### **A.5.1.7.1 Repetibilidad**

La diferencia entre dos resultados sucesivos, obtenidos en las mismas condiciones, no debe exceder del 5% del promedio de los mismos. En caso contrario, repetir las determinaciones.

##### **A.5.1.7.2 Reproducibilidad**

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

#### **A.5.1.8 Precauciones**

##### **A.5.1.8.1 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.

##### **A.5.1.8.2 Para el analista**



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

## A.6 Determinación de metanol - Cromatografía de Gases

### A.6.1 Fundamentos

**A.6.1.1** 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 (o integrador) en una gráfica de concentración contra tiempo llamada cromatograma.

**A.6.1.2** La identificación de cada componente registrado como un pico en el cromatograma, se realiza por inyección del o 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.

**A.6.1.3** La cuantificación se puede efectuar por cualquiera de tres 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 debe aparecer en un sitio del cromatograma, libre de traslapes y desde luego no debe 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 (metanol). Debe obtenerse cromatogramas paralelos con soluciones de concentración conocida del componente por cuantificar (metanol) y del estándar interno (por ejemplo butanol 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 sirve para situar en sus ordenadas la relación de áreas correspondientes al componente por cuantificar y al estándar interno del cromatograma de la muestra estandarizada y así ubicar la relación correspondiente de concentraciones.

### A.6.2 Reactivos y aparatos

#### A.6.2.1 Reactivos

A menos que se especifique lo contrario, los reactivos que se mencionan a continuación deben ser de grado analítico y cuando se mencione o se indique agua, ésta debe ser destilada o desmineralizada.

##### A.6.2.1.1 Alcohol etílico de alta pureza y libre de metanol

##### A.6.2.1.2 Disolución de metanol al 0,5% m/v (1 g/200 ml) en alcohol etílico de 40°G.L.

**A.6.2.1.3** Disolución de metanol al 0,1% m/v poner 20 ml de disolución de metanol al 0,5% (ver 2.1.2) en un matraz volumétrico de 100 ml y aforar con alcohol etílico de 40°G.L. Se pueden usar múltiplos de estas cantidades conservando las mismas concentraciones.

##### A.6.2.1.4 Disolución de estándar interno al 0,5% m/v (1 g/200 ml) en alcohol etílico de 40°G.L.

**A.6.2.1.5** Disolución de estándar interno 0,1% m/v. Poner 20 ml de disolución e estándar interno al 0,5% (ver 2.1.4) en un matraz volumétrico de 100 ml y aforar con alcohol etílico de 40°G.L.

Se pueden usar múltiplos de estas cantidades, conservando las mismas concentraciones.

El estándar interno puede ser Nbutanol, Nhexanol, u otro alcohol que no se traslape con los componentes de la muestra.

**A.6.2.1.6** Disoluciones de estándar interno y metanol para muestras que contengan 128 mg y 650 mg de metanol por 100 ml de alcohol anhidro (disoluciones de trabajo A. B. C. D y E, para la curva de calibración). Ver tabla A.6.1.

**TABLA A.6.1.- Disoluciones de trabajo**

	1	2	3	4	5
Disolución	miligramos de estándar 100 ml	miligramos de metanol 100 ml	mililitros de disolución al 0,5% de metanol	mililitros de disolución al 0,5% de estándar	Relación de metanol - estándar Cm/Ce
A	150	50	10	30	0,33
B	150	100	20	30	0,67
C	150	150	30	30	1,00
D	150	200	40	30	1,33
E	150	250	50	30	1,67

En la tabla anterior, las diluciones de las columnas 3 y 4 se refieren a los mililitros de las soluciones al 0,05% de metanol y del estándar, que se debe diluir a 100 ml en el mismo matraz con etanol de 40°G.L., para tener las concentraciones que se indican en las columnas 1 y 2 y la relación de concentraciones que se indican en la columna 5 que deben ser abscisas de la curva de calibración; las ordenadas deben ser las relaciones de área del pico de metanol entre el área del pico del estándar.

**A.6.2.1.7 Solución de muestra estandarizada (adicionado de estándar interno)**

En un matraz volumétrico de 100 ml, poner 30 ml de estándar interno (ver A.6.2.1.4) y aforar con la muestra preparada (ver A.6.2.1.5).

En caso de bebidas que contengan menos de 128 mg de metanol por 100 ml de alcohol anhidro, elaborar una curva de calibración equivalente a la del inciso 2.1.6, pero cambiando la concentraciones de metanol y estándar interno (ver tabla A.6.2):

**TABLA A.6.2.- Curva de calibración**

	1	2	3	4	5
Disolución	miligramos de estándar 100 ml	miligramos de metanol 100 ml	mililitros de disolución al 0,5% de metanol	mililitros de disolución al 0,5% de estándar	Relación de metanol - estándar Cm/Ce
A	3	1	1	3	0,33
B	3	2	2	3	0,67
C	3	3	3	3	1,00
D	3	4	4	3	1,33
E	3	5	5	3	1,67
F	8	4	4	8	0,50
G	8	6	6	8	0,75
H	8	8	8	8	1,00
I	8	10	10	8	1,25
J	8	12	12	8	1,50
K	30	10	10	30	0,33
L	30	20	20	30	0,67
M	30	30	30	30	1,00
N	30	40	40	30	1,33
O	30	50	50	30	1,67

En la tabla anterior las diluciones de las columnas 3 y 4 se refieren a los mililitros de las soluciones al 0,1% de metanol y del estándar interno que se deben diluir a 100 ml en el mismo matraz con alcohol etílico de 40°G.L., para tener las concentraciones que se indican en las columnas 1 y 2.

**A.6.2.2. Aparatos**

Cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de flama, siendo opcional el sistema dual con programador de temperatura, registrador integrador o sistema de procesamiento de datos (computadora).

**A.6.2.2.1 Parámetros de operación recomendables**

En cada caso deben optimizarse de acuerdo a la situación geográfica y al aparato, la temperatura de la columna isotérmica 423 K ± 10 K (150°C ± 10°C) o programada de: inicial 343 K (70°C) de cero a cuatro minutos y aumento lineal de 4 K a 8 K (4°C a 8°C) por minuto hasta llegar a 393 K (120°C), manteniendo esta temperatura constante.

Temperatura del inyector 423 K (150°C)

Temperatura del detector 473 K (200°C)

Flujo del gas portador 50 ml/min (aproximadamente)

Las condiciones de operación óptimas varían de acuerdo a la columna e instrumentos utilizados, los cuales son determinados por medio de soluciones estándares, y curvas de número de platos teóricos (N) contra velocidad lineal del gas o flujo (optimización por ecuación de Van Deemeter).

Los parámetros deben ser ajustados para obtener resolución óptima entre el metanol y el etanol, de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$R = \frac{2 \Delta T}{a_m + a_e}$$

Donde:

R es la resolución;

$\Delta T$  es la diferencia de tiempos de retención;

$a_m$  es la amplitud del pico en la base correspondiente al metanol;

$a_e$  es la amplitud del pico en la base correspondiente al etanol.

NOTA- Las unidades de  $\Delta T$ ,  $a_m$  y  $a_e$  deben ser las mismas

Con objeto de obtener cromatogramas confiables, deben tomarse las siguientes precauciones:

- Acondicionamiento y saturación de la columna
- Limpieza del inyector
- Detección de fugas del sistema
- Estabilidad del flujo del gas
- Optimización del detector (flujos de hidrógeno y aire)
- Estabilidad de la temperatura
- Repetibilidad de los cromatogramas

#### **A.6.2.2.2** Material de las columnas

- Fase móvil (gas acarreador) nitrógeno, helio o argón de alta pureza
- Hidrógeno prepurificado
- Aire seco prepurificado
- Jeringa de 5 µl - 10 µl
- Pipeta o jeringa de 100 µl - 500 µl

#### **a)** Columna empacada - Especificaciones:

Material: inerte a la muestra (vidrio o acero inoxidable)

Longitud: 1,8 m a 6,0 m

Diámetro interior: 2 mm aproximadamente

Relleno (empaque); apropiado para obtener resolución mayor o igual a uno entre el metanol y el etanol

Se recomienda, entre otros, el siguiente: fase fija o líquido de partición, polietileno glicol-1 540 al 15% o 20%.

#### **b)** Otras columnas

Pueden ser empleadas otras columnas, cuya resolución sea mayor o igual a uno entre el metanol y el etanol.

#### **A.6.3** Preparación de la muestra

Cuando el extracto seco de la muestra exceda de 5 g/l destilar como se indica en la determinación de extracto seco. Se admite el uso de precolumna, en cuyo caso no se requiere destilar.

#### **A.6.4** Procedimiento

Inyectar en el cromatógrafo de 1 µl a 5 µl de la solución de muestra estandarizada (ver 6) y de cada una de las soluciones estándar (A, B, C u otras de la tabla que corresponda) para obtener los cromatogramas respectivos, haciendo las atenuaciones convenientes para obtener un buen cromatograma cuantitativo, verificando que la resolución entre el metanol y el etanol sea mayor o igual a uno.

#### **A.6.5** Expresión de resultados

##### **A.6.5.1** Curva de calibración

Cálculo de áreas y relaciones de áreas: calcule el área correspondiente al metanol ( $A_m$ ) y al estándar interno ( $A_e$ ) en cada cromatograma de las soluciones estándar (A, B, C u otras), divida el área de metanol entre el área del estándar interno y con los valores obtenidos, trace la curva de relación de concentraciones contra relación de áreas (columna 5 de la tabla que corresponda, ver A.6.2.1.7).

$A_m$  es el área del pico del metanol;

$A_e$  es el área del pico del estándar;

$$\frac{A_m}{A_e}$$

$C_m$  es la concentración del metanol;

$C_e$  es la concentración del estándar.  $C_m/C_e$

##### **A.6.5.2** Cálculos en el cromatograma de la muestra, estandarizada

Calcule las áreas del metanol y del estándar interno en el cromatograma y obtenga el valor de  $A_m/A_e$  con el cual se localiza en la curva de calibración el valor de  $C_m/C_e$ .

##### **A.6.5.3** Cálculo final

Con el valor de  $C_m/C_e$  obtenido para la muestra en la curva de calibración y conociendo la cantidad de estándar interno ( $C_e$ ) agregado a la solución de muestra estandarizada, podemos calcular la concentración de metano en la muestra ( $C_m$ ) con las siguientes fórmulas:

$$C_m = C_e \times R_g$$

donde:

$C_m$  es el metanol expresado en mg por 100 ml de muestra directa;

$C_e$  son los miligramos de estándar interno agregados a la solución de muestra estandarizada;

$R_g$  es la relación de  $C_m/C_e$  obtenida en la curva de calibración.

$$M = \frac{100}{G.A.R}$$

Donde:

M es el grado alcohólico real de la muestra a 288 K (15°) en la escala Gay Lussac, determinado de acuerdo como se procede para la determinación del extracto seco.

G.A.R. son el grado alcohólico real de la muestra a 288 K (15°C) en la escala Gay-Lussac, determinado de acuerdo con la NMX-V-13.

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

#### **A.6.5.4 Repetibilidad del método**

La diferencia entre dos resultados sucesivos, obtenidos en las mismas condiciones, no debe exceder del 5% del promedio de los mismos. En caso contrario, repetir las determinaciones.

#### **A.6.5.5 Reproducibilidad del método**

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

### **A.7 Determinación de ésteres y aldehídos**

#### **A.7.1 Reactivos y materiales**

##### **A.7.1.1 Reactivos**

- Acido clorhídrico
- Agua
- Bisulfito de sodio 0.05 N
- Disolución de tiosulfato de sodio
- Disolución de yodo
- Indicador de almidón
- Indicador de fenolftaleína
- Hidróxido de sodio (NaOH) 0,1 N
- Muestra

##### **A.7.1.2 Materiales**

- Gránulos o trozos de carburo de silicio o perlas de vidrio
- Matraz de balón de fondo plano con boca esmerilada
- Matraz Erlenmeyer de 500 ml con boca y tapón esmerilados
- Matraz volumétrico de 200 ml

#### **A.7.2 Preparación de la muestra**

**A.7.2.1** En un matraz balón de fondo plano con boca esmerilada, de 500 ml, poner 200 ml de la muestra, agregar 35 ml de agua y unos gránulos o trozos de carburo de silicio o perlas de vidrio. Destilar lentamente, recibiendo el destilado en un matraz volumétrico de 200 ml

**A.7.2.2** Cuando la cantidad contenida en el matraz volumétrico se acerque al aforo, suspender la destilación, llevar al aforo con agua y homogeneizar. Debe tomarse en consideración la temperatura de calibración de los recipientes.

#### **A.7.3 Procedimiento**

##### **A.7.3.1 Determinación de ésteres**

**A.7.3.1.1** Transferir 100 ml del destilado a un matraz balón de fondo plano de boca esmerilada de 500 ml, neutralizar el ácido libre con hidróxido de sodio 0,1 N, utilizando fenolftaleína como indicador, agregar un exceso de disolución de hidróxido de sodio 0,1 N.

**A.7.3.1.2** Conectar el matraz al condensador de reflujo y calentar a ebullición durante 2 h.

**A.7.3.1.3** Dejar enfriar y titular el exceso de álcali con disolución de ácido clorhídrico 0,1 N. Desechar las determinaciones en las que el exceso de álcali gaste ácido clorhídrico en un volumen menor de 2 ml o mayor de 10 ml.

**A.7.3.1.4** Preparar un testigo con la misma cantidad de reactivos utilizados en el problema, sustituyendo la muestra por agua y trabajarlo como la muestra.

**A.7.3.1.5** Calcular los ésteres como acetato de etilo, como se indica en el capítulo de expresión de resultados (ver A.7.4.1).

##### **A.7.3.2 Determinación de aldehídos**

**A.7.3.2.1** 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 disolución de bisulfito de sodio 0,05 N. Dejar reposar durante 30 min, agitando de vez en cuando.

**A.7.3.2.2** Agregar un exceso de disolución de yodo (el exceso de disolución de bisulfito de sodio debe ser equivalente aproximadamente a 25 ml de la disolución de yodo). Titular el exceso de yodo con disolución de tiosulfato de sodio, hasta aparición del color amarillo paja, adicionar disolución de almidón como indicador y continuar la titulación hasta decoloración total.

**A.7.3.2.3** Preparar un testigo, tomando 100 ml de agua y adicionar las mismas cantidades de disolución de bisulfito de sodio y disolución de yodo utilizadas para la muestra y trabajarlo como la muestra.

**A.7.3.2.4** Calcular los aldehídos como acetaldehído, como se indica en el capítulo de expresión de resultados (ver 4.2).

#### **A.7.4 Expresión de resultados**

##### **A.7.4.1 Esteres**

El contenido de ésteres expresados en miligramos de acetato de etilo por 100 ml referidos a alcohol anhidro, se calcula con la siguiente fórmula:

$$E = \frac{E_1 \times 100}{G.A.R} \text{ o sea } E = \frac{(V_1 N_1 - V_2 N_2) \times 88 \times 100}{M} \times \frac{100}{G.A.R.}$$

Donde:

- E son los ésteres expresados en miligramos de acetato de etilo por 100 ml referidos a alcohol anhidro;  
 E1 son los ésteres expresados en miligramos de acetato de etilo por 100 ml de muestra;  
 V1 es el volumen de disolución de hidróxido de sodio utilizado para saponificar, en ml;  
 V2 es el volumen de disolución de ácido clorhídrico utilizado para titular el hidróxido de sodio sobrante de la saponificación, en ml;  
 N1 es la normalidad de la disolución valorada de hidróxido de sodio;  
 N2 es la normalidad de la disolución valorada de ácido clorhídrico;  
 88 son los miliequivalentes del acetato de etilo expresado en mg;  
 M es la alícuota (100 ml);  
 G.A.R es el grado alcohólico real de la muestra a 288 K (15°C) en la escala Gay-Lussac, obtenido de acuerdo con la NMX-V-13.

#### A.7.4.2 Aldehídos

El contenido de aldehídos expresados en miligramos de acetaldehído por 100 ml, referidos a alcohol anhidro, se calcula con la siguiente fórmula:

$$A = \frac{A \times 100}{G.A.R} \text{ o sea } A = \frac{(V_1 - V_2) N \times 22 \times 100}{M} \times \frac{100}{G.A.R}$$

Donde:

- A es el aldehído expresado en miligramos de acetaldehído por 100 ml de alcohol anhidro;  
 A1 son los aldehídos expresado en miligramos de acetaldehído por 100 ml de muestra;  
 V1 es el volumen de disolución de tiosulfato utilizado para la titulación de la muestra, en ml;  
 V2 es el volumen de disolución de tiosulfato utilizado para la titulación del testigo, en ml;  
 N es la normalidad de la disolución de tiosulfato de sodio;  
 22 son los miliequivalentes de acetaldehído expresado en mg;  
 M es la alícuota (100 ml);  
 G.A.R. es el grado alcohólico real de la muestra a 288 K (15°C) en la escala Gay-Lussac, obtenido de acuerdo con la NMX-V-13.

#### A.8 Determinación de furfural-Método colorimétrico

##### A.8.1 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).

**A.8.1.1** Furfural, también llamado 2furan-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 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.

##### A.8.2 Reactivos, materiales y aparatos

###### A.8.2.1 Reactivos

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

- Furfural (de preferencia recientemente destilado a  $161 \pm 0,1^\circ\text{C}$  con  $P = 1,1594 \text{ nD } 20^\circ\text{C} = 1,52603$ )
- Anilina (recientemente destilada)
- Acido acético glacial o ácido clorhídrico concentrado
- Alcohol etílico (con más del 95% Alc. Vol., libre de furfural)
- Alcohol etílico de 50% Alc. Vol., recientemente destilado y libre de furfural

Solución valorada 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 pasa exactamente 1 g de furfural recientemente destilado y se diluye con alcohol etílico al 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 valorada de furfural con una concentración de 100 mg/l.

#### **A.8.2.2 Materiales**

Equipo de destilación completo, con juntas esmeriladas (de 1000 ml de capacidad, de preferencia).  
Perlas de ebullición.

Pinzas para montar el equipo de destilación.

Parrilla de calentamiento.

Matraces volumétricos de 10 ml, 50 ml, y 500 ml.

Pipetas volumétricas de 1 ml, 2 ml, 5 ml y 10 ml.

Baño de agua (mantenerla a 20°C).

Material común de laboratorio.

Termómetro de inmersión de -35°C a 50°C calibrado.

#### **A.8.2.3 Aparatos**

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

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

#### **A.8.3 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.

##### **A.8.3.1 Destilación de la muestra**

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

#### **A.8.4 Procedimiento**

##### **A.8.4.1 Preparación de la curva de furfural**

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

**A.8.4.2** Se adiciona 1 ml de anilina a cada una de las soluciones tipo y 0,5 ml de ácido acético o clorhídrico y se lleva la muestra a un baño a 20°C durante 30 min., al término de los cuales, se lee la absorbancia espectrofotométrica a 520 nm.

##### **A.8.4.3 Procedimiento con la muestra**

Se miden 10 ml de muestra destilada y se diluyen a 50 ml con etanol a 50% Alc. Vol.

**A.8.4.4** Se colocan en un matraz aforado de 50 ml y se procede como se indica en el punto A.8.4.2.

Se grafican las lecturas de la serie de estándares contra concentración mg/l de furfural de cada uno, trazar la curva, determinar su correlación lineal, si es menor del 97%, repetir el proceso de preparación de muestra para la curva.

#### **A.8.5 Cálculos y expresión de resultados**

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

$$F = \frac{5 \times F1 \times 100}{\% \text{ Alc. Vol.}}$$

En donde:

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

F1 = concentración de la muestra obtenida en gráfica.

5 = factor de dilución.

% Alc. Vol. = Grado alcohólico volumétrico de la muestra a 20°C.

#### **A.8.6 Repetibilidad y reproducibilidad**

Cuando se requiera mayor confiabilidad de los resultados, se repite la prueba tres veces, a diferente concentración, los resultados no deben variar en más de 5%.

#### **A.8.7 Cuidados y precaución de seguridad.**

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

##### **A.8.7.1 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.

##### **A.8.7.2 Para los reactivos**

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

##### **A.8.7.3 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.

## **APENDICE B**

MUESTREO DE BARRILES					
Número de barriles con tequila de un mismo tipo			Número de barriles a muestrear		
Hasta		50		-	2
De	51	a	500	-	3
De	501	a	35,000	-	5

**APENDICE C**

MUESTREO DE RECIPIENTES MENORES					
Número de envases con tequila de un mismo tipo			Número de envases a muestrear		
Para casos de exportación, si el volumen del lote es de hasta 60 litros, sin rebasar un máximo de cinco cajas, no requeridas de muestreo, siempre y cuando las operaciones de este tipo no se repitan en un plazo no mayor de tres meses destinados al mismo cliente.					
Hasta			150	-	3
De	151	a	1,200	-	5
De	1,201	a	25,000	-	8
Más de			25,000		13

México, D.F., a 14 de agosto de 1997.- La Directora General de Normas, **Carmen Quintanilla Madero**.- Rúbrica.