

24/12/1997

**SECRETARIA DE COMERCIO Y FOMENTO INDUSTRIAL**  
**RESOLUCION por la que se modifica la 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.

La Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, por conducto de la Dirección General de Normas, con fundamento en los artículos 34 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal, 39 fracción V y 51 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 24 fracción I del Reglamento Interior de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, y 17 fracción XII del Acuerdo Delegatorio de Facultades de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, y

**CONSIDERANDO**

Que el día 3 de septiembre de 1997 se publicó en el **Diario Oficial de la Federación** la Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-1994, Bebidas alcohólicas-Tequila-Especificaciones;

Que el artículo 51 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización establece la posibilidad de que las dependencias competentes modifiquen o cancelen las normas oficiales mexicanas de que se trate sin seguir el procedimiento para su elaboración, cuando no subsistan las causas que motivaron su expedición;

Que es necesario modificar el apéndice "A" de la Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-1994, "Bebidas alcohólicas-Tequila-Especificaciones", relativo a los métodos de prueba a fin de que cada uno de ellos cuente con la precisión que se requiere para garantizar al consumidor la calidad del producto en cuestión;

Que ha sido política de la actual administración el actualizar las medidas regulatorias a efecto de lograr una mayor sencillez y claridad en su aplicación, como es el caso de las normas oficiales mexicanas que expiden las dependencias de la administración pública federal, he tenido a bien expedir la siguiente:

**RESOLUCION POR LA QUE SE MODIFICA LA NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-006-SCFI-1994, BEBIDAS ALCOHOLICAS-TEQUILA-ESPECIFICACIONES**

**UNICO.-** Se modifica el Apéndice A de la Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-1994, Bebidas Alcohólicas-Tequila-Especificaciones, para quedar como sigue:

**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 azúcares invertidos o 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 1,102 9**

**A.1.2.1.2. Solución de Fehling**

**a) 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.

**b) Solución alcalina de tartrato**

Disolver 173 g de sales de Rochelle [tartrato de sodio y potasio tetrahidratado ( $\text{KNaC}_4\text{O}_6\text{H}_2\text{O}$ )] **Error! No se encuentra el origen de la referencia.** 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.

Tomar con pipeta exactamente 10 ml o 25 ml de la mezcla del reactivo de Soxhlet [5 ml o 12,5 ml de cada una de las soluciones de Fehling (a) y (b)] **Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, transferirlos a 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).

La solución estándar de azúcar debe ser preparada a tal concentración 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 estándar de azúcar al matraz Erlenmeyer, dejando de 0,5 ml a 1 ml en la bureta del total requerido para la titulación, calentar la mezcla hasta ebullición sobre un mechero con tela de alambre y mantener 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, adicionar 1 ml de solución acuosa de azul de metileno al 0,2% (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 (de 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 Cu<sub>2</sub>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 estándar de azúcar invertido en agua (solución de azúcar invertido)

Determinar la masa de 9,5 g de sacarosa pura, disolverlos en aproximadamente 100 ml de agua destilada, adicionar 5 ml de HCl, almacenar varios días a temperatura ambiente (aprox. 7 días a 12°C-15°C), 3 días a 20°C-25°C o 15 min a 68°C-70°C y diluir volumétricamente a 1 L. Esta solución es estable por varios meses. Neutralizar una alcuota con NaOH 1 N y diluir a la concentración deseada justo antes de usarse. 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% o al 1%

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

#### **A.1.2.2** Materiales y aparatos

##### **A.1.2.2.1** Materiales

- Bureta de punta laterla 50 ml graduada en 0,1 ml
- Cápsula de níquel de capacidad adecuada
- Fuente de calor con regulador de temperatura
- Matraces aforados clase A de 100 ml, 200 ml y 1 000 ml
- Matraz Erlenmeyer de 300 ml
- Pipetas volumétricas clase A de 5 ml y 10 ml
- Papel filtro para azúcar
- Papel filtro ayuda
- Termómetro con escala de 0°C a 100°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 una 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, proceder 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 1 ml de la solución de azul de metileno al 0,2% o (de 3 o 4 gotas de solución al 1%), y sin que deje de hervir, agregar el volumen que falta 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 gastado 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:

$$V_g \times V_s = M_r$$

donde:

$V_g$  es el volumen gastado;

$V_s$  es el volumen de solución de azúcar invertido;

$M_r$  es la masa de reductores.

Por lo que:  $5,0 \times 0,01 = 0,05$  g de reductores

#### **A.1.4** Procedimiento

- a) Método de incrementos.- Utilizar este método si no se conoce la concentración aproximada del azúcar en la muestra. A 10 ml o 25 ml de la mezcla de soxhlet, añadir 15 ml de la solución de azúcar y calentar hasta el 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 adicionar 1 ml de azul de metileno al 0,2% (de 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  $\leq$  ¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.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% (de 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 (de 2 o 3 gotas) de solución de azúcar hasta decolorar el indicador. Después de completar la reducción del cobre, el azul de metileno es reducido a un compuesto incoloro y la solución toma el color naranja del Cu<sub>2</sub>O (que tenía antes de la adición del indicador). Consultar las tablas A.1.1 “Azúcar reductora total requerida para la reducción completa de 10 ml de solución Soxhelt para usarse conjuntamente con el método volumétrico general de Lane-Eynon”, y A.1.2 “Azúcar reductora total requerido para la reducción completa de 25 ml de solución Soxhelt para usarse conjuntamente con el método volumétrico general de Lane-Eynon” para encontrar la cantidad de azúcar reductor correspondiente a la titulación y aplicar la corrección previamente determinada (dependiendo del tipo de azúcar a cuantificar).

#### A.1.5 Cálculos

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

$$\text{FD} = \frac{\text{volúmen o masa de la muestra}}{\text{volúmen total de la dilución}}$$

$$\% \text{ ART} = \frac{\text{mg azúcar} / 100\text{ml}}{\text{FD}}$$

donde:

ART son los azúcares reductores totales en la muestra;

FD es el factor de dilución.

**TABLA A.1.1 Azúcar reductora total requerida para la reducción completa de 10 ml de solución Soxhelt para usarse conjuntamente con el método volumétrico general de Lane-Eynon**

Volumen de titulación	Azúcar invertido, No. sacaroza	g Sacarosa/100 ml				Maltosa				Lactosa	
		1	5	10	25	Glucosa	Fructosa	Anhidra	C12H22O11 .H2O	Anhidra	C12H22O11 .H2O
Requeridos para la reducción de 10 ml de solución Soxhelt											
15	50,5	49,9	47,6	46,1	43,4	49,1	52,2	77,2	81,3	64,9	68,3
16	00,6	50,0	00,6	00,1	00,4	00,2	00,3	00,1	00,2	00,8	00,2
17	00,7	00,1	00,6	00,1	00,4	00,3	00,3	00,0	00,1	00,8	00,2
18	00,8	00,1	00,6	00,1	00,3	00,3	00,4	00,0	00,0	00,7	00,1
19	00,8	00,2	00,6	00,1	00,3	00,4	00,5	76,9	80,9	00,7	00,1
20	00,9	00,2	00,6	00,1	00,2	00,5	00,5	00,8	00,8	00,6	00,0
21	51,0	00,2	00,6	00,1	00,2	00,5	00,6	00,7	00,7	00,6	00,0
22	00,0	00,3	00,6	00,1	00,1	00,6	00,7	00,6	00,6	00,6	00,0
23	00,1	00,3	00,6	00,1	00,0	00,7	00,7	00,5	00,5	00,5	67,9
24	00,2	00,3	00,6	00,1	00,9	00,8	00,8	00,4	00,4	00,5	00,9
25	00,2	00,4	00,6	00,0	00,8	00,8	00,8	00,4	00,4	00,5	00,9
26	00,3	00,4	00,6	00,0	00,8	00,9	00,9	00,3	00,3	00,5	00,9
27	00,4	00,4	00,6	00,0	00,7	00,9	00,9	00,2	00,2	00,4	00,8
28	00,4	00,5	47,7	00,0	00,7	50,0	53,0	00,1	00,1	00,4	00,8
29	00,5	00,5	00,7	00,0	00,6	00,0	00,1	00,0	00,0	00,4	00,8
30	00,5	00,5	00,7	00,0	00,5	00,1	00,2	00,0	00,0	00,4	00,8
31	00,6	00,6	00,7	45,9	00,5	00,2	00,2	75,9	79,9	00,4	00,8
32	00,6	00,6	00,7	00,9	00,4	00,2	00,3	00,9	00,9	00,4	00,8

33	00,7	00,6	00,7	00,9	00,3	00,3	00,3	00,8	00,8	00,4	00,8
34	00,7	00,6	00,7	00,8	00,2	00,3	00,4	00,8	00,8	00,4	00,9
35	00,8	00,7	00,7	00,8	00,2	00,4	00,4	00,7	00,7	00,5	00,9
36	00,8	00,7	00,7	00,8	00,1	00,4	00,5	00,6	00,6	00,5	00,9
37	00,9	00,7	00,7	00,7	00,0	00,5	00,5	00,6	00,6	00,5	00,9
38	00,9	00,7	00,7	00,7	00,0	00,5	00,6	00,5	00,5	00,5	00,9
39	52,0	00,8	00,7	00,7	41,9	00,6	00,6	00,5	00,5	00,5	00,9
40	00,0	00,8	00,7	00,6	00,8	00,6	00,6	00,4	00,4	00,5	00,9
41	00,1	00,8	00,7	00,6	00,8	00,7	00,7	00,4	00,4	00,6	68,0
42	00,1	00,8	00,7	00,6	00,7	00,7	00,7	00,3	00,3	00,6	00,0
43	00,2	00,8	00,7	00,5	00,6	00,8	00,8	00,3	00,3	00,6	00,0
44	00,2	00,9	00,7	00,5	00,5	00,8	00,8	00,2	00,2	00,6	00,0
45	00,3	00,9	00,7	00,4	00,4	00,9	00,9	00,2	00,2	00,7	00,1
46	00,3	00,9	00,7	00,4	00,4	00,9	00,9	00,1	00,1	00,7	00,1
47	00,4	00,9	00,7	00,3	00,3	51,0	00,9	00,1	00,1	00,8	00,2
48	00,4	00,9	00,7	00,3	00,2	00,0	54,0	00,1	00,1	00,8	00,2
49	00,5	00,0	00,7	00,2	00,1	00,0	00,0	00,0	00,0	00,8	00,2
50	00,5	00,0	00,7	00,2	00,0	00,1	00,0	00,0	00,0	00,9	00,3

**TABLA A.1.2.- Azúcar reductora total requerido para la reducción completa de 25 ml de solución Soxhelt para usarse conjuntamente con el método volumétrico general de Lane-Eynon**

Volumen de titulación	Azúcar invertido, No. sacaros a	1 g Sacarosa, 100 ml azúcar invertido	Maltosa				Lactosa	
			Glucosa	Fructosa	Anhidra	C12H22O11. H2O	Anhidra	C12H22O11. H2O
Requeridos para la reducción de 25 ml de solución Soxhlet								
15	123,6	122,6	120,2	127,4	197,8	208,2	163,9	172,5
16	000,6	000,7	000,2	000,4	000,4	207,8	000,5	000,1
17	000,6	000,7	000,2	000,5	000,0	000,4	000,1	171,1
18	000,7	000,7	000,2	000,5	196,7	000,1	162,8	000,4
19	000,7	000,8	000,3	000,6	000,5	206,8	000,5	000,1
20	000,8	000,8	000,3	000,6	000,2	000,5	000,3	170,9
21	000,8	000,8	000,3	000,7	195,8	000,1	000,0	000,6
22	000,9	000,9	000,4	000,7	000,5	205,8	161,8	000,4
23	000,9	000,9	000,4	000,8	000,1	000,4	000,6	000,2
24	124,0	000,9	000,5	000,8	194,8	000,1	000,5	000,0
25	000,0	123,0	000,5	000,9	000,5	204,8	000,4	169,9
26	000,1	000,0	000,6	000,9	000,2	000,4	000,2	000,7
27	000,1	000,0	000,6	128,0	193,9	000,1	000,0	000,5
28	000,2	000,1	000,7	000,0	000,6	203,8	160,8	000,3
29	000,2	000,1	000,7	000,1	000,3	000,5	000,7	000,2
30	000,3	000,1	000,8	000,1	000,0	000,2	000,6	000,0
31	000,3	000,2	000,8	000,1	192,8	202,9	000,5	168,9
32	000,4	000,2	000,8	000,2	000,5	000,6	000,4	000,8
33	000,4	000,2	000,9	000,2	000,2	000,3	000,2	000,6
34	000,5	000,3	000,9	000,3	191,9	000,0	000,1	000,5
35	000,5	000,3	121,0	000,3	000,7	201,8	000,0	000,4
36	000,6	000,3	000,0	000,4	000,4	000,5	159,8	000,2
37	000,6	000,4	000,1	000,4	000,2	000,2	000,7	000,1
38	000,7	000,4	000,2	000,5	000,0	000,0	000,6	000,0
39	000,7	000,4	000,2	000,5	190,8	200,8	000,5	167,9
40	000,8	000,4	000,2	000,6	000,5	000,5	000,4	000,8

41	000,8	000,5	000,3	000,6	000,3	000,3	000,3	000,7
42	000,9	000,5	000,4	000,6	000,1	000,1	000,2	000,6
43	000,9	000,5	000,4	000,7	189,8	199,8	000,2	000,6
44	125,0	000,6	000,5	000,7	000,6	000,6	000,1	000,5
45	000,0	000,6	000,5	000,8	000,4	000,4	000,0	000,4
46	000,1	000,6	000,6	000,8	000,2	000,2	000,0	000,4
47	000,1	000,7	000,6	000,9	000,0	000,0	158,9	000,3
48	000,2	000,7	000,7	000,9	188,9	198,9	000,8	000,2
49	000,2	000,7	000,7	129,0	000,8	000,7	000,8	000,2
50	000,3	000,8	000,8	000,0	000,6	000,6	000,7	000,1

#### **A.1.6 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 sometió
- Número de muestras probadas
- Resultados obtenidos
- Referencia en 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.2 Determinación de aldehídos, ésteres, alcoholes superiores y metanol**

Método cromatográfico (Cromatografía de gases).

##### **A.2.1 Fundamentos**

**A.2.1.1** 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.

**A.2.1.2** 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.

**A.2.1.3** La cuantificación se puede efectuar por cualquiera de estos 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. Deben 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 sirve para situar en sus 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.

##### **A.2.2 Reactivos y materiales**

Los reactivos deben 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 debe emplearse agua destilada o desmineralizada.

- Acetaldehído: (Por la naturaleza volátil de este compuesto se recomienda usar una ampollita sellada de 5 ml)
- Metanol
- Sec-butano (2-butanol)
- N-propanol
- Iso-butanol (2-metil-1-1 propanol)

- Iso-amílico (3-metil-1-butanol)
- N-amílico (1-pentanol)
- Acetato de etilo
- Lactato 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

#### **A.2.2.1 Materiales**

- Matraces aforados de diferentes capacidades clase A o calibrados
- Pipetas volumétricas de diferentes capacidades clase A o calibradas
- Material común de laboratorio

#### **A.2.2.2 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 de composición 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  $\mu$ l **Error! No se encuentra el origen de la referencia.**
- Balanza analítica con sensibilidad de 0,000 1g
- Baño de agua a temperatura constante (20°C)

#### **A.2.3 Procedimiento**

##### **A.2.3.1 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 A.2.1.

##### **A.2.3.2 Preparación de la solución patrón de acetaldehído**

En un matraz aforado de 100 ml, llenar aproximadamente la mitad con etanol al 40% Alc. Vol. Tapar el matraz y determinar su masa, anotar el valor de la masa. En una campana de extracción, medir 5 ml de acetaldehído o transferir el contenido de la ampollita sellada de 5 ml, tapar el matraz y determinar su masa nuevamente anotar el valor de la masa, llevar al volumen con la solución de etanol al 40% Alc. Vol., y homogeneizar. Colocar el matraz aforado 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 refrigeración y debe de verificarse antes de volverla a usar.

Para la medición de 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:

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

donde:

P1 es la masa del matraz con etanol al 40% y acetaldehído;

P2 es la masa del matraz con etanol al 40%.

En caso de efectuarse con volumen hacer el ajuste de la masa tomando en cuenta la densidad del compuesto.

##### **A.2.3.3 Preparación de la solución de estándar interno (en este caso se ejemplifica la preparación de 2-pentanol)**

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

#### **A.2.3.4** Preparación de la solución patrón

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

**A.2.3.4.1** Si se prepara en forma individual, determinar la masa o medir la cantidad requerida de cada componente en un matraz y llevar a volumen como en A.2.3.2 (se puede usar como referencia la tabla A.2.1)

**A.2.3.4.2** Si se prepara en forma concentrada, determinar la masa o medir la cantidad requerida de cada componente en un solo matraz y llevar el volumen como A.2.3.2 (se puede usar como referencia la tabla A.2.1)

#### **A.2.3.5** Preparación de las diluciones de calibración

**A.2.3.5.1** Para preparar las soluciones de calibración medir a 20°C en un matraz aforado de 100 ml las cantidades necesarias de la solución patrón para obtener las concentraciones aproximadas establecidas en la tabla A.2.2 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 depende de la concentración que se espera determinar en la muestra por analizar y debe ser lo mas aproximada a ésta (ver tabla A.2.3).

**A.2.3.5.2** Las condiciones de operación varían de acuerdo a la columna e instrumentos utilizados y deben 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 del gas, los parámetros deben ser ajustados para obtener la resolución óptima de todos los componentes de acuerdo a la siguiente ecuación:

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

donde:

R es la resolución;

Dt es la diferencia de tiempos de retención;

ac es la amplitud del pico en la base correspondiente al componente por cuantificar;

cs es la amplitud del pico en la base correspondiente al componente más cercano.

**NOTA-** Las unidades de Dt, ac y cs deben ser las mismas.

**A.2.3.5.3** Con el objeto de obtener cromatogramas confiables deben tomarse en cuenta 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 deben realizarse para asegurar que el cromatógrafo esté trabajando adecuadamente.

#### **A.2.3.6** Preparación de la muestra

**A.2.3.6.1** A todas las muestras se les debe determinar el % de Alc. Vol., a 20°C.

**A.2.3.6.2** 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.

**A.2.3.6.3** Para tener resultados confiables es conveniente preparar las muestras a volúmenes exactos (en matraces aforados) 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 debe tener una altura mínima del 50% de la escala y esta señal no debe saturar la escala.

**A.2.3.6.4** Inyectar al cromatógrafo la cantidad adecuada de estándar o estándares para obtener los cromatogramas respectivos. En seguida inyectar al cromatógrafo la cantidad adecuada de muestra para obtener el cromatograma correspondiente.

#### **A.2.4** Expresión de resultados

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

#### **A.2.5** Cálculos

Cálculo de áreas y relaciones de áreas:

Calcular el área correspondiente al componente "i" (A<sub>ib</sub>) y al estándar interno (A<sub>e</sub>) en cada cromatograma de acuerdo a la tabla A.2.3 dividiendo el área del componente "i" entre el área del estándar interno y con los valores obtenidos; trazar la curva de relación de concentraciones contra la relación de áreas que corresponden a las concentraciones esperadas.

A<sub>ib</sub> es el área del pico del componente "i" en el estándar de calibración;

A<sub>e</sub> es el área del pico del estándar interno en el estándar de calibración;

C<sub>ib</sub> es la concentración del componente "i" en el estándar de calibración;

Ce es la 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:

$$Cib = Ce \times Rg$$

donde:

Cib es el componente "i" expresado en mg/100 de muestra directa;

Ce son los miligramos del estándar interno agregado a la solución de muestra estandarizada;

Rg es la relación de Cib/Ce obtenida en la curva de calibración.

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

donde:

B es el componente "i" expresado en mg/100 de alcohol anhidro;

% Alc. Vol. es el porcentaje de alcohol en volumen a 20°C;

Fd es el factor de dilución = Volumen total de la muestra estandarizada/Volumen de la muestra diluida en la estandarización.

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

#### A.2.6 Repetibilidad y reproducibilidad del método

##### A.2.6.1 Repetibilidad del método

La diferencia entre resultados sucesivos obtenidos en las mismas condiciones para una sola muestra por un mismo analista no debe exceder del 5% del promedio de éstas, en caso contrario repetir las determinaciones.

##### A.2.6.2 Reproducibilidad del método.

La diferencia entre dos resultados obtenidos por laboratorios diferentes no debe exceder del 15 % del promedio de las mismas, en caso contrario repetir las determinaciones.

#### A.2.7 Precauciones

##### A.2.7.1 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.

##### A.2.7.2 Para el analista

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

**TABLA A.2.1.- Concentraciones recomendables para el estándar concentrado**

Número	Componente	Concentrado en g/100 ml de disolución en alcohol de 40% Alc. Vol.
1	Acetaldehído	0,16
2	Metanol	1,20
3	sec-butanol	0,20
4	n-propanol	0,60
5	iso-butanol	0,60
6	n butanol	0,20
7	iso-amílico	0,60
8	n-amílico	0,60
9	Acetato de etilo	0,30
10	Lactato de etilo	0,30

**TABLA A.2.2.- Diluciones de la solución patrón concentrada, recomendadas para preparar las soluciones patrón de calibración**

(Concentración mg/ml)

Estándar conc. ml	Acetaldehído	Metanol	Sec-butanol	N-propanol	Iso-butanol	N-butanol	Iso-amílico	N-amílico	Acetato de etilo	Lactato de etilo
1	1,60	12,00	2,00	6,00	6,00	2,00	6,00	6,00	3,00	3,00
2	3,20	24,00	4,00	12,00	12,00	4,00	12,00	12,00	6,00	6,00
3	4,80	36,00	6,00	18,00	18,00	6,00	18,00	18,00	9,00	9,00
4	6,40	48,00	8,00	24,00	24,00	8,00	24,00	24,00	12,00	12,00
5	8,00	60,00	10,00	30,00	30,00	10,00	30,00	30,00	15,00	15,00
6	9,60	72,00	12,00	36,00	36,00	12,00	36,00	36,00	18,00	18,00
7	11,20	84,00	14,00	42,00	42,00	14,00	42,00	42,00	21,00	21,00
8	12,80	96,00	16,00	48,00	48,00	16,00	48,00	48,00	24,00	24,00

9	14,40	108,00	18,00	54,00	54,00	18,00	54,00	54,00	27,00	27,00
10	16,00	120,00	20,00	60,00	60,00	20,00	60,00	60,00	30,00	30,00

**TABLA A.2.3.- mg de componente en 100 ml de alcohol anhidro**

Estándar conc. ml	Acetaldehído	Metanol	Sec-butanol	N-propanol	Iso-butanol	N-butanol	Iso-amílico	N-amílico	Acetato de etilo	Lacta de etilo
1	4,00	30,00	5,00	15,00	15,00	5,00	15,00	15,00	7,50	7,50
2	8,00	60,00	10,00	30,00	30,00	10,00	30,00	30,00	15,00	15,00
3	12,00	90,00	15,00	45,00	45,00	15,00	45,00	45,00	22,50	22,50
4	16,00	120,00	20,00	60,00	60,00	20,00	60,00	60,00	30,00	30,00
5	20,00	150,00	25,00	75,00	75,00	25,00	75,00	75,00	37,50	37,50
6	24,00	180,00	30,00	90,00	90,00	30,00	90,00	90,00	45,00	45,00
7	28,00	210,00	35,00	105,00	105,00	35,00	105,00	105,00	52,50	52,50
8	32,00	240,00	40,00	120,00	120,00	40,00	120,00	120,00	60,00	60,00
9	36,00	270,00	45,00	135,00	135,00	45,00	135,00	135,00	67,50	67,50
10	40,00	300,00	50,00	150,00	150,00	50,00	150,00	150,00	75,00	75,00

**A.2.8 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 sometió
- Número de muestras probadas
- Resultados obtenidos
- Referencia en 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.3 Determinación de extracto seco y cenizas**

**A.3.1 Reactivos y materiales**

- Agua destilada
- Cápsula de porcelana de 50 ml o 100 ml
- Desecador
- Pinzas para cápsula
- Pipetas volumétricas (1 ml, 2 ml, 5 ml, 25 ml y 50 ml) certificadas o tipo A

**A.3.2 Instrumentos y equipos**

- Balanza analítica
- Parrilla con regulador de temperatura o lámpara de rayos infrarrojos
- Baño de agua (con control de temperatura)
- Estufa de desecación con control de temperatura
- Mufla con control de temperatura

**A.3.3 Procedimiento**

**A.3.3.1 Procedimiento para poner un material de laboratorio a masa constante**

- Determinar la masa del material en balanza analítica, anotar el valor de la masa hasta la cuarta cifra decimal
- Meter el material a emplear en la estufa durante 1 h a 373 K (100°C)
- Enfriar en desecador a temperatura ambiente (aproximadamente 2 h)
- Determinar la masa por segunda vez
- 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 el valor de la segunda y tercera determinación no debe ser mayor a 1 mg. Si la diferencia es mayor, repetir el proceso hasta lograrlo.

**A.3.3.2 Determinación del extracto seco**

En una cápsula a masa constante, adicionar el volumen de la muestra (como se indica en la tabla A.3.1), evaporar en baño de agua hasta completa sequedad; pasar la cápsula a la estufa a una temperatura de 373 K - 378 K (100°C - 105°C) durante una hora 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.3.1.- Cantidad de muestra empleada por la determinación de extracto seco**

Tipo 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.3.3.3 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 halla 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 obtener masa constante.

### A.3.4 Expresión de resultados

#### A.3.4.1 Extracto seco

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

$$Es = \frac{\{Me(g) - Mv(g)\} \times 1000ml}{V(ml)}$$

donde:

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

Me es la masa de 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.3.4.2 Cenizas

Cálculos para determinar el contenido de cenizas:

$$C = \frac{(Mc - Mv) \times 10^6}{V}$$

donde:

C es la cantidad de cenizas, en mg/l

Mc es la masa de la cápsula más cenizas, en g

Mv es la masa de la cápsula vacía, en g

V es el volumen de la muestra empleada, en ml

### A.3.5 Repetibilidad del método

La diferencia entre dos resultados sucesivos obtenidos bajo las mismas condiciones para una sola muestra por un mismo analista, no debe exceder de 1% del promedio de las mismas, en caso contrario repetir las determinaciones.

### A.3.6 Reproducibilidad del método

La diferencia entre dos resultados obtenidos por laboratorios diferentes, no debe exceder del 3% del promedio de los mismos, en caso contrario, repetir las determinaciones.

### A.3.7 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 sometió
- Número de muestras probadas
- Resultados obtenidos
- Referencia en 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) 6 N
- 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 de 4 cm o 5 cm y de capacidad mínima de 300 ml)
- Matraz aforado 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 a 293 K (20°C) (% Alc. Vol.)

#### A.4.1.3 Aparatos

- Juego de alcoholímetros certificados por el fabricante o por un laboratorio de calibración autorizado, 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 aforado de 250 ml a 300 ml la muestra a una temperatura de 293 K (20°C)  $\pm$  **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** 0,5 K, transferirlos cuantitativamente con agua destilada de acuerdo a la tabla A.4.1 (procurando enjuagar con el agua al menos tres veces el matraz aforado), 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.4.1 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  $\pm$  **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** 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 [% Alc. Vol., a 293 K (20°C)] **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, 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 aforado la cantidad de muestra indicada en la tabla A.4.1 a una temperatura de 293 K (20°C)  $\pm$  **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** 0,5 K, transferirlos cuantitativamente con agua destilada (la cantidad de agua depende del contenido de azúcares reductores del vino, ver tabla A.4.1, procurar enjuagar con el agua al menos tres veces el matraz aforado), 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 6 N, 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.4.1- 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

Cocteles	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.4.1, 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.4.1 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 tales como las citadas en la guía práctica de alcoholimetría en su sección del grado volumétrico, emitidas por la Oficina Internacional de Metrología Legal (OIML).

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

La diferencia entre resultados sucesivos obtenidos en las mismas condiciones para una sola muestra por un mismo analista, no debe exceder del 0,2 % de alcohol en volumen a 293 K (20°C) en caso contrario repetir las determinaciones.

#### A.4.5 Reproducibilidad del método

La diferencia entre dos resultados obtenidos en laboratorios diferentes no debe exceder de **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** 0,3% de alcohol en volumen a 293 K (20°C), en caso contrario repetir las determinaciones.

#### A.4.6 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 sometió
- Número de muestras probadas
- Resultados obtenidos
- Referencia en 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.5 Determinación de alcoholes superiores (Aceite de Fusel) excepto n-propanol en bebidas alcohólicas destiladas

#### A.5.1 Método químico

##### A.5.1.1 Fundamento

Este método sólo determina los alcoholes superiores de cuatro 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 a una longitud de onda entre 538 nm y 543 nm.

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

Los principales alcoholes superiores de las bebidas alcohólicas son: 1-propanol, 2-butanol, feniletíl alcohol, el alcohol isobutílico (metil-2 propanol) y los alcoholes amílicos (mezcla de 2-metil-1-butanol, 3-metil-1-butanol y 1-pentanol). 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
- Alcohol etílico bidestilado
- Solución patrón de aceite de fusel al 0,1% m/v
- 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.5.1.2.1.1** Preparación de las soluciones

- 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 aforado de 100 ml, llevar a volumen con agua y homogeneizar.

- Alcohol etílico bidestilado

Por destilación simple, eliminar el 15% de cabezas en cada una de las destilaciones y recolectar 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 aforado de 1 000 ml, llevar a volumen con agua y homogeneizar.

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

#### **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 0,000 1 g
- Espectrofotómetro

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

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

En matraces aforados de 100 ml colocar alícuotas de 1 ml a 6 ml de la solución patrón de aceite de fusel y aforar con la solución de grado alcohólico igual al que se espera tener en la muestra cuando ésta es pasada al tubo de análisis.

El equivalente de la concentración de estos matraces es, respectivamente, de 1 mg/100 ml a 6 mg/100 ml de aceite de fusel.

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 aforado 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 aforado 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 y colocar en agua en ebullición durante 20 min. Colocarlos después en el baño de hielo entre 3 min 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 nm 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 contenido de alcoholes superiores (aceite de fusel), expresado en mg/100 ml de alcohol anhidro, se calcula con la siguiente fórmula:

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

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

donde:

A.S. son los alcoholes superiores (aceite de fusel) en mg/100 ml de alcohol anhidro. Superiores al propílico;

P son los miligramos de aceite de fusel/100 ml de muestra, calculados a partir de la curva de calibración;

FD es el factor de dilución;

% Alc. Vol. es el 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, por un mismo analista, no debe exceder del 5% del promedio de las mismas. En caso contrario, repetir las determinaciones.

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

La diferencia entre dos resultados obtenidos por laboratorios diferentes, no debe exceder del 15% del promedio de las mismas, en caso contrario repetir las determinaciones.

##### **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.5.1.9. 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 sometió
- Número de muestras probadas
- Resultados obtenidos
- Referencia en 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.6 Determinación de metanol**

##### **A.6.1 Método químico**

###### **A.6.1.1 Reactivos**

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

- Disolución acuosa de ácido fosfórico 1:20
- Disolución acuosa de permanganato de potasio 1:20
- Disolución acuosa de bisulfito de sodio (NaHSO<sub>3</sub>) 1:20
- Disolución de ácido cromotrópico
- Acido sulfúrico concentrado
- Bisulfito de sodio
- Disolución acuosa al 5% de la sal sódica del ácido cromotrópico.- Debe filtrarse si presenta turbiedad y prepararse por lo menos cada semana
- Disolución de permanganato de potasio en ácido fosfórico
- Alcohol etílico bidestilado

###### **A.6.1.1.1 Preparación de las soluciones**

- Disolución de permanganato de potasio en ácido fosfórico

Disolver 3 g de permanganato de potasio con 15 cm<sup>3</sup> de ácido fosfórico en un matraz aforado de 100 cm<sup>3</sup>, llevar al aforo con agua. Esta disolución se debe preparar por lo menos cada mes.

- Disolución de ácido cromotrópico

Disolver 50 mg de ácido cromotrópico o de su sal de sodio en 100 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico al 75%.

- 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 cm<sup>3</sup>/30 min.

###### **A.6.1.2 Materiales y aparatos**

- Matraz de destilación de 500 cm<sup>3</sup>
- Refrigerante tipo liebig de 40 cm a 60 cm de longitud con el extremo inferior terminado en tubo y con la punta cortada en bisel
- Trampa de vapor
- Matraces aforados de 50 cm<sup>3</sup>
- Pipetas volumétricas de 1 cm<sup>3</sup> y 2 cm<sup>3</sup>
- Termómetro graduado de 273 K a 373 K (0°C a 100°C)
- Baño maría con regulador de temperatura
- Baño de hielo
- Espectrofotómetro
- Equipo común de laboratorio

#### **A.6.1.3 Preparación de la muestra**

Cuando el extracto seco de la muestra exceda de 0,7 g/l o ésta presente coloración, destilar como se indica en la técnica de % de alcohol en volumen.

Diluir la muestra a una concentración de alcohol entre 5% y 6% en volumen y usar para la prueba.

#### **A.6.1.4 Procedimiento**

##### **A.6.1.4.1 Método cualitativo (identificación del alcohol metílico)**

En un tubo de ensayo poner dos gotas de destilado, agregar una gota de disolución de ácido fosfórico (1:20) y una gota de disolución de permanganato de potasio (1:20), mezclar cuidadosamente y dejar reposar la mezcla durante un minuto que el color violeta del permanganato de potasio desaparezca. Si la mezcla toma coloración café agregar una gota de disolución acuosa de ácido fosfórico (1:20), a la disolución incolora resultante, agregar 5 cm<sup>3</sup> de disolución de ácido cromotrópico recientemente preparado y calentar la mezcla en baño maría a 333 K (60°C) durante diez minutos.

En presencia de metanol se observa una coloración violeta, si la reacción cualitativa es positiva, procédase a cuantificar el metanol.

##### **A.6.1.4.2 Método cuantitativo**

Poner 2 cm<sup>3</sup> de la disolución de permanganato de potasio en ácido fosfórico en un matraz aforado de 50 cm<sup>3</sup> colocándolo en un baño de hielo, adicionar 1 cm<sup>3</sup> de la muestra diluida y fría y dejar reposar 30 min en el baño de hielo.

Decolorar con un poco de bisulfito de sodio sólido y agregar 1 cm<sup>3</sup> de disolución de ácido cromotrópico al 5%. Agregar lentamente, gota a gota, 15 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico concentrado, dejándolo escurrir por las paredes del matraz, agitando constantemente y colocar en baño maría entre 333 K y 348 K (60°C y 73°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.

Preparar un blanco con alcohol etílico al 5,5% en volumen una solución patrón conteniendo 0,025% en volumen de metanol en alcohol etílico al 5,5% en volumen, tratar de igual manera que la muestra diluida, leer la absorbancia de la solución patrón y de la muestra a 575 nm utilizando el blanco para el ajuste del espectrofotómetro.

#### **A.6.1.5 Expresión de resultados**

El contenido de metanol expresado en mg/100 cm<sup>3</sup> de alcohol anhidro, se calcula con la siguiente fórmula:

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

donde:

M es el metanol expresado en mg por 100 cm<sup>3</sup> de alcohol anhidro;

A es la absorbancia de la muestra;

A' es la absorbancia de la disolución patrón de metanol;

0,025 es el porcentaje de metanol en la solución patrón;

FD es el volumen total de la disolución entre el volumen de la muestra empleada en la dilución;

% es el porcentaje de alcohol en volumen de la muestra a 293 K (20°C), determinado de acuerdo con la técnica Alc. Vol., descrita;

0,790 es la densidad del metanol expresado en g/cm<sup>3</sup>.

#### **A.6.1.6 Repetibilidad del método**

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

#### **A.6.1.7 Reproducibilidad del método**

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

#### **A.6.1.8 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 sometió

- Número de muestras probadas
- Resultados obtenidos
- Referencia en 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.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 esmerilado
- Matraz aforado 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 aforado de 200 ml.

**A.7.2.2** Cuando la cantidad contenida en el matraz aforado 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 A.7.4.2).

### **A.7.4 Expresión de resultados**

#### **A.7.4.1 Ésteres**

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

$$E = \frac{E_1 \times 100}{\% \text{ Alc. Vol.}} \quad E_1 = \frac{(V_1 N_1 - V_2 N_2) \times 88 \times 100}{M}$$

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);
% Alc. Vol.	es el porcentaje de alcohol en volumen de la muestra a 293 K (20°C), obtenido de acuerdo con la norma mexicana vigente NMX-V-013 "Bebidas alcohólicas-Determinación del por ciento de alcohol en volumen a 293 K (20°C) (% Alc. Vol.);
100	es el factor de ajuste de unidades.

#### 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:

$$A = \frac{A \times 100}{\% \text{ Alc. Vol.}} \quad A_1 = \frac{V_1 - V_2 \times 22 \times 100}{M}$$

donde:

A	es el aldehído expresado en miligramos de acetaldehído por 100 ml de alcohol anhidro;
A1	son los aldehídos expresados 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);
% Alc. Vol.	es el porcentaje de alcohol en volumen de la muestra a 293 K (20°C), obtenido de acuerdo con la norma mexicana vigente NMX-V-013 "Bebidas alcohólicas-Determinación del por ciento de alcohol en volumen a 293 K (20°C) (% Alc. Vol.).
100	es el factor de ajuste de unidades.

#### A.7.5 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 sometió
- Número de muestras probadas
- Resultados obtenidos
- Referencia en 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.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 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 su proceso de añejamiento. Sin embargo, no contribuye al sabor y aroma de las bebidas alcohólicas, 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°C ± 0,1°C con  $\rho_j$  **Error! No se encuentra el origen de la referencia.** = 1,1594 g/ml; índice de refracción: nD 20°C = 1,526 03
- 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.- Redestilar el furfural, recoger la fracción que destile a  $161^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$  y corregir por presión atmosférica. Determinar exactamente la masa de 1 g de furfural recientemente destilado y diluir con alcohol etílico al 95% Alc. Vol., aforar a 100 ml en un matraz aforado. De esta solución tomar 1 ml, llevar a otro matraz aforado y aforar 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 1 000 ml de capacidad, de preferencia)
- Perlas de ebullición
- Pinzas para montar el equipo de destilación
- Parrilla de calentamiento
- Matraces aforados 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  $20^{\circ}\text{C}$ )
- Material común de laboratorio
- Termómetro de inmersión de  $-35^{\circ}\text{C}$  a  $50^{\circ}\text{C}$  calibrado

#### A.8.2.3 Aparatos

- Balanza analítica con sensibilidad de  $\pm 0,000$  1 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  $20^{\circ}\text{C}$  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  $20^{\circ}\text{C}$ .

#### A.8.4 Procedimiento

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

Preparar 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, llevarlas al volumen con el etanol a 50%.

**A.8.4.2** Adicionar 1 ml de anilina recientemente destilada a cada una de las soluciones tipo y 0,5 ml de ácido acético o clorhídrico y llevar la muestra a un baño a  $20^{\circ}\text{C}$  durante 20 min al término de los cuales leer la absorbancia espectrofotométrica a 520 nm. Previamente ajustar el cero del equipo con el blanco (dilución cero).

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

Medir 10 ml de muestra destilada o el volumen necesario según la naturaleza de la muestra y diluir a 50 ml con etanol a 50% Alc. Vol.

##### A.8.4.4 Colocarlos en un matraz aforado de 50 ml y proceder 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 100 ml de alcohol anhidro, se calcula mediante la siguiente expresión:

$$F = \frac{FD \times F1 \times 10}{\% \text{ Alc. Vol.}}$$

donde:

- F son los miligramos de furfural/100 ml de alcohol base anhidra;
- F1 es la concentración de la muestra obtenida en gráfica;
- FD es el volumen total de la dilución entre el volumen de la muestra;
- 10 ajuste de unidades;
- % Alc. Vol. es el grado alcohólico volumétrico de la muestra a  $20^{\circ}\text{C}$ .

#### A.8.6 Repetibilidad y reproducibilidad del método

##### A.8.6.1 Repetibilidad

La diferencia entre resultados sucesivos obtenidos por un mismo analista en las mismas condiciones para una sola muestra, no debe exceder del 5% del promedio de éstas. En caso contrario repetir las determinaciones.

##### A.8.6.2 Reproducibilidad

La diferencia entre determinaciones de diferentes laboratorios, no debe exceder del 15% del promedio de las mismas, en caso contrario repetir las determinaciones.

#### 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.

**A.8.8** 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 sometió
- Número de muestras probadas
- Resultados obtenidos
- Referencia en 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.”

**TRANSITORIOS**

**PRIMERO.-** La presente Resolución entrará en vigor al día siguiente de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

**SEGUNDO.-** Se deroga el Apendice “A” de la Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-1994, “Bebidas alcohólicas, Tequila-Especificaciones”, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el día 3 de septiembre de 1997.

**TERCERO.-** Publíquese la presente Resolución de conformidad con el artículo 4 de la Ley Federal de Procedimiento Administrativo.

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a 2 de diciembre de 1997.- La Directora General de Normas, **Carmen Quintanilla Madero**.- Rúbrica.

**SEGUNDA SECCION**  
**SECRETARIA DE COMERCIO Y FOMENTO INDUSTRIAL**

**MODIFICACION a la Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-1994, Bebidas alcohólicas. Tequila. Especificaciones, publicada el 3 de septiembre de 1997.**

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

MODIFICACION A LA NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-006-SCFI-1994, "BEBIDAS ALCOHOLICAS. TEQUILA. ESPECIFICACIONES", PUBLICADA EN EL **DIARIO OFICIAL DE LA FEDERACION** EL DIA 3 DE SEPTIEMBRE DE 1997.

La Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, por conducto de la Dirección General de Normas, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 34 fracciones II, IV, VIII, XII, XIII, XXIII y XXX de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 1o., 38 fracciones II y IX; 39 fracciones V y VI, 40 fracción XV, y 51 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 28, 29, 30, 34 y 40 del Reglamento 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, desde esa fecha, el Gobierno Federal ha buscado establecer las herramientas y mecanismos más apropiados 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, por conducto de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, establecer las medidas de apoyo que sean necesarias para garantizar que los productos objeto de declaratorias de protección a denominaciones de origen, se apeguen a especificaciones de inocuidad, calidad y procedencia a fin de garantizar los intereses de los consumidores, tanto en el mercado nacional como en el extranjero;

Que habiendo cumplido con el procedimiento establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización para tales efectos, con fecha 3 de septiembre de 1997, la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, por conducto de la Dirección General de Normas, publicó en el **Diario Oficial de la Federación** la Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-1994, "Bebidas Alcohólicas. Tequila. Especificaciones", en la cual se establecen las características que debe cumplir esa bebida alcohólica, en cuanto a especificaciones físico-químicas, materia prima, envasado, comercialización, marcado y etiquetado.

Que en congruencia con la tendencia internacional de reducir la cantidad de alcohol en volumen de las bebidas alcohólicas; considerando la facultad que el artículo 51 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización otorga a las dependencias, de modificar las normas oficiales mexicanas cuando no se pretendan crear nuevos requisitos o procedimientos o exigir el cumplimiento de especificaciones más estrictas y a fin de permitir a las empresas la posibilidad de adaptar sus productos a las exigencias del mercado, ha tenido a bien expedir la siguiente

**MODIFICACION A LA NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-006-SCFI-1994, "BEBIDAS ALCOHOLICAS. TEQUILA. ESPECIFICACIONES", PUBLICADA EN EL DIARIO OFICIAL DE LA FEDERACION EL DIA 3 DE SEPTIEMBRE DE 1997**

**UNICO.-** Se modifica la Tabla 1 del inciso 6.1.1 de la Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-1994, "Bebidas alcohólicas. Tequila. Especificaciones", publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el día 3 de septiembre de 1997, para quedar de la siguiente manera:

**"6.1.1...**

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	35,0	55,0	35,0	55,0	35,0	55,0	35,0	55,0
Extracto seco (g/l)	0	0,20	0	5,0	0	5,0	0	5,0

...

Furfural (3)	0	1	0	1	0	1	0	1
--------------	---	---	---	---	---	---	---	---

#### NOTAS

..."

#### TRANSITORIO

**UNICO.-** La presente Resolución entrará en vigor al día siguiente de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

México, D.F., a 22 de febrero de 2000.- La Directora General de Normas, **Carmen Quintanilla Madero**.-  
Rúbrica.