

Universidad Nacional Autónoma de México

2eij

Facultad de Química

Trabajo Monográfico de Actualización

Control de calidad del Aguardiente

Que para obtener el título de

Químico

Presenta

René Bautista Cruz

México, D.F.,

1999



EXAMENES PROFESIONALES
FACULTAD DE QUÍMICA

1

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

273853



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado	
Presidente	Prof. SALDIVAR OSORIO LILIANA
Vocal	Prof. SOSA SEVILLA SELMA SONIA
Secretario	Prof. SALINAS VAZQUEZ MARIA DEL RAYO
1er. suplente	Prof. GARCIA OSUNA ADOLFO
2do. suplente	Prof. BERNAL URUCHURTU JUAN PABLO
Sitio donde se desarrolló el tema: Facultad de Química	
Asesora: Dra. Liliana Saldivar Osorio	
Supervisor Técnico: Dr. José Luz González Chávez	
Sustentante: René Bautista Cruz	

ÍNDICE

	página
I.- Introducción.	4
1.1 Objetivo y enfoque	4
1.2 Definición	4
1.3 Reseña histórica	4
1.4 Estadística de producción	5
1.5 Toxicidad de algunos componentes de las bebidas alcohólicas	5
II.- Generalidades.	7
2.1 Materia prima	7
2.2 Proceso de elaboración	8
2.2.1 Fermentación	8
2.2.2 Destilación	11
III.- Control de calidad.	15
3.1 Composición química	15
3.2 Técnica de análisis	16
3.3 Normatividad existente	23
IV.- Discusión y conclusiones.	62
V.- Glosario.	63
VI.- Bibliografía.	65

1.- INTRODUCCIÓN

1.1 Objetivo y enfoque

Con este trabajo se pretende recopilar información respecto a los efectos tóxicos del aguardiente y las técnicas para detectarlos, teniendo como principal interés el metanol y la normatividad correspondiente.

1.2 Definición

El aguardiente (aguardiente de caña) es una bebida con graduación alcohólica de 38 a 54 °G.L., obtenida de la destilación simple de mosto fermentado de caña de azúcar (4).

1.3 Reseña histórica

La historia del aguardiente, representa un importante capítulo en la cultura de la humanidad. Empezó hace más de 3000 años y desde luego, no puede decirse que haya terminado.

La sustancia que hoy se define como alcohol era para los antiguos un mero componente del vino, diversos escritos y documentos de todos los tiempos tales como la Biblia y la Iliada de Homero del siglo VIII antes de Cristo, demuestran que el vino era una bebida muy extendida.

Los pueblos de la antigüedad tenían pocos conocimientos acerca de las sustancias que componían el vino, sin embargo, se sabía que tenía la propiedad de "arder" cuando se vertía sobre piedras incandescentes. Los sabios de la antigüedad, desde Aristóteles (380 a.C.) hasta Plinio (70 d.C.) llamaban a este fenómeno "evaporación que arde".

Fue en la Edad Media cuando se descubrieron los principios físicos de la destilación, lo que permitió a los alquimistas de la época destilar por primera vez. Es decir, llevar a cabo una separación de los componentes volátiles (alcohólicos) de los no volátiles (extracto) del vino. Este descubrimiento lo hizo un sabio de Salerno (que ejercía en una de las más antiguas universidades del mundo occidental) llamado Magister Salernus, fallecido en 1167. Siglos después de su descubrimiento el aguardiente constituía aún, en la mayoría de las culturas, un medicamento.

Diversos acontecimientos extraordinarios como la peste de 1349 motivaron un estudio más intenso de aquella medicina llamada alcohol, sin embargo el éxito del aguardiente como medicina enseguida dio lugar a abusos. Los cruzados fueron los mejores amantes de esta nueva medicina maravillosa.

Durante el siglo XVI el aguardiente pasó definitivamente, de ser una medicina, a convertirse en una bebida habitual (1). En la actualidad a los consumidores de bebidas alcohólicas se les advierte que el abuso en su consumo produce daños a la salud.

1.4 Estadística de producción

El INEGI (Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática), realiza la Encuesta Industrial Mensual, en la que se clasifica a las bebidas alcohólicas según la materia prima de la cual proceden, se reporta la elaboración de bebidas destiladas de caña (Ron en sus diferentes presentaciones y otros productos) (2).

	año						
Bebidas destiladas de caña	1993	1994	1995	1996	1997		
Otros productos no genéricos (miles de N\$)	3 009	3 007		ene.-jul. oct.	sept.-oct.		
Otros desechos y subproductos (miles de N\$)	14 873	11 870					
Aguardiente de caña (miles de litros)			16873	10991	1789	2133	2078
para la venta (miles de N\$ 1995, miles de \$ 1996, 1997)			60732	62718	6530	8459	8428

El aguardiente se puede clasificar como producto no genérico o como subproducto según el proceso de elaboración.

1.3 Toxicidad de algunos componentes de las bebidas alcohólicas

Todo aquel que disfrute de una copa debería plantearse seriamente el efecto del alcohol en el organismo. Su eliminación se produce a través de la respiración (aprox. 10 %), la orina (aprox. 10 %) y el hígado, en él se metaboliza el 80 % restante y entre otros efectos produce grasas que se acumulan en el organismo (1).

El metanol desde el punto de vista toxicológico, se considera como un veneno de acción específica, ya que lesiona al nervio óptico produciendo neuritis óptica con amaurosis (gota serena) y ceguera, pudiendo complicarse con afecciones cardíacas y cerebrales que pueden llegar a ser mortales.

La toxicidad aguda del metanol es menor que la del etanol. Sin embargo, el metanol es más tóxico que el etanol por dos razones fundamentales que son: 1) se elimina más lentamente que el alcohol etílico y 2) se metaboliza en el organismo, originando sucesivamente aldehído fórmico y ácido fórmico.

El primero reacciona con los grupos amino de proteínas y enzimas férricas e inhibe la respiración celular de tejidos tan importantes como el nervioso y el retiniano. Respecto a la dosis tóxica por ingestión, ésta varía entre amplios límites, pero parece estar comprendida entre 30 y 100 ml.

La sintomatología de esta intoxicación se caracteriza por la aparición de cefaleas, zumbido de oídos, vómitos, diarreas, dolores abdominales, taquicardia, dificultades respiratorias y sudores. Posteriormente, se producen lipotimias y debilitamiento progresivo de la vista. Como el envenenamiento con este tóxico carece de antídoto, el tratamiento es sintomático, recomendándose el lavado de estómago con agua bicarbonatada, transfusiones y oxigenoterapia, es útil inyectar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ y administrar analépticos respiratorios (lobelina) o fármacos como la cafeína (3).

Por otro lado la ingestión excesiva crónica de etanol está asociada directamente con enfermedades neurológicas y mentales graves p. ej. daño cerebral, amnesia, perturbaciones del sueño y psicosis.

Los individuos que ingieren etanol normalmente también tienen un riesgo aumentado de experimentar convulsiones no provocadas; el riesgo parece estar relacionado con la dosis.

El uso excesivo de etanol a largo plazo tiene efectos deletéreos irreversibles, en gran medida sobre el corazón. En dosis moderadas provoca vasodilatación, especialmente de los vasos cutáneos y produce rubor y calor cutáneos.

El etanol administrado a los seres humanos en dosis suficientes para producir vasodilatación facial y ebriedad leve, no provoca un cambio en el flujo sanguíneo cerebral o en la resistencia vascular cerebral. Sin embargo, una concentración plasmática asociada con la intoxicación alcohólica grave (300 -- mg/dL) aumenta de modo notable el flujo sanguíneo cerebral promedio y disminuye la resistencia cerebrovascular a pesar de la captación de oxígeno disminuida en el cerebro.

La gente parece consumir alcohol por varias razones. Los alcohólicos tipo I (con baja búsqueda de lo novedoso y elevada inclinación a evitar el peligro) beben para aliviar la ansiedad, mientras que los alcohólicos tipo II (caracterizados por una elevada búsqueda de lo novedoso y baja inclinación a evitar el peligro) beben para experimentar efectos eufóricos. Sin embargo, deben existir otras formas de refuerzos con el uso prolongado, ya que después de los primeros días de la dedicación a la bebida, -- los alcohólicos llevados a ambientes de laboratorio suelen volverse más ansiosos y más deprimidos a medida que continúan bebiendo.

Cuando se mantienen prolongadamente elevadas las concentraciones plasmáticas de etanol se produce un estado de dependencia física.

Los temblores, que aparecen unas pocas horas después de la última copa, pueden ser leves o tan pronunciados que el paciente puede ser incapaz de levantar un vaso. A menudo se acompañan por náuseas, ansiedad y sudoración. Puede haber calambres, vómitos, hiperreflexia y aumento de la presión arterial. Pesadillas, sueño perturbado e hipotensión ortostática también son parte del síndrome. El paciente -- puede comenzar a "ver cosas", al principio solo con los ojos cerrados, pero luego también con los ojos abiertos. Las alucinaciones pueden ser transitorias y en este punto el síndrome todavía se denomina supresión no complicada de alcohol. En caso de persistir las alucinaciones, se denomina alucinosis alcohólica. La hipertermia es común y puede producir agotamiento y colapso cardiovascular.

Los niños nacidos de madres que beben mucho durante el embarazo no sólo experimentan la supresión del alcohol después del parto, sino que también pueden presentar retardo mental y otras alteraciones del desarrollo (5).

II.- GENERALIDADES

2.1 La materia prima para la elaboración de aguardiente puede ser:

- 1.- Guarapo.
- 2.- Miel.
- 3.- Jarabe invertido.
- 4.- Piloncillo.
- 5.- Mascabado.
- 6.- Melaza.
- 7.- Cachaza.
- 8.- Otros subproductos.

Los más utilizados son: 1, 2, 4, y 6.

1.- Guarapo (jugo de caña)- Solución impura y diluida de sacarosa, se extrae del tallo de la caña de azúcar por el proceso de molienda, difusión, compresión, etc. (4, 6, 7, 8).

2.- Jarabe (miel)- Caldo de la caña previamente clarificado, cuya concentración de sólidos disueltos se eleva a valores próximos al 60 % por evaporación del agua contenida en ella (4, 6, 9).

3.- Jarabe invertido (HTM)- Miel rica de jugo de caña, tiene su sacarosa invertida por acción de ácidos o enzimas. En general se trata de un producto que es comercializado en una concentración de 86 -- Brix (4, 5).

4.- Piloncillo o panela- Azúcar crudo de caña elaborado en trapiches azucareros en donde las cañas -- son comprimidas en el molino extrayéndole la mayor cantidad de jugo posible (guarapo) y en una batería de cobre se cuece hasta lograr por evaporación el grado óptimo de concentración (el cual se calcula -- empíricamente), la masa cocida se vacía en un enfriador y posteriormente en moldes y se espera que -- cristalice (11).

5.- Mascabado- Azúcar crudo de caña elaborado en los ingenios azucareros (14).

6.- Melaza- Miel de la cual se retiró, por cristalización y centrifugación, toda la sacarosa técnicamente y/o económicamente posible, es un subproducto de la fabricación de azúcar (1, 4, 6, 7, 8, 9, 12 15).

7.- Cachaza- Subproducto de la elaboración de piloncillo (13).

8.- Otros subproductos de la caña de azúcar- lavados de los equipos usados en la elaboración de azúcar (aguas dulces), espumas (7, 8).

2.2 Proceso de elaboración

El proceso general para la elaboración de aguardiente, involucra varios pasos como son: selección de materia prima, fermentación, destilación, almacenamiento, distribución del producto sin embargo sólo se mencionan la fermentación y la destilación porque son los de mayor influencia en la calidad del producto.

2.2.1 Fermentación

La palabra fermentación se deriva etimológicamente de la palabra latina Fervere, que significa ebullición, burbujeo (12). Describe la acción de formar espuma que acompaña con frecuencia al proceso y que, en la actualidad se sabe que se debe a la formación de dióxido de carbono (15).

El proceso de fermentación alcohólica consiste en la transformación de los azúcares en alcohol (4).

La ecuación global de la fermentación establecida por Gay Lussac y corregida por Dumas es la siguiente:



Azúcar (glucosa)

gas carbónico

etanol

Se usan varios procesos, desde las fermentaciones completamente silvestres o espontáneas hasta los lotes con cultivos puros (9, 10). Los métodos continuos de fermentación aún no están en uso, aunque pueden estarlo en el futuro (6, 9).

Las levaduras alcohólicas son clasificadas como Ascomicetos del género *Saccharomyces*, siendo las de mayor interés la *Saccharomyces cerevisiae* (4, 6, 15, 19).

Las levaduras empleadas en la destilería deben presentar características para su uso industrial, entre las cuales figura la buena productividad, la tolerancia al alcohol, la resistencia a la estabilidad.

La buena productividad, o sea la formación de alcohol en la unidad de tiempo, que además de propiciar fermentación más rápida, reduce el riesgo de contaminaciones.

La tolerancia a los contenidos alcohólicos más elevados y, consecuentemente, la actividad en mostos de más azúcar, permite la obtención de vino de mayor riqueza alcohólica.

Esto posibilita la reducción de infecciones debido al valor antiséptico del propio alcohol.

Mayor rendimiento de los aparatos de destilación y menor volumen de vinaza por litro de alcohol producido.

La resistencia a la acidez más elevada es importante en la prevención y combate de las infecciones, - siendo también deseable una resistencia a las variaciones de temperatura.

Finalmente, la levadura debe ser estable para preservar las características citadas anteriormente (4). Para una buena fermentación es necesario controlar tres parámetros, principalmente, que se mencionan a continuación.

1.- La concentración de azúcar- se utiliza el concepto de Brix para determinarla, es una medida que - expresa la cantidad de sólidos solubles, aunque no siempre sean azúcares, es recomendable un Brix de 16-18 (12 % de glucosa aproximadamente).

2.- pH- se recomienda un pH alrededor de 4.5. En términos prácticos el control de la acidez se logra con la adición de ácidos minerales en el mosto.

3.- Nutrientes- Debido a la inexistencia de nutrientes en materias primas ideales o en algunos casos- de desequilibrio entre sus componentes, hay necesidad de complementar sales minerales y vitaminas. Estas son sales de fósforo, nitrógeno, micronutrientes y vitaminas del complejo B (4).

Algunos métodos utilizados son los siguientes:

Estos métodos (recetas) son algunos de los más representativos encontrados en la bibliografía

1.- Dilución del jugo de caña de azúcar con agua a una gravedad específica entre 1.04 y 1.05. El pH - se ajusta a 5.8 con ácido sulfúrico. Se agrega algo de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, así como una menor cantidad de dund. La fermentación silvestre entonces toma lugar en tanques abiertos, los cuales son, con frecuencia, de madera de roble. Para iniciar la fermentación se puede adicionar una pequeña porción de otro batch fermentado. No se aplica enfriamiento y las temperaturas pueden llegar hasta 110 °F (43.3 °C). El siguiente paso es una destilación simple, durante la cual no es removido el aceite de fusel, hasta unos 160° proof.

2.- Se calienta el jugo de caña de azúcar y se deja reposar. El jugo claro se decanta y se concentra por evaporación, a una gravedad específica aproximada de 1.15. Se adiciona una cantidad grande de dund, del 10 al 35 % del volumen total, con agua se hace el balance para lograr una gravedad específica de alrededor de 1.075. Se hace una fermentación espontánea, se sigue con destilación simple.

3.- En la fermentación, más moderna, de batch con cultivo puro, el proceso se inicia en el laboratorio por inoculación de un medio especial estéril con cultivo puro de levadura. Los frascos se colocan en un agitador mecánico y cuando se alcanza una cierta concentración de células de levadura, usualmente después de un lapso previamente fijado, el contenido de cada frasco es transferido a una disolución de melazas estériles, con adición de nutrientes. Después de otras dos transferencias, se lleva -

finalmente a un recipiente de acero inoxidable, con capacidad de 80 L de melaza de 18-24° Brix, se adicionan nutrientes, y a un pH de 4.8, se inocula y se aerea fuertemente. La temperatura debe ser mantenida alrededor de 30 a 33 °C; la fermentación alcohólica termina alrededor de 45 horas después, durante las cuales pueden obtenerse unos 25° prof. Antes de que la masa fermentada se destile, las células de levadura y la mayor parte de otros sólidos presentes, se separan por centrifugación (9).

4.- Cuando se utiliza cachaza como materia prima, ésta se filtrará y se lavará; lo que resulte de las operaciones anteriores se evapora hasta obtener una miel con un grado Brix de 85°. Se acondiciona para que la levadura encuentre un medio propicio para desarrollarse esto se efectúa en unos tanques en donde se precipitan todos los no azúcares, esta operación se lleva a cabo agregando lechada de cal -- hasta elevar el pH en 0.5 y la miel tenga un grado Brix de 55°. La temperatura se elevará a 70° C. El segundo paso, es el de separar estas impurezas utilizando una centrífuga. Se puede prescindir de ésta si se deja reposar un tiempo suficiente, para que las impurezas se sedimenten.

Después de lo anterior, queda listo el mosto y es pasado a las tinas de levadura y de fermentación en donde se baja la temperatura a 30° C y se agregan sulfato de amonio y fosfato de amonio para suplir las deficiencias en nitrógeno y en fósforo. También se agrega ácido sulfúrico en cantidad suficiente para bajar el pH hasta 4.5, que es el más propicio para el desarrollo de la levadura. El tiempo de fermentación es de 60 horas y el mosto ya muerto se deja reposar durante 12 horas.

Posteriormente se pasa por una centrífuga para separar los sólidos. Este mosto ya separado y fermentado es pasado a un precalentador para su destilación en un alambique en el cual se obtiene un producto que es pasado por otro alambique de refinación del cual se obtiene un producto que se rebaja antes de salir al mercado (13).

2.2.2 Destilación

Se llama destilación a la separación de los componentes de una mezcla líquida por vaporización parcial de la misma. La concentración de componentes volátiles es mayor en el vapor obtenido que en la mezcla inicial, mientras que en el residuo aumenta la concentración de los componentes menos volátiles.

Este procedimiento se emplea cuando un líquido azucarado que ha experimentado una fermentación, no se ha transformado solamente en alcohol etílico y dióxido de carbono, sino que además se obtiene un buen número de distintos productos, unos volátiles y otros fijos; para poder separar el alcohol etílico de todos estos productos que le acompañan en la composición de los líquidos procedentes de una fermentación, es necesario recurrir a la destilación para poder eliminar parte de estos compuestos volátiles. La destilación simple se utiliza para la obtención de aguardientes simples y licores. Los aparatos -- destinados a la destilación simple son: alambique simple y alambique con rectificador.

Alambique simple

Un alambique simple se compone de los siguientes elementos:

- 1.- Una caldera de cobre estañado, de forma ancha que actúa de recipiente del líquido que va a destilar.
- 2.- La montera de cobre estañado, va colocada sobre la caldera a manera de embudo.
- 3.- El cuello de cisne es un tubo largo de cobre estañado que une la montera con el serpentín del refrigerante.
- 4.- El serpentín de cobre estañado también va colocado en el interior del depósito refrigerador.
- 5.- El refrigerante es el recipiente por el cual circula el agua fría de refrigeración.
- 6.- Al final del serpentín va colocada la probeta de salida de los líquidos condensados.

Antiguamente los alambiques eran accionados a fuego directo, a baño María e incluso a baño de arena, hoy estos sistemas han quedado desplazados, son incómodos, anticuados y de difícil regulación.

Toda instalación actual de destilación, se basa en el empleo del vapor de agua, como medio de calefacción. Al hacer uso del vapor de agua, como medio proporcionador del calor, ha sido preciso dotar a la caldera de un doble fondo o de un serpentín donde penetra el vapor con su correspondiente desagüe, de un manómetro indicador de presiones y de una llave reguladora de entrada. También los alambiques - actuales, van provistos de válvulas de seguridad.

Alambique rectificador

En la actualidad se emplean los alambiques con rectificador ya que a su vez pueden funcionar como tales o bien como alambiques simples. El alambique con rectificador tiene la gran ventaja sobre el alambique simple de poder obtenerse con él, aguardiente de diferente graduación.

El rectificador aplicado al alambique del sistema DERDY, consiste en una cúpula rectificadora colocada en el reborde superior de la caldera y que funciona mediante una junta hidráulica.

El rectificador añadido a un alambique simple tiene por objetivo, no permitir que los vapores de la destilación vayan directamente al cuello de cisne, para que algunos, los menos volátiles, se condensen antes y así vuelvan a redestilarse. Por lo tanto, un rectificador consiste en un sistema adecuado para provocar una primera condensación, anterior a la definitiva y última, que ha de verificarse en el serpentín.

En cualquier tipo de alambique, adicionándole una columna de rectificación, es posible obtener aguardiente de 75° G.L. a la primera destilación.

La columna de rectificación está formada por dos conos de poca altura de cobre estañado, unidos por las bases, que colocadas entre la montera y el cuello de cisne, cumplen perfectamente su misión de primera condensación, al ser humedecida constantemente por un chorro de agua.

La graduación de los destiladores se aumenta o disminuye según la cantidad de agua que se vierte en la superficie de la lenteja (columna); si interesa hacer funcionar el alambique sin el rectificador, se retira la lenteja (columna) o simplemente se prohíbe la llegada de agua de refrigeración sobre su superficie; entonces funciona como una porción más del cuello de cisne.

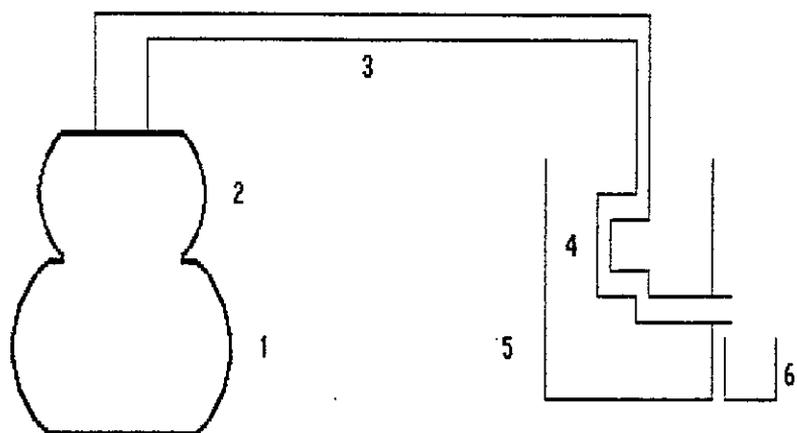
Otra forma de rectificar consiste en colocar un recipiente en forma de campana, al inicio del cuello de cisne, que al estar siempre lleno de agua de refrigeración (renovada constantemente en el mismo sentido que la del depósito del serpentín) condensa los vapores que intentan remontar el cuello de cisne. Por el caudal de agua que circula por este recipiente, es también regulable la graduación del destilado obtenido.

En síntesis la puesta en marcha y funcionamiento de un alambique es:

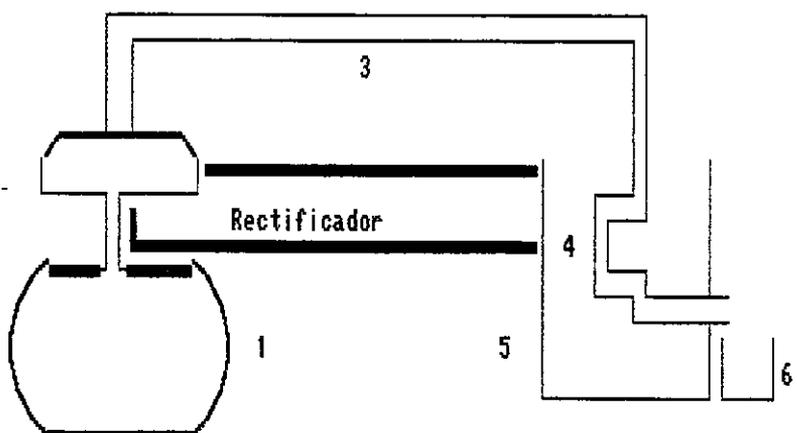
- 1.- Antes de iniciar cualquier operación en el alambique, se debe comprobar la presión que indica el manómetro del generador de vapor, que es la presión de trabajo.
- 2.- Se limpia el alambique y se carga con la mezcla que se va a destilar.
- 3.- Se cierra con cuidado y con eficacia la boca de descarga y el tapón de entrada de líquido y se revisan las válvulas de seguridad.

- 4.- Se accionan las llaves que dan la entrada al agua, al refrigerante y al rectificador.
 - 5.- Se abre la llave de la entrada de vapor poco a poco hasta que el manómetro marque la presión debida, se comprueba el funcionamiento de la válvula de desagüe.
 - 6.- A la salida de destilados por la probeta, se pone un alcoholímetro y se toma la graduación y temperatura, se hace la corrección de graduación.
 - 7.- Se regula la llave de entrada de vapor y la entrada de agua al refrigerante para conseguir la graduación alcohólica deseada.
 - 8.- Normalizado el alambique, se evitan descensos de presión en el generador de presión.
 - 9.- No se abandone jamás un alambique puesto en marcha, porque puede arder.
 - 10.- Una vez que vaya agotándose el contenido en el interior de la caldera, se separan las colas de destilación, así como las cabezas del destilado si es que interesan.
 - 11.- Al finalizar la destilación, háy que ir regulando la entrada de vapor y agua.
 - 12.- Terminada la destilación, se cierra la llave de vapor. No cerrar las llaves del agua de condensación hasta que estén las dos masas de agua (refrigerante y rectificador) a la temperatura de entrada, se accionan repetidas veces las válvulas de seguridad.
 - 13.- Se descarga, el alambique se limpia para la próxima destilación.
- Los detalles de funcionamiento que se han descrito, se refieren a una operación completa, pero intermitente, no obstante, el funcionamiento de un alambique, simple o con rectificador, puede ser continuo.
- Para operar de una forma continua, es necesario la adición de un nuevo elemento, el calienta vinos o intercambiador de calor, colocado entre el cuello de cisne y el refrigerante, en el cual, el líquido por destilar actúa como elemento de refrigeración, antes de entrar de manera continua o intermitente en el interior de la caldera, y así adquirir una determinada temperatura al estar en contacto con los vapores de destilación, que es definitivamente ahorro de combustible en el momento de la destilación (7, 19).

Alambique simple



Alambique rectificador



III.- Control de calidad

3.1 Composición Química

El aguardiente es una bebida alcohólica compuesta principalmente de agua y alcohol etílico, sin embargo contiene, en disolución, cerca de 400 componentes en pequeñas cantidades responsables de su aroma y sabor característico (10).

Algunos de estos compuestos son:

1.- Compuestos ácidos R-COOH

Acético octanoico, decanoico, dodecanoico, propiónico, acrílico, isobutírico, butírico, isovalérico, caprónico, algunos C₆, C₁₀, C₁₂.

2.- Ésteres, R-O-R

Acetato de etilo, propionatos, formiatos, butiratos, isobutiratos, hexanoato de etilo, octanoato de etilo, decanoato de etilo, dodecanoato de etilo, tetradecanoato de etilo, 9-hexadecanoato de etilo, hexadecanoato de etilo, lactato de etilo, 2-&3-metil-butilacetato, 2-fenil-etilacetato (acetato de β-fenil etilo), carbamato de etilo.

3.- Alcoholes superiores (aceite de fusel), R-OH

Alcohol amílico, propanol, butanol, isobutanol, isopentanol, 2-metilpropanol, 3-metilpropanol, 2-feniletanol, alcohol isoamílico.

4.- Aldehidos



acetaldehido, propaldehido (propanal), 1,1-dietoxietano, furfural, glicerol.

5.- Otros

Metanol, aceites esenciales.

3.2 Técnicas de análisis

Algunas de las técnicas de análisis utilizadas son:

- 1.- La cromatografía de gases
- 2.- Espectrofotometría
- 3.- Métodos volumétricos y gravimétricos
- 4.- Pruebas organolépticas

1.- Una de las técnicas propuestas para el análisis del aguardiente es la cromatografía de gases.

La cromatografía de gases es una técnica analítica que se utiliza para separar, identificar y cuantificar los componentes de una muestra.

La separación de una mezcla que contenga muchos componentes volátiles, se puede lograr con sólo introducir a un sistema por donde fluye un gas, el cual pasa a través de una columna empacada con un material de características especiales que permitan esta separación.

La cromatografía de gases se basa, pues, en la diferencia de velocidades de migración de los componentes de una mezcla, al ser arrastrados por un gas inerte a través de un tubo relleno de un material adecuado.

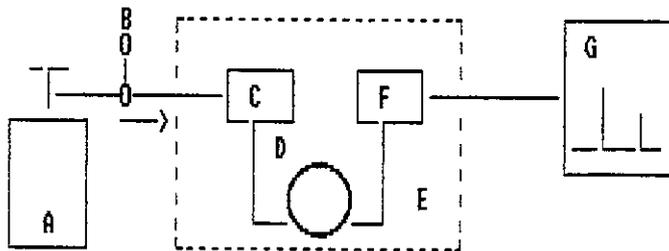
Los componentes separados se detectan y se registran en forma de picos, generalmente de forma gaussiana.

La aparición de cada componente, referido a su tiempo de elución o retención, es característico de cada componente, y el área bajo el pico es proporcional a su cantidad o concentración. El tiempo de retención y el área, serán los datos cualitativos y cuantitativos respectivamente.

La evaluación cualitativa dependerá, entonces, de la medida de la posición del pico, ya sea tiempo de retención, tiempo de elución o la variación de estos parámetros. La interpretación cuantitativa de los resultados dependerá, primeramente del tamaño, forma y separación de los picos, y también de la correcta medición del área del pico.

Las partes de que consta un cromatógrafo de gases son:

"Esquema básico de un cromatógrafo de gases"



A.- Gas de arrastre.

B.- Medidor y regulador de flujo.

C.- Sistema de introducción de muestras.

D.- Columna cromatográfica.

E.- Horno.

F.- Detector.

G.- Registrador y/o sistemas de integración o procesamiento de datos.

A.- Gas de arrastre.

Los gases que pueden ser empleados como gas de arrastre son: helio (He) o nitrógeno (N_2). La selección de cada uno de ellos dependerá del detector utilizado y la aplicación a un caso particular.

Los gases mencionados cumplen con la condición de ser inertes, y así no reaccionarán con la columna o la muestra. Es importante que también estén libres de humedad y de impurezas para prevenir el mal funcionamiento del equipo, como sería el incremento del nivel de ruido y contaminación del detector.

B.- Medidor y regulador de flujo.

Es importante proveer una presión y flujo constante de gas acarreador, por lo que será necesario regularlo. La forma de lograr esto, es instalando una válvula reguladora a la salida del cilindro, y antes de la columna se coloca otro controlador de flujo que generalmente es una válvula de aguja acoplada a un regulador diferencial.

C.- Sistema de introducción de muestras.

Este es el sitio de entrada de la muestra al cromatógrafo. Se pueden introducir muestras gaseosas, líquidas o sólidas. En condiciones adecuadas la muestra debe vaporizarse fácilmente sin descomposición o reacción química y debe depositarse en la columna con un mínimo de volumen para prevenir picos anchos.

Los líquidos se introducen al sistema por inyección con una microjeringa a través de un septum.

Toda el área que ocupa el dispositivo de inyección está equipada con un sistema individual de calentamiento que alcanzará temperaturas arriba de la del horno y facilitará la vaporización de la muestra.

D.- Columna cromatográfica.

Esta es la parte importante del sistema cromatográfico, ya que aquí se lleva a cabo la separación de los componentes de la muestra.

La columna es un tubo metálico o de vidrio generalmente de 1/8 a 1/4 " de diámetro nominal, empacada con un material granular. El material puede ser un adsorbente como la alúmina o sílica gel, cuando se trata de cromatografía de adsorción (CGS). El material granular puede ser también un sólido inerte como la tierra de Diatomeas recubierta con un líquido, éste es el caso de la cromatografía de partición o de intercambio de fases (CGL). Al líquido que está cubriendo al sólido inerte se le conoce como fase líquida. Esta tiene una temperatura mínima y máxima de trabajo que se tomará en cuenta cuando se haga uso de ella.

E.- Horno.

La columna está situada en el horno. Este se puede calentar de manera controlada, con temperaturas, desde la ambiente hasta 400 °C, ya que dependiendo de la muestra, será la temperatura.

El horno está diseñado de tal manera que mantiene constante la temperatura seleccionada mediante un ventilador de aspas.

F.- Detector.

Una vez que se efectúa la separación, en la columna, van pasando los componentes por el detector, el cual, indicará la presencia del componente diferente al gas de arrastre.

Los detectores más comúnmente usados son: Ionización de Flama, Conductividad Térmica y Captura de --- Electrones.

Detector de Ionización de Flama.

Este detector responde solamente a compuestos orgánicos, es insensible al agua y compuestos inorgánicos, consiste de una pequeña flama de hidrógeno quemándose en un exceso de aire y rodeado por un campo electrostático.

Este detector es el más usado por su alta sensibilidad, buena estabilidad y un intervalo muy amplio de linealidad de respuesta. Tiene la particularidad de destruir la muestra produciendo iones, dióxido de carbono (CO_2) y agua. Se usa como gas de arrastre el nitrógeno, aunque pueden usarse otros gases inertes como helio o argón.

Detector de Conductividad Térmica.

Es un detector universal, porque es sensible a los compuestos orgánicos e inorgánicos. Generalmente se usa para análisis de compuestos inorgánicos como: agua, dióxido de carbono, oxígeno, nitrógeno, argón, está constituido por cuatro filamentos formando un circuito de puente eléctrico.

Este detector no destruye la muestra y es posible coleccionar las fracciones de la muestra al final del proceso. En este caso el gas de arrastre que se utiliza es el helio.

Detector de Captura de Electrones.

Este detector es selectivo para moléculas que contienen átomos electronegativos, nitrógeno, oxígeno, azufre y particularmente los halógenos. Requiere de una técnica limpia para prevenir la contaminación de la fuente de ionización radioactiva (Ni^{63} o Tritio), se basa en la absorción de electrones por parte de compuestos que tienen afinidad por los electrones libres (39).

G.- Registrador y/o Sistemas de Integración o Procesamiento de Datos

Este recibe la señal eléctrica producida por el detector y la registra en una gráfica de concentración contra tiempo, que recibe el nombre de cromatograma.

Así pues, los componentes de la muestra quedan registrados en el cromatograma y servirá para obtener los datos de retención (tiempo, volumen, etc.) y área del pico; donde los datos de retención servirán para identificar cada componente y el área del pico será proporcional a la concentración de cada componente (análisis cuantitativo); como ya se había mencionado.

Análisis cualitativo.

Se basa en la comparación de los tiempos de retención de un compuesto conocido con el de otro compuesto desconocido, obtenidos en las mismas condiciones de operación.

Para identificar miembros de una serie homóloga que contenga una muestra, se construye una gráfica -- del logaritmo del tiempo de retención contra el número de átomos de carbono de al menos dos compuestos de la serie inyectados.

También se puede utilizar el método de adición para identificar los componentes de una muestra. Este método consiste en agregar a la muestra un compuesto conocido. Se corren ambos cromatogramas y por -- comparación se identifican los componentes de la muestra (21).

La cuantificación se puede efectuar por cualquiera de 3 métodos: normalización, estandarización externa y estandarización interna, siendo éste último el que se describe a continuación:

La cuantificación por estandarización interna: consiste en obtener el cromatograma de la muestra estandarizada, o sea adicionada de una sustancia llamada estándar interno que deberá aparecer en un sitio del cromatograma, libre de traslapes y desde luego no deberá ser componente de la muestra, aunque es recomendable que sea de la misma naturaleza química y del mismo orden de concentración que el componente de la muestra por cuantificar. Se deberán obtener cromatogramas paralelos con soluciones de -- concentración conocida del componente por cuantificar y del estándar interno y se traza una curva de calibración que tenga por ordenadas la relación de concentraciones correspondientes al componente por cuantificar y al estándar interno.

Esta curva servirá para situar en 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 (33).

2.- Espectrofotometría de UV-visible

La espectrofotometría se basa en la medida de las propiedades físicas de las soluciones tales como la absorción y dispersión de la energía radiante que determina la naturaleza y la concentración de un elemento o compuesto en una disolución.

El color de una sustancia se debe a que absorbe luz de una cierta longitud de onda. La cantidad de luz absorbida por una disolución está en relación directa con la energía radiante que se necesita para la excitación de los electrones.

Dos leyes fundamentales constituyen la base de la práctica colorimétrica: la ley de Bouguer y de Lambert-Beer.

La ley de Bouguer establece que cuando un rayo luminoso penetra en un medio absorbente perpendicular al plano, paralelo a las superficies del medio, cada capa infinitesimal del medio disminuye la intensidad del rayo luminoso que penetra en la capa en una fracción constante.

La ley de Lambert-Beer establece que la intensidad de un rayo luminoso monocromático paralelo disminuye exponencialmente, a medida que la concentración del material absorbente aumenta.

Las dos leyes pueden combinarse y representarse por una sola ecuación, la cual considera la relación entre el poder de radiación de la luz incidente y el de la transmitida.

Las diferentes maneras en que se puede representar la ley de Lambert-Beer son las siguientes:

$$\log \frac{I}{I_0} = -abc \quad \log T = -abc \quad A = abc \quad \text{donde:}$$

a = es la extinción específica de la sustancia.

b = es el grosor de la capa (longitud del paso óptico) generalmente expresada en centímetros.

c = es la concentración que se puede expresar en dos formas: gramos por litro o en moles por litro.

A = es la absorptividad expresada en gramos por litro, es igual a la absorbancia y se define como el logaritmo base 10 negativo de la transmitancia (T).

T = es igual a la transmitancia y se define como la relación entre el poder de radiación I , transmitido por una solución y el poder de radiación I_0 , que incide sobre la misma.

I_0 = es el rayo incidente.

I = es la cantidad de energía que queda sin absorber después de pasar por la solución.

3.- Métodos gravimétricos y volumétricos

Gravimétricos

El método se basa en la obtención del peso en balanza analítica, del compuesto estable que contiene el elemento que se desea cuantificar.

Volumétricos

Se basa en la medición del volumen de solución valorante (estándar), que reaccionará con el elemento que se desea cuantificar(38).

4.- Pruebas organolépticas

Indudablemente que todas las técnicas antes mencionadas pueden dar cierto control relacionado con el producto que se está elaborando, pero siempre es de interés y muy conveniente realizar pruebas de catedo con el producto, para determinar las características en cuanto a sabor, aroma y cuerpo del aguardiente que se esté elaborando.

Dichas pruebas deberán realizarse diariamente y para llevarlas a cabo, se puede emplear un método de comparación, entre dos muestras del mismo producto, una preparada bajo un tipo normal, o sea mezcla de diferentes lotes, con la muestra incógnita que puede provenir del producto que se está elaborando ese día; o pueden realizarse comparaciones entre lotes o entre el producto que se esté elaborando y el de la competencia, etc. (17).

Cualidades gustativas y Sentidos implicados en la degustación

Organo	Sentidos y sensaciones	Características percibidas	
Ojos	Vista	Color, Limpidez	Aspecto
	Sensaciones visuales	Fluidez	
Nariz	Olfato	Aroma	Olor
	Sensaciones olfativas (vía nasal directa)		
Boca	Olfato	Aroma de boca	Gusto
	Sensaciones olfativas (vía retronasal)		
	Gusto		
	Sensaciones gustativas	Sabor o gusto	Tacto
Reacción con las mucosas	Consistencia		
Sensaciones táctiles	Untuosidad		
Sensibilidad térmica	Temperatura		

(40).

2.3.3 Normatividad existente

En México la SECOFI (Secretaría de Comercio y Fomento Industrial) a través de la Dirección General de Normas es la encargada de elaborar junto con otras dependencias gubernamentales, con instituciones públicas y privadas la normatividad para los distintos productos.

En la actualidad se tienen las siguientes normas para bebidas alcohólicas destiladas

- 1.- NMX-U-002-1983; Ron
- 2.- NMX-U-004-1970; Método de Prueba para la Determinación de Furfural
- 3.- NMX-U-005-S-1980; Determinación de Ésteres y Aldehidos
- 4.- NMX-U-013-1993-SCFI; Determinación del % de Alcohol en Volumen (% vol.) a 20 °C
- 5.- NMX-U-014-1986; Determinación de Alcoholes Superiores (Aceite de Fusel)
- 6.- NMX-U-015-S-1980; Determinación de Acidez Fija
- 7.- NMX-U-016-S-1980; Determinación de Acidez Total
- 8.- NMX-U-017-1984; Determinación de Extracto Seco y Cenizas
- 9.- NMX-U-021-1986; Determinación de Metanol
- 10.- NMX-U-026-1986; Determinación de Acidez Volátil
- 11.- NMX-U-032-S-1980; Determinación de Densidad Relativa
- 12.- NMX-U-044-1972; Etiquetado o Rotulación de Bebidas Alcohólicas
- 13.- NOM-U-31-1990; Aguardiente de Caña Charanda
- 14.- NOM-142-SSA1-1995; Bebidas Alcohólicas. Especificaciones sanitarias. Etiquetado sanitario y comercial.

- 1.- NMX-U-002-1983; Ron

Se establecen las especificaciones en esta norma oficial mexicana, que debe cumplir la bebida alcohólica destilada denominada Ron.

Definición de Ron

Es la bebida alcohólica obtenida por destilación de mostos fermentados y preparados únicamente con azúcares provenientes de caña de azúcar. Los destilados podrán ser rectificadas y deberán ser sometidos a un proceso de maduración, en recipientes de encino o roble.

Se denomina Ron al que ha sido madurado 8 meses como mínimo y Ron añejo al madurado un mínimo de 2 años.

Para poder caracterizar una bebida alcohólica se recurre a enumerar especificaciones como las sensoriales, físicas y químicas, así mismo se mencionan técnicas en las normas, que son específicas para los diferentes componentes.

Especificaciones

Sensoriales

Color ----- Podrá ser incoloro o color ámbar

Olor ----- Característico

Sabor ----- Característico

Apariencia ----- Líquido transparente

Físicas y químicas

TABLA

ESPECIFICACIONES	Mínimo	Máximo
Grado alcohólico G.L. real a 293 K (20 °C)		
% de alcohol en volumen a 293 K (20 °C)	38.0	55.0
Extracto seco g/dm ³		20.0
Cenizas g/dm ³		0.5
Valores expresados en mg/dm ³ en alcohol anhidro:		
Acidez total (como ácido acético)		1200.0
Aldehídos (como aldehído acético)		400
Esteres (como acetato de etilo)		2000.0
Alcoholes superiores (aceite de fusel o alcoholes de peso molecular superior al etílico (como alcohol amílico)		4000.0
Furfural		20.0
Metanol		50.0

Nota .- La suma de los componentes volátiles diferentes del alcohol etílico no deberá ser menor de -- 600 mg/dm³ en alcohol anhidro, ni mayor de 6000 mg/dm³ (30).

2.- NMX-V-004-1970; Determinación de Furfural

Fundamento; este método 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).

Aparatos y equipo

Matraz para destilación de 250 mL

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g

Matraz aforado de 100 mL

Pipeta volumétrica de 1 mL

Baño de hielo

Matraces aforados de 50 mL

Fotocolorímetro con filtro verde o espectrofotómetro

Material común de laboratorio

Materiales y Reactivos

Furfural

Alcohol etílico, de más de 95 % en volumen libre de furfural

Ácido clorhídrico concentrado

Anilina recientemente destilada

Alcohol de 50 % en volumen libre de furfural, recientemente destilado

Disolución valorada de furfural

Preparación de la disolución.- Redestilar el furfural muy lentamente, se recoge la fracción que destile a 161.2 °C corregida por presión atmosférica. Se pesa exactamente 1 g del furfural recientemente destilado y se diluye con alcohol etílico de 95 %, se afora a 100 mL se toma 1 mL de la solución anterior y se afora a 100 mL con alcohol etílico de 50 %, se obtiene así una solución con una concentración de 100 ng por litro.

Preparación de la muestra

Se miden exactamente en matraz aforado 100 mL de la muestra y se llevan al matraz de destilación de 250 mL, se enjuaga el matraz con 12.5 mL de agua y se lleva ésta al mismo matraz de destilación. Se destila lentamente recogiendo el destilado en el matraz aforado de 100 mL sumergido en el baño de hielo.

Procedimiento

Se prepara una serie de soluciones tipo de 50 mL cada una a partir de la solución valorada de furfural y del alcohol de 50 % que contengan 0, 1, 2, 3, 4 y 5 mg de furfural por litro.

Se diluyen 10 mL de la muestra recientemente destilada, a 50 mL con el alcohol de 50 %

Se adicionan 1 mL de anilina a cada una de las soluciones tipo y la muestra anterior, se agitan, se agregan 0.5 mL de ácido clorhídrico, se agitan y se llevan los matraces de 50 mL a un baño de agua a 15 °C, durante 30 minutos.

Cálculos y Resultados

Se toman las lecturas de cada una de las muestras, mediante un fotocolorímetro con filtro verde o espectrofotómetro. Se grafican las lecturas de la serie tipo en % de transmitancias contra mg por litro. El resultado se expresa en mg de furfural por litro de alcohol anhidro mediante la siguiente expresión

$$F = \frac{5 * F1 * 100}{G.A.R.} \quad \text{en donde}$$

F= mg de furfural por litro de alcohol anhidro

F1= Concentración de la lectura problema

5= Factor de dilución

G.A.R.= Grado alcohólico real de la muestra a 20 °C en la escala Gay-Lussac (7, 16, 31, 37).

3.- NMX-V-005-S-1980; Determinación de Esteres y Aldehidos

Determinación de aldehidos

Este método se basa en que se aprovecha la reactividad química del grupo carbonilo del acetaldehído - para combinarse fácilmente con un exceso de agentes sulfatados y formar el ácido etanol sulfúrico, el contenido de aldehidos se puede determinar por el procedimiento indirecto con bisulfato de sodio, en el cual se valora mediante una titulación el exceso de yodo con tiosulfato de sodio.

Equipo

Tres matraces bola de fondo plano de 500 mL, con boca esmerilada 24/40

Matraz de Kjeldhal

Condensador, tipo Liebig de 400 mm

Tubo de desprendimiento de 9 mm de diámetro

Dos condensadores para reflujo con uniones esmeriladas 24/40

Dos matraces Erlenmeyer de 500 mL con boca y tapón esmerilados

Parrilla eléctrica con regulador de temperatura o manta de calentamiento

Reactivos

Disolución de hidróxido de sodio 0.1 N

Disolución de tiosulfato de sodio 0.05 N

Disolución de bisulfito de sodio 0.05 N

Las disoluciones de tiosulfato de sodio y bisulfito de sodio no deben utilizarse después de una semana de haber sido preparadas

Disolución de ácido clorhídrico 0.1 N

Disolución indicadora de fenolftaleína al 1 %, preparada en alcohol etílico al 50 %

Almidón soluble en disolución acuosa al 1 %

Preparación de la muestra

En un matraz de bola de fondo plano con boca esmerilada, de 500 mL se colocan 200 mL de muestra, se agregan 35 mL de agua y unos gránulos de carburo de silicio o perlas de vidrio. Se destila lentamente recibiendo el destilado en un matraz volumétrico de 200 mL

Cuando la cantidad contenida en el matraz volumétrico se acerque al aforo, suspender la destilación, se lleva al aforo con agua y se mezcla perfectamente. Se debe tomar en consideración la temperatura - de calibración de los recipientes.

Procedimiento

Determinación de ésteres (NMX-V-005-S-1980)

Se transfieren 100 mL del destilado a un matraz balón plano de boca esmerilada, de 500 mL, se neutraliza el ácido libre con disolución de hidróxido de sodio 0.1 N, utilizando fenolftaleína como indicador se agrega un exceso de disolución de hidróxido de sodio 0.1 N.

Se coloca el condensador de reflujo sobre el matraz y se calienta a ebullición durante dos horas. Se deja enfriar y se titula el exceso de álcali con la disolución de ácido clorhídrico 0.1 N. Se desechan las determinaciones en las que el exceso de álcali requiera ácido clorhídrico en un volumen menor de 2 mL o mayor de 10 mL.

Se prepara un testigo con la misma cantidad de reactivos utilizados en el problema, sustituyendo la muestra por agua y se trata como la muestra.

Se calculan los ésteres como acetato de etilo.

Determinación de aldehidos (NMX-V-005-S-1980)

Se transfieren 100 mL del destilado a un matraz Erlenmeyer de 500 mL, con boca y tapón esmerilados, se agregan 100 mL de agua y 20 mL de bisulfito de sodio 0.05 N. Se deja reposar por un tiempo de 30 minutos, se agita de vez en cuando.

Se agrega un exceso de disolución de yodo 0.05 N (el exceso de disolución de bisulfito de sodio deber ser equivalente aproximadamente a 25 mL de la disolución de yodo). Se titula el exceso de yodo con disolución de tiosulfito de sodio, hasta aparición del color amarillo paja, se adiciona disolución indicadora de almidón y se continúa la titulación hasta decoloración total.

Se prepara un testigo, se toman 100 mL de agua destilada y se adicionan las mismas cantidades de disolución de bisulfito de sodio y disolución de yodo 0.05 N utilizadas para la muestra y se trata como la muestra.

Se calculan los aldehidos como acetaldehido.

Cálculos

Esteres

El contenido de ésteres expresado en miligramos de acetato de etilo por 100 mL referidos a alcohol anhidro, se calcula con la siguiente ecuación.

$$E = \frac{E1 * 100}{G.A.R.} \text{ o sea } E = \frac{(V1 * N1 - V2 * N2) * 88 * 100 * 100}{M \quad G.A.R.} \text{ en donde}$$

E= Esteres expresados en mg de acetato de etilo por 100 mL referidos a alcohol anhidro

E1= Esteres expresados en mg de acetato de etilo por 100 mL de muestra

V1= Volumen de la solución de hidróxido de sodio utilizado para saponificar, en mL

V2= Volumen de la solución de ácido clorhídrico, utilizado para titular el hidróxido de sodio sobrante de la saponificación, en mL

N1= Normalidad de la solución valorada de hidróxido de sodio

N2= Normalidad de la solución de ácido clorhídrico

88= Miliequivalente del acetato de etilo expresado en mg

M= Parte alícuota (100 mL)

G.A.R.= Grado alcohólico real de la muestra a 20° C en la escala Gay-Lussac (20).

El principio del análisis de los esterés se basa en la saponificación por una solución valorada de sosa y se determina la sosa consumida titulándola con ácido clorhídrico de concentración conocida (7, 16, 20).

Aldehídos

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

$$A = \frac{A1 * 100}{G.A.R.} \text{ o sea } A = \frac{(V1-V2) N * 22 * 100 * 100}{M \quad G.A.R.} \text{ en donde}$$

A= Aldehídos expresados en mg de acetaldehído por 100 mL de alcohol anhidro

A1= Aldehídos expresados en mg de acetaldehído por 100 mL de muestra

V1= Volumen de la solución de tiosulfato de sodio utilizado para la titulación de la muestra en mL

V2= Volumen de la solución de tiosulfato de sodio utilizado para la titulación del testigo en mL

N= Normalidad de la solución de tiosulfato de sodio

22= Miliequivalente de acetaldehído expresado en mg

M= Alícuota de la muestra en mL

G.A.R.= Grado alcohólico real de la muestra a 20° C en la escala Gay-Lussac (20)

Aldehídos este método se basa en la reacción característica de los aldehídos de formar compuestos de adición bisulfítica. Esta reacción es absolutamente general y solo varía de un aldehído a otro en la rapidez con que se efectúan. Formando el compuesto de adición bisulfítica, se hace reaccionar esta con solución decinormal de yodo dejándolo actuar 10 minutos y se titula el exceso de yodo con solución 0.1 N de tiosulfato de sodio. Se pueden determinar colorimétricamente (7,16,20, 29).

4.- NMX-U-013-1993-SCFI; Determinación del porcentaje de alcohol en volumen (% vol 20 °C) a 20 °C

Definición

Porcentaje de alcohol en volumen a 20 °C (Grado volumétrico a 20 °C o exfuerza real): Es el grado volumétrico que expresa en volumen a 20 °C, la cantidad de alcohol etílico puro contenido en 100 volúmenes a 20 °C de una mezcla hidroalcohólica.

Reactivos

Gránulos o trozos de carburo de silicio o perlas de vidrio

Agua destilada

Solución de hidróxido de sodio (sosa) 6 N

3.- Aparatos y equipo

Juego de alcoholímetros certificados con escala en % en volumen graduados en 0.1 % vol. y referidos a 20 °C

Termómetro certificado con escala de 0 a 50 °C, con división mínima no mayor a 0.5 °C

Probeta con diámetro suficiente para efectuar simultáneamente las mediciones alcoholimétricas y de temperatura

Matraz volumétrico de 250 mL o matraz Kjeldahl marcado a 300 mL

Matraz de destilación de 1 litro

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

Trampa de vapor

Equipo común de laboratorio

Tablas de corrección por temperatura para exfuerza real y riqueza alcohólica a 20 °C

Procedimiento

Procedimiento para bebidas destiladas

Se vierten en el matraz de 250 mL a 300 mL, de la muestra a una temperatura entre 18 y 21 °C, se transfiere cuantitativamente con 75 a 150 mL de agua destilada al matraz de destilación que contiene gránulos o trozos de carburo de silicio o perlas de vidrio, se conecta al refrigerante mediante el adaptador.

Se calienta el matraz de destilación y se recibe el destilado en el mismo matraz donde se midió la muestra. Se recomienda que el matraz se encuentre sumergido en baño de agua-hielo durante el curso de la destilación.

Cuando la cantidad de destilado contenida en el matraz, se acerque a la marca, se suspende la destilación y se lleva el destilado a la temperatura que se midió la muestra. Se lleva a la marca con agua destilada, se homogeniza y se transfiere el destilado a la probeta.

Se introduce el alcoholímetro junto con el termómetro, se efectúa la lectura de ambos y se hace la corrección necesaria empleando las tablas de corrección por temperatura.

Expresión de resultados (ver ejemplo)

Si en el momento de la determinación de la muestra está a una temperatura diferente a 20 °C, la lectura debe corregirse usando las tablas alcoholimétricas en la sección de grado volumétrico (% vol.)

Lectura del alcoholímetro (véase la figura)

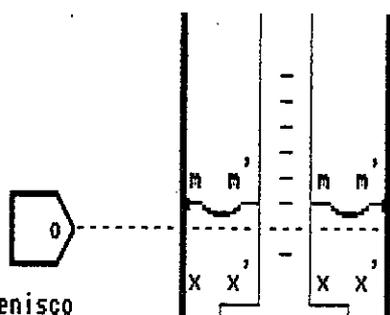
Para efectuar la lectura en el alcoholímetro, es necesario colocar el ojo de manera que la raya visual siga paralelamente la superficie libre horizontal del líquido justamente hasta donde se encuentra con la escala alcoholimétrica en el punto donde ella aparece como cortada en dos por esta superficie,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

Condiciones del empleo del alcoholímetro volumétrico

El alcoholímetro volumétrico certificado es un aparato construido para indicar el grado de contenido de alcohol de una mezcla de alcohol etílico y agua pura.

Los aguardientes y alcoholes neutros contienen ciertos productos secundarios (ésteres, aldehidos, alcoholes superiores, etc.) pero en proporciones tan pequeñas que no influyen de manera sensible sobre lo que indica el alcoholímetro. También por regla general se consideran como despreciables la influencia de materias con las cuales se colorean los aguardientes, el grado volumétrico de estos alcoholes puros y aguardientes debe ser considerado como válido, medido directamente con un alcoholímetro (32,-37).

Lectura del alcoholímetro



medir en la línea base del menisco

Donde: x x' raya visual paralela a la superficie libre horizontal del líquido, m m' meniscos.

Ejemplo del uso de las tablas alcoholimétricas

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

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

Lectura del alcoholímetro 42,2; temperatura 25,5 °C

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

Otros métodos para determinar etanol son:

Proof: por el método del picnómetro (7, 8, 24)

La determinación espectrofotométrica de la derivada del infrarrojo cercano para el etanol está descrita en la bibliografía (23).

Determinadas por el método cromatográfico

Etolanol

La cromatografía de gases se puede utilizar para determinar el contenido de alcohol en una bebida alcohólica. Lo anterior se puede lograr de dos formas, una de ellas es empleando el Detector de Ionización de Flama y la otra con el Detector de Conductividad Térmica.

Método 1.- grado alcohólico por Ionización de Flama

Las condiciones cromatográficas fueron:

TEMP. INY.: 160 °C

TEMP. DET. FID.: 160 °C

FLUJO A, B,: N₂ 45 mL/min.

TEMP. HORNO INIC.: 140 °C

ATENUACION.: 128

RANGO: X100

CANT. MUESTRA: 2 µL

VEL. CARTA: 10 mm/min.

COLUMNA: PORAPAK Q, 60/80 # s.s. 2 m 1/8"

Método 2.- grado alcohólico por Conductividad Térmica

Las condiciones cromatográficas fueron

TEMP. INY.: 160 °C

TEMP. DET. TCD.: 100 °C, CORR. MED.

FLUJO A, B,: He, 45 mL/min.

TEMP. HORNO INICIAL: 140 °C

ATENUACION: 16

RANGO: X1

CANT. MUESTRA: 2 µL

VEL. CARTA: 10 mm/min.

COLUMNA: PORAPAK Q, 60/80 # s.s. 2 m 1/8" (21)

Nota: Este método no está dentro de la normatividad, sin embargo se propone (21) la detección del etanol en las condiciones mencionadas, porque se obtienen buenos resultados en cuanto a precisión y rapidez.

5.- NMX-V-014-1986; Determinación de alcoholes superiores (aceite de Fusel) excepto n-propanol

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 principales alcoholes superiores de las bebidas alcohólicas son: 1-propanol, 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.

Método químico

Reactivos y materiales

Ácido sulfúrico concentrado

Alcohol isobutílico

Alcohol isoamílico

Disolución de p-dimetilamino benzaldehído:

Se disuelven 1 g de la sal de p-dimetilamino benzaldehído en una mezcla de 5 mL de ácido sulfúrico y 40 mL de agua, contenida en un matraz volumétrico de 100 mL, se lleva al aforo con agua y se homogeniza.

Alcohol etílico bidestilado.- Por destilación simple, se eliminan el 15 % de cabezas en cada una de las destilaciones y se recolectan el 50 %. Estas destilaciones se deben efectuar a una velocidad aproximada de 250 mL/30 min.

Disolución patrón de aceite de fusel al 0.1 % m/v

Se transfieren 2 g de alcohol isobutílico y 8 g de alcohol isoamílico a un matraz volumétrico de 1 L, se lleva al aforo con agua y se homogeniza.

Se toma de la disolución anterior una alícuota de 10 mL y se transfiere a un matraz volumétrico de 100 mL, se lleva al aforo con agua y se homogeniza.

Se prepara con alcohol etílico bidestilado una disolución de grado alcohólico igual al que se espera tener en la muestra cuando se pasa al tubo de análisis.

Aparatos y equipo.

Balanza analítica.

Espectrofotómetro o colorímetro.

Equipo común de laboratorio.

Curva de calibración.

Disoluciones tipo para la curva de calibración

Se preparan seis disoluciones tipo, conteniendo de 1 a 6 mg de aceite de fusel por 100 mL, se pone en matraces volumétricos de 100 mL alícuotas de 1 a 6 mL de la disolución patrón de aceite de fusel y se lleva al aforo con la disolución de grado alcohólico igual al que se espera tener en la muestra, cuando ésta se pasa al tubo de análisis.

Para comprobar la disolución patrón de aceite de fusel sintética, simultáneamente se prepara un testigo con 6 mL de la disolución patrón de aceite de fusel, en un matraz volumétrico de 100 mL, se lleva al aforo con alcohol etílico bidestilado al 95 % en volumen. Se trata este testigo como la disolución de grado alcohólico igual al que se espera tener en la muestra cuando se pasa al tubo de análisis, debe dar una absorbancia de 0.83 ± 0.03 a una longitud de onda de 530 nm, de lo contrario se prepara nuevamente la disolución patrón de aceite de fusel.

Preparación de la muestra.

En un matraz volumétrico de 100 mL se coloca un volumen conocido del destilado de la muestra, dependiendo del contenido de alcoholes superiores de la muestra y se lleva al aforo con agua, se homogeneiza.

En el caso de bebidas alcohólicas con bajo contenido de alcoholes superiores, se toma la muestra directamente del destilado.

Procedimiento.

En un tubo de ensayo se ponen 2 mL de la muestra preparada, en una serie de tubos se ponen 2 mL de cada una de las soluciones tipo preparadas. En otro tubo se ponen 2 mL de disolución testigo y en otro tubo se ponen 2 mL de agua como blanco.

Los tubos se colocan en un baño de hielo y se les agrega 1 mL de solución de p-dimetilamino benzaldehído, se dejan en el baño de hielo durante 3 minutos. Se adicionan a cada tubo lentamente gota a gota por medio de una bureta 10 mL de ácido sulfúrico concentrado, se dejan escurrir por las paredes del tubo, se agitan los tubos individualmente, y se colocan nuevamente en el baño de hielo durante 3 minutos y se pasan a un baño de agua en ebullición durante 3 minutos. Se colocan después en el baño de hielo entre 3 y 5 minutos, se sacan y se llevan a temperatura ambiente.

Se lee el porcentaje de transmitancia de las disoluciones tipo y las muestras en el espectrofotómetro a una longitud de onda entre 538 y 543 nm contra el blanco usado como referencia. Se usa la misma longitud de onda para las disoluciones tipo y problemas.

Con los datos obtenidos se construye en papel semilogarítmico la curva de calibración, se colocan en las abscisas las concentraciones de las disoluciones tipo de aceite de fusel y en las ordenadas el porcentaje de transmitancia de las mismas.

Se utiliza la curva de calibración, se interpola el porcentaje de transmitancia de las muestras a mg de aceite de fusel.

Expresión de resultados

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

$$A.S. = \frac{P * FD * 100}{G.A.R.} \text{ en donde}$$

A.S. = Alcoholes superiores (aceite de fusel) en mg por 100 mL de alcohol anhidro

P = mg de aceite de fusel por 100 mL de muestra, se calcula a partir de la curva de calibración

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

G.A.R. = Grado alcohólico real de la muestra a 293 K (20 °C) en la escala Gay-Lussac.

5.2 Método cromatográfico ("cromatografía de gases")

Reactivos y materiales

Alcohol etílico de alta pureza y libre de alcoholes superiores

Disolución de alcoholes isobutílico al 0.5 % m/v (1 g/200 mL) e isoamílico al 0.5 % m/v (1 g/200 mL) - en alcohol etílico de 40° G.L.

Disolución de alcoholes isobutílico al 0.1 % m/v e isoamílico al 0.1 % m/v. Se ponen 20 mL de la disolución de alcoholes isobutílico e isoamílico en un matraz volumétrico de 100 mL y se afora con alcohol etílico de 40° G.L.. Se pueden usar múltiplos de estas cantidades conservando las mismas concentraciones.

Disolución del estándar interno al 0.5 % m/v (1 g/200 mL) en alcohol etílico de 40° G.L.

Disolución del estándar interno al 0.1 % m/v, se ponen 20 mL de disolución de estándar interno al 0.5 % en un matraz volumétrico de 100 mL y se afora con alcohol etílico de 40° G.L.. Se pueden usar múltiplos de estas cantidades conservando las mismas concentraciones.

El estándar interno puede ser n-butanol, n-hexanol u otro alcohol que no se traslape con los componentes de la muestra.

Disoluciones del estándar interno y alcoholes isobutílico e isoamílico para muestras que contengan de 256 a 1300 mg de alcoholes isobutílico e isoamílico por 100 mL de alcohol anhidro (estas concentraciones corresponden a las disoluciones "A" y "E" respectivamente de la tabla 1). Disoluciones de trabajo A, B, C, D y E, para las curvas de calibración, véase la siguiente tabla.

TABLA 1

	1	2	3	4	5	6
Disolución	mg de estándar 100 mL	mg de isobuti- lico 100 mL	mg de isoa- mílico 100 mL	mL de disolu- ción al 0.5 % de alcoholes	mL de disolu- ción al 0.5 % de estándar	Relación alco- holes estándar Cas/Ce
A	150	50	50	10	30	0.33
B	150	100	100	20	30	0.67
C	150	150	150	30	30	1.00
D	150	200	200	40	30	1.33
E	150	250	250	50	30	1.67

En la tabla anterior las diluciones 4 y 5 se refieren a mL de las disoluciones al 0.5 % de los alcoholes isobutílico e isoamílico y del estándar que se deberán 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, 2 y 3 y la relación de concentraciones que se indican en la columna 6 que serán abscisas de las curvas de calibración, -- las ordenadas serán las relaciones de área del pico del alcohol por cuantificar isobutílico o isoamílico entre el área del pico del estándar.

Disolución de muestra estandarizada (a la que se adicionó estándar interno).

En un matraz volumétrico de 100 mL, se ponen 30 mL de estándar interno y se afora con la muestra preparada.

En caso de bebidas que contengan menos de 256 mg de alcoholes isobutílico e isoamílico por 100 mL de alcohol anhidro (esta concentración corresponde a la disolución "0" de la tabla 2), se elabora una -- curva de calibración equivalente a la de la tabla 1, pero cambiando las concentraciones de alcoholes-isobutílico e isoamílico y estándar interno, véase tabla 2:

Tabla 2

	1	2	3	4	5	6
Disolución	mg de estándar 100 mL	mg de isobu- tílico 100 mL	mg de isoami- lico 100 mL	mL de disolu- ción al 0.1% de alcoholes	mL de disolu- ción al 0.1 % de estándar	Relación alcoho- les/estándar Ca/Ce
A	3	1	1	1	3	0.33
B	3	2	2	2	3	0.67
C	3	3	3	3	3	1.00
D	3	4	4	4	3	1.33
E	3	5	5	5	3	1.67
F	8	4	4	4	8	0.50
G	8	6	6	6	8	0.75
H	8	8	8	8	8	1.00
I	8	10	10	10	8	1.25
J	8	12	12	12	8	1.50
K	30	10	10	10	30	0.33
L	30	20	20	20	30	0.67
M	30	30	30	30	30	1.00
N	30	40	40	40	30	1.33
O	30	50	50	50	30	1.67

En la tabla anterior las diluciones de las columnas 4 y 5 se refieren al volumen de las disoluciones - al 0.1 % de los alcoholes isobutílico e isoamílico y del estándar que se deberán 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, 2 y 3.

Aparatos y equipo

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 (computa-- dor).

Parámetros de operación recomendables

En cada caso deberán 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 y aumento lineal de 4-8 K (4-8 °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 disoluciones estándares, y curvas de número de platos teóricos - (N) contra velocidad lineal del gas o flujo. (Optimización por ecuación de VAN DEEMTER).

Los parámetros serán ajustados para obtener resolución óptima entre el alcohol isobutílico y cualquier componente más cercano y resolución óptima entre el alcohol isoamílico y cualquier componente más cer-- cano de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$R = \frac{2 \Delta T}{ac + cs} \quad \text{en donde}$$

R= Resolución

ΔT = Diferencia de tiempos de retención

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

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

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

Con la finalidad de obtener cromatogramas confiables deberán 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 y
- Repetibilidad de los cromatogramas

Columnas

Columna empacada. Especificaciones:

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

Longitud: 1.8-6.0 m

Diámetro interior: 2 mm aproximadamente

Relleno (empaquete): apropiado para obtener resolución mayor o igual a uno entre el alcohol a cuantificar y el componente más cercano.

Como empaque se recomienda entre otros el siguiente: Fase fija o líquida de partición polietilen glicol 1540 al 15 ó 20 %.

Soporte.- Tierra de Diatomeas blanca lavada con ácido y silanizada con tamaño de partícula entre -- las cribas MO.180 y FO.125 (80 y 120 ASTM).

Otras columnas

Se podrán emplear otras cuya resolución sea mayor o igual a uno entre el alcohol por cuantificar y el componente más cercano.

Fase móvil (gas acarreador) nitrógeno, helio o argón de alta pureza.

Hidrógeno prepurificado

Aire seco prepurificado

Jeringa de 5-10 µL

Pipeta o jeringa de 100-500 µL

Preparación de la muestra.

Cuando el extracto seco de la muestra exceda de 5 g/L se destila. Se admite el uso de precolumna en - cuyo caso no se requiere destilar.

Procedimiento

Se inyectan en el cromatógrafo de 1 a 5 microlitros de la disolución de muestra estandarizada y cada una de las soluciones estándar (A, B, C, etc., 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 alcohol por cuantificar y el componente más cercano sea mayor o igual a uno.

Expresión de resultados

Para que exista congruencia en la expresión de resultados entre el método químico y el método cromatográfico, en este último solamente incluirán las concentraciones de los alcoholes isobutílico e isoamílico, por lo que el contenido de alcoholes superiores (aceite de fusel), expresado en mg/100 mL de alcohol anhidro, se calcula como se describe a continuación:

Cálculos para el alcohol isobutílico

Cálculo de áreas y relaciones de áreas: Se calcula el área correspondiente al alcohol isobutílico (A_{ib}) y al estándar interno (A_e) en cada cromatograma de las disoluciones estándar (A, B, C, etc.), se divide el área del alcohol isobutílico entre el área del estándar interno y con los valores obtenidos se traza la curva de relación de concentraciones contra relación de áreas (columna 6 de la tabla que corresponda).

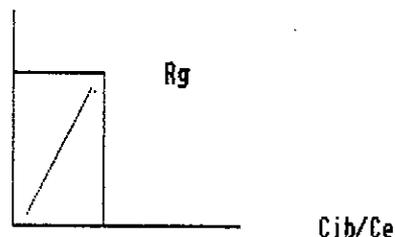
A_{ib} = Área del pico de alcohol isobutílico

A_{ib}/A_e

A_e = Área del pico del estándar

C_{ib} = Concentración del alcohol isobutílico

C_e = Concentración del estándar



Se calculan las áreas del alcohol isobutílico y del estándar interno en el cromatograma de la muestra estandarizada y se obtiene el valor de A_{ib}/A_e con el cual se localiza en la curva de calibración el valor C_{ib}/C_e .

Con el valor de C_{ib}/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 se puede calcular la concentración de alcohol isobutílico en la muestra (C_{ib}) con las siguientes fórmulas:

$C_{ib} = C_e * R_g$ en donde

C_{ib} = Alcohol isobutílico expresado en mg por 100 mL de muestra directa

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

R_g = Relación de C_{ib}/C_e obtenida en la curva de calibración

$$IB = \frac{Cib * FD * 100}{G.A.R.} \text{ en donde}$$

IB= Alcohol isobutílico expresado en mg por 100 mL de alcohol anhidro

G.A.R.= Grado alcohólico de la muestra a 293 K (20 °C) en la escala Gay Lussac

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

Cálculos para el alcohol isoamílico, se efectúa de la misma manera que para el alcohol isobutílico --
En los cálculos anteriores pueden hacerse utilizando alturas de pico en lugar de áreas (33, 37).

El método seguido en la valoración de los alcoholes superiores consiste en la extracción de los alcoholes con tetracloruro de carbono, su oxidación a ácidos con mezcla crómica y ya en forma de ácidos, su destilación y titulación con disolución valorada de sosa (7, 16).

6.- NMX-V-015-S-1980; Determinación de Acidez Fija

Equipo

Estufa de secado con regulador de temperatura

Baño María con regulador de temperatura

Cápsula de platino o porcelana de 50 o 100 mL

Cápsula de porcelana de 500 mL

Reactivos

Alcohol etílico neutro a la fenolftaleína, del mismo grado alcohólico que la muestra

Disolución de hidróxido de sodio 0.1 N

Disolución indicadora de fenolftaleína al 5 % en alcohol al 50 %

Preparación de la muestra

Se colocan de 25 a 50 mL de la muestra en una cápsula de platino o de porcelana y se evaporan a sequedad a baño María después se coloca en la estufa a una temperatura entre 100 y 105 °C durante 30 min.

Procedimiento

El residuo que queda en la cápsula se disuelve con varias porciones de alcohol neutro de más o menos el mismo grado alcohólico que la muestra, utilizando un volumen no mayor de 50 mL, se transfiere esta disolución a una cápsula de porcelana que contenga aproximadamente unos 250 mL de agua recientemente hervida, fría y neutralizada con solución de hidróxido de sodio 0.1 N utilizando solución de fenolftaleína como indicador.

La solución resultante, se titula con solución de hidróxido de sodio 0.1 N utilizando como indicador el agregado al agua para su neutralización, hasta un color rosa tenue.

Cálculos

$$A.F. = \frac{V * N * 60 * 100 * 100}{M \quad G.A.R.} \quad \text{en donde}$$

A.F. = Acidez fija, expresada en mg de ácido acético, por 100 mL, referidos a alcohol anhidro

V= Volumen de la disolución valorada de hidróxido de sodio gastados para la titulación de la muestra, en mL

N= Normalidad de la disolución valorada de hidróxido de sodio

60= Miliequivalente del ácido acético, en mg

M= Volumen de la muestra utilizada, en mL

G.A.R.= Grado alcohólico real de la muestra a 20 °C en la escala Gay-Lussac (20)

7.- NMX-V-016-S-1980; Determinación de Acidez Total

Reactivos

Disolución valorada de hidróxido de sodio 0.1 N

Disolución indicadora de fenolftaleína al 0.5 % en alcohol etílico al 50 %

Equipo

Cápsula de porcelana de 20 cm de diámetro

Pipeta serológica de 2 mL

Pipeta volumétrica de 25 mL

Bureta de 10 mL graduada en 0.05 de mL

Procedimiento

En una cápsula de porcelana se neutralizan aproximadamente 250 mL de agua recientemente hervida y fría utilizando disolución de hidróxido de sodio 0.1 N y unas gotas de solución de fenolftaleína como indicador, se agregan 25 mL de la muestra (de grado alcohólico real conocido) y se titula con disolución de hidróxido de sodio 0.1 N hasta aparición de un color rosa tenue.

Cálculos

$$A.T.= \frac{V * N * 60 * 100 * 100}{M * G.A.R.} \text{ en donde}$$

A.T.= Acidez total expresada en miligramos de ácido acético por 100 mL de muestra referidos a alcohol anhidro

V= Volumen de la disolución valorada de hidróxido de sodio consumido en la titulación de la muestra, en mL

N= Normalidad de la disolución de hidróxido de sodio utilizada en la titulación

60= Miliequivalente del ácido acético expresado en miligramos

M= Volumen de muestra empleada en la determinación en mL

G.A.R.= Grado alcohólico real (7, 8, 16, 20).

8.- NMX-V-017-1984; Determinación de extracto seco y cenizas

Equipo

Cápsula de porcelana de 50 o 100 mL de capacidad

Desecador

Parrilla con regulador de temperatura o lámpara de rayos infrarrojos

Baño María con control de temperatura

Balanza analítica

Estufa de desecación con control de temperatura

Mufla con control de temperatura

Procedimiento

Determinación de extracto seco

A una temperatura de 20 °C se toman de 5-50 mL (dependiendo del contenido de sólidos de la bebida de que se trate) de la muestra, se transfieren a la cápsula que se encuentra a peso constante y se evapora a sequedad en el baño María. A continuación se lleva la cápsula a la estufa a una temperatura de 95-100 °C hasta lograr peso constante, se deja enfriar en el desecador y se determina su peso, se deben de efectuar tres lecturas.

Determinación de Cenizas

La cápsula que contiene el residuo del extracto seco, se coloca en la mufla a una temperatura de 525 °C hasta obtener cenizas blancas, se retira la cápsula, se enfría y se humedecen las cenizas con agua, se secan en baño María y luego en la parrilla; se recalcinan en la mufla a 525 °C hasta obtener peso constante.

Cálculos

$$(ES) \text{ Extracto seco} = \frac{Pe - Pv}{V} * 10^3 \text{ en donde}$$

ES= Cantidad del extracto seco, expresado en g/L

Pe= Peso de la cápsula más extracto seco en g

Pv= Peso de la cápsula vacía en g

V= Volumen de muestra empleada en mL

El contenido de cenizas se calcula:

$$\text{Cenizas} = \frac{P_c * P_v}{V} * 10^6 \text{ en donde}$$

P_c = Peso de la cápsula más cenizas en mg/L

P_v = Peso de la cápsula vacía en g

V = Volumen de la muestra empleada en mL (7, 16, 20).

9.- NMX-V-021-1986; Determinación de Metanol

9.1 Método Químico

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

Reactivos y materiales

Disolución acuosa de ácido fosfórico 1:20

Disolución acuosa de permanganato de potasio 1:20

Disolución acuosa de bisulfito de sodio (NaHSO_3) 1:20

Disolución de ácido cromotrópico:

Se disuelven 50 mg de ácido cromotrópico o de su sal de sodio en 100 mL de ácido sulfúrico al 75 %

Acido sulfúrico concentrado

Bisulfito de sodio

Disolución acuosa al 5 % de la sal sódica del ácido cromotrópico (se debe filtrar si presenta turbiedad y se prepara por lo menos cada semana)

Disolución de permanganato de potasio en ácido fosfórico:

Se disuelven 3 g de permanganato de potasio con 15 mL de ácido fosfórico en un matraz volumétrico de 100 mL, se lleva al aforo con agua. Esta disolución se debe preparar por lo menos cada mes.

Alcohol etílico bidestilado.- Por destilación simple, eliminando 15 % de cabezas en cada una de las destilaciones y recolectando el 50 %.

Estas destilaciones se deben efectuar a una velocidad aproximada de 250 mL/30 min.

Aparatos y equipo

Matraz de destilación de 500 mL

Refrigerante tipo Liebig de 40 a 60 cm de longitud con el extremo inferior terminado en tubo y con la punta cortada en bisel.

Trampa de vapor

Matraces volumétricos de 50 mL

Pipetas volumétricas de 1 y 2 mL

Termómetro graduado de 273 a 373 (0 a 100 °C)

Baño María con regulador de temperatura

Baño de hielo

Espectrofotómetro

Equipo común de laboratorio

Preparación de la muestra

Se diluye la muestra a una concentración de alcohol entre 5 y 6 % en volumen y se usa para la prueba

Procedimiento

Método cualitativo (identificación del alcohol metílico)

En un tubo de ensayo se adicionan dos gotas de destilado, se agrega una gota de disolución de ácido fosfórico (1:20) y una gota de disolución de permanganato de potasio (1:20), se mezclan cuidadosamente y se deja reposar la mezcla durante un minuto.

Se agrega disolución acuosa de bisulfito de sodio (1:20), gota a gota, hasta que el color violeta del permanganato de potasio desaparezca. Si la mezcla toma coloración café se agrega una gota de disolución acuosa de ácido fosfórico (1:20); a la disolución incolora resultante, se agregan 5 mL de disolución de ácido cromotrópico recientemente preparado, y se calienta 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, se procede a cuantificar el metanol.

Método cuantitativo

Se colocan 2 mL de la disolución de permanganato de potasio en ácido fosfórico en un matraz volumétrico de 50 mL, se coloca en un baño de hielo, se adiciona 1 mL de la muestra diluida y fría, y se deja reposar 30 minutos en el baño de hielo.

Se decolora con un poco de bisulfito de sodio sólido y se agrega 1 mL de disolución de ácido cromotrópico al 5 %. Se agregan lentamente, gota a gota, 15 mL de ácido sulfúrico concentrado, se dejan resbalar por las paredes del matraz agitando constantemente, y se coloca en baño María entre 333 y 348 K (60 y 75 °C) durante 15 minutos. Se enfría y se adiciona con agitación agua hasta un volumen próximo al aforo, se enfría a una temperatura ambiente y se lleva al aforo con agua, se homogeniza y se deja reposar durante 5 minutos.

Se prepara un blanco en agua con alcohol etílico al 5.5 % en v/v y una solución patrón que contiene 0.025% en volumen de metanol en alcohol etílico al 5.5 % en volumen; se trata de igual manera que la muestra diluida, se lee la absorbancia de la solución patrón y de la muestra a 575 nm utilizando el blanco para el ajuste del espectrofotómetro.

Expresión de resultados

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

$$M = \frac{A}{A'} * 0.025 * FD * 0.790 * \frac{100}{G.A.R.} * 1000 \text{ en donde}$$

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

A= Absorbancia de la muestra

A'= Absorbancia de la disolución patrón de metanol

0.025= % de metanol en la solución patrón

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

G.A.R.= Grado alcohólico real de la muestra a 293 K (20 °C) en la escala Gay-Lussac

0.790= Densidad del metanol expresado en g/mL

9.2 Método cromatográfico ("Cromatografía de gases")

Fundamento

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 se eluyen en 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.

La cuantificación se efectúa por el método de estandarización interna.

Reactivos y materiales

Alcohol etílico de alta pureza y libre de metanol

Disolución de metanol al 0.5 % m/v (1 g/200 mL) en alcohol etílico de 40 °G.L.

Disolución de metanol al 0.1 % m/v. Se ponen 20 mL de disolución de metanol al 0.5 % en un matraz volumétrico de 100 mL y se afora con alcohol etílico de 40 °G.L., se pueden usar múltiplos de estas cantidades conservando las mismas concentraciones.

Disolución de estándar interno al 0.5 % m/v (1 g/200 mL) en alcohol etílico de 40 °G.L.

Disolución de estándar interno 0.1 % m/v. Se ponen 20 mL de disolución de estándar interno al 0.5 % en un matraz volumétrico de 100 mL y se afora con alcohol etílico de 40 °G.L., se pueden usar múltiplos de estas cantidades conservando las mismas concentraciones.

El estándar interno puede ser n-butanol, n-hexanol, u otro alcohol que no se traslape con los componentes de la muestra.

Disoluciones de estándar interno y metanol para muestras que contengan 128 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 la siguiente tabla:

Tabla 1

	1	2	3	4	5
Disolución	mg de estándar 100 mL	mg de metanol 100 mL	mL de disolución al 0.5 % de me- tanol	mL de disolución al 0.5 % de es- tándar	Relación metanol -estándar Cm/Cs
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 al volumen de las soluciones al 0.05% de metanol y del estándar, que se deberán 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 concentra-- ciones que se indican en la columna 5 que serán abscisas de la curva de calibración; las ordenadas se rán las relaciones de área del pico de metanol entre el área del pico del estándar.

Solución de muestra estandarizada (Adicionado de estándar interno)

En un matraz volumétrico de 100 mL, se ponen 30 mL de estándar interno y se afora con la muestra pre- parada.

En caso de bebidas que contengan menos de 128 mg de metanol por 100 mL de alcohol anhidro, se traza - una curva de calibración equivalente a la de la tabla 1 pero cambiando las concentraciones de metanol y estándar interno. Véase tabla 2:

Tabla 2

Disolución	1	2	3	4	5
	mg de estándar 100 mL	mg de metanol 100 mL	mL de disolución al 0.1 % de me- tanol	mL de disolución al 0.1 % de es- tándar	Relación metanol -estándar Cm/Cs
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 al volumen de las soluciones al 0.1% de metanol y del estándar interno que se deberán 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.

Aparatos y equipos

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

Parámetros de operación recomendables

En cada caso deberán optimizarse de acuerdo a la situación geográfica y al aparato, la temperatura de la columna isotérmica 423 K \pm 10 K (150 °C \pm 10 °C) o programada de; inicial 343 K (70 °C) de cero a - cuatro y aumento lineal de 4-8 K (4-8 °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 estándar, y curvas de número de platos teóricos (N) - contra velocidad lineal del gas o flujo. (Optimización por ecuación VAN DEEMTER).

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

$$R = \frac{2 \Delta T}{a_m + a_e} \quad \text{en donde}$$

R= Resolución

ΔT = Diferencia de tiempos de retención

a_m = Amplitud del pico en la base correspondiente al metanol

a_e = Amplitud del pico en la base correspondiente al etanol

Nota: Las unidades de ΔT , a_m y a_e deberán ser las mismas

Con objeto de obtener cromatogramas confiables deberán 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

Columnas

Columna empacada. Especificaciones:

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

Longitud: 1.8-6.0 m

Diámetro interior: 2 mm aproximadamente

Se recomienda entre otros el siguiente: Fase fija o líquida de partición polietilen glicol 1540 al 15 ó 20 %.

Soporte.- Tierra de Diatomaceas blanca lavada con ácido y silanizada con tamaño de partícula entre -- las cribas MO.180 y FO.125 (80 y 120 ASTM).

Otras columnas

Se podrán emplear otras columnas cuya resolución sea mayor o igual a uno entre el metanol y el etanol.

Fase móvil (gas acarreador) nitrógeno, helio o argón de alta pureza:

Hidrógeno prepurificado

Aire seco prepurificado

Jeringa de 5-10 µL

Pipeta o jeringa de 100-500 µL

Preparación de la muestra.

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

Procedimiento

Se inyecta en el cromatógrafo de 1 a 5 microlitros de la solución de muestra estandarizada y cada una de las soluciones estándar (A, B, C, etc., 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.

Expresión de resultados

Curva de calibración

Cálculo de áreas y relaciones de áreas: Se calcula el área correspondiente al metanol (A_m) y al estándar interno (A_e) en cada cromatograma de las soluciones estándar (A, B, C, etc.), se divide el área del etanol entre el área del estándar interno y con los valores obtenidos, se traza la curva de relación de concentraciones contra relación de áreas (columna 5 de la tabla que corresponda)

A_m = Área del pico del metanol

A_e = Área del pico del estándar

C_m = Concentración del metanol

C_e = Concentración del estándar

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

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 se puede calcular la concentración de metanol en la muestra (C_m) con las siguientes fórmulas:

$C_m = C_e * R_g$ en donde

C_m = metanol expresado en mg por 100 mL de muestra directa

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

R_g = Relación de C_m/C_e obtenida en la curva de calibración

$M = \frac{100}{G.A.R} * C_m * FD$ en donde

M = Grado Alcohólico real de la muestra 293 K (20 °C) en la escala Gay-Lussac

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

Los cálculos anteriores pueden hacerse utilizando alturas de picos en lugar de áreas (3, 7, 34, 37).

Análisis de componentes volátiles (metanol).

La identificación de los componentes volátiles de las bebidas alcohólicas se realiza por medio de sus tiempos de retención y por el método de adición.

Los componentes volátiles que se pueden analizar son: metanol, ésteres, alcoholes superiores, aldehidos, ácidos grasos.

Las condiciones cromatográficas son:

TEMP. INV.: 75 °C

TEMP. DET. FID.: 140 °C

FLUJO A, B: N₂, 50 mL/min.

TEMP. HORNO INICIAL: 50 °C

TIEMPO INICIAL: 4 min.

VEL. INICIAL: 4 °C/min.

TEMP. FINAL: 120 °C

TIEMPO FINAL: 25 min.

ATENUACION: x40 xK

CANT. MUESTRA: 5 µL

VEL. CART: 5 mm/min.

COLUMNA: Carbowax 1540, 15% Chrom. W AW HMDS 80/100 # s.s. 5 m 1/8".

Anteriormente la determinación cromatográfica se hacía para cada elemento, en la actualidad se propone que se haga en una sola corrida para varios componentes (3, 20, 21, 26, 27, 28).

10.- NMX-V-026-1986; Determinación de Acidez Volátil

Reactivos

Solución de hidróxido de sodio 0.1 N

Solución indicadora de fenolftaleína al 5 %, en alcohol en agua al 50 %

Equipo

Aparato para destilar por arrastre de vapor

Matraz Erlenmeyer de 500 mL

Pipeta volumétrica de 25 mL

Preparación de la muestra

Se elimina el CO_2 disuelto en aproximadamente 50 mL de muestra y se lleva a ebullición constante bajo un condensador de aire y se enfría.

Procedimiento

Se colocan 600 mL de agua hervida en la cámara exterior del matraz, se toman 25 mL de muestra libre de CO_2 con pipeta y se introduce en la cámara interior del matraz y se tapa. Se calienta por 3 minutos con el escape de vapor abierto. Se cierra el escape y se destilan 300 mL en un matraz Erlenmeyer de 500 mL.

Se agregan unas gotas de solución de fenolftaleína y se titula rápidamente con solución valorada de hidróxido de sodio 0.1 N, hasta que el color rosado persista por 15 seg.

La acidez volátil expresada como g de ácido acético por cada 100 mL, se calcula con la fórmula siguiente:

$\text{g de ácido acético / mL} = V_1 \times N_1 \times 0.06 \times 40$ en donde

V_1 = Volumen de hidróxido de sodio utilizado en la titulación

N_1 = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio valorada.

También para calcular la acidez volátil se utiliza la siguiente ecuación:

$A.V. = A.T. - A.F.$ en donde

A.V. = Acidez volátil, expresada en mg de ácido acético por 100 mL, referidos a alcohol anhidro

A.T. = Acidez total, expresada en mg de ácido acético por 100 mL

A.F. = Acidez fija, expresada en mg de ácido acético por 100 mL (7, 8, 16, 20).

La acidez total, acidez volátiles se pueden determinar colorimétricamente (29).

Alcalinidad total

Las cenizas de la muestra se humedecen con agua y se agrega un exceso medido de ácido sulfúrico y una gota de peróxido de hidrógeno, se calienta la mezcla, se enfría, se añade una gota de anaranjado de metilo, se sobresatura con una cantidad medida de hidróxido de sodio y se valora con ácido sulfúrico hasta cambio de color del anaranjado de metilo (7).

11.- NMX-U-032-S-1980; Determinación de Densidad Relativa

Densidad (Método del Picnómetro)

Equipo

Picnómetro de 25 mL

Termómetro de 0-100 °C

Estufa

Balanza analítica

Procedimiento

Se pesa el picnómetro limpio y seco a la temperatura ambiente (P). Se lleva al aforo con la muestra.- El picnómetro limpio y seco se lleva al aforo con agua destilada, cuidando que no haya burbujas de -- aire (P₁). Se pesa a la temperatura de 15 °C.

Cálculo

$$D = \frac{M-P}{P_1-P} \text{ en donde}$$

D= Densidad del alcohol a 15 °C expresada en g/mL

P= Peso del picnómetro seco expresado en g

M= Peso del picnómetro con muestra expresado en g

P₁= Peso del picnómetro con agua expresado en g (20).

12.- NMX-U-044-1972; Etiquetado o rotulación de bebidas alcohólicas

Menciona las características de la etiqueta, envasado, embalaje y manejo (35).

13.- NOM-V-31-1990. Aguardiente de caña "Charanda"

Definiciones:

Charanda

Es el aguardiente de caña obtenido exclusivamente en los municipios de Uruapan, Ziracuaretiro y Tere-
tan del Estado de Michoacan.

Aguardiente de caña

Es la bebida alcohólica destilada, obtenida por fermentación principalmente alcohólica de mostos pre-
parados de jugo de caña de azúcar (guarapo), concentrado de éste (meladura, piloncillo) o mieles in-
cristalizables (melaza), y destiladas en alambique de olla o columna, siempre y cuando no se elimine-
durante su destilación los componentes que condicionan las características de esta bebida.

Clasificación

La charanda por su color y su permanencia en barricas se clasifica en:

Charanda

Charanda Dorado

Charanda añejo o añejado

Especificaciones

La Charanda debe cumplir con las siguientes especificaciones:

Sensoriales

color	incoloreo o ámbar
olor	característico
sabor	característico

Físicas y químicas

	Mínimo	Máximo
Grado alcohólico real, % de alcohol en volumen en la escala Gay Lussac a 288 K (15 °C)	38.0	55.0
Extracto seco g/dm ³	0.00	20.0
Cenizas g/dm ³	0.002	1.5
Azúcares reductores totales (referidos a glucosa g/dm ³)	0.0	15.0

Valores expresados en mg/100 mL de alcohol anhidro:	Mínimo	Máximo
Acidez total (como ácido acético)	5.0	50.0
Aldehídos (como aldehído acético)	0.0	20.0
Esteres (como acetato de etilo)	5.0	50.0
Alcoholes superiores (como aceite de fusel) expresado como alcohol amílico	20.0	200.0
Metanol (método colorimétrico)	0.0	7.5
Furfural	0.0	2.0

14.- NOM-142-SSA1-1995. Bienes y servicios. Bebidas alcohólicas. Especificaciones sanitarias. Etiquetado sanitario y comercial.

Especificaciones sanitarias.

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

Especificaciones	Limite máximo Valores expresados en mg/100 mL de alcohol anhidro.
Metanol	300
Aldehidos	40
Furfural	4
Alcoholes superiores (como aceite de fusel o alcoholes de peso molecular superior al alcohol etilico, expresado como alcohol amilico)	500

Contaminación por metales pesados y metaloides.

Especificaciones	Limite máximo (g/L)
Cobre	2.0
Plomo	0.5
Arsénico	0.5
Zinc	1.5

3.- Discusión y conclusiones

Existe normatividad para el control de calidad de: Ron, Vodka, Whisky, Vermouth, Mezcal, Habanero, Sida gasificada, Malta clara cervecera, Vino, Ginebra, Aguardiente, Rompope, Brandy, Vinos generosos y Pulque, que son bebidas alcohólicas que tienen la posibilidad de contener metanol y en las normas se marca el límite máximo permisible variable que va desde 0 hasta 300 mg/100 mL de alcohol anhidro.

Inclusive la norma de charanda publicada en el Diario Oficial de la Federación, NOM-5-31-1990, del lunes 22 de octubre de 1990, menciona que la Charanda es un aguardiente de caña producido en Uruapan, Ziracuaretiro y Teretan del estado de Michoacan, los valores fijados para los diferentes parámetros controlados, incluyendo el metanol son menores que los de la norma de Ron (0 min., 7.5 max. mg/100 mL) de alcohol anhidro.

Es de hacerse notar que en la Dirección General de Normas de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial no se contempla la norma de charanda.

Por otra parte en las normas se mencionan técnicas como: espectrofotometría, cromatografía de gases, no obstante existen otras técnicas de determinación de metanol como la técnica refractométrica y otras técnicas colorimétricas, las de Schiff-Elvoves y Schryver (3).

Se requeriría implementar e implantar un programa de verificación de calidad del aguardiente, tanto por el productor como por la autoridad, para confirmar que se está cumpliendo con la norma y que la bebida no daña, respecto al contenido de metanol.

4.- Glosario

Gay-Lussac (grado)- Se denominaba grado Gay-Lussac a la cantidad de alcohol, en volumen contenido en 100 mL de una mezcla hidro-alcohólica a 15 °C, o sea una cantidad de mililitros de alcohol contenidos en 100 mililitros del producto a 15 °C (4). Actualmente de acuerdo a la NMX-V-13-1993-SFI, la temperatura es de 20 °C.

Proof- Es el número que indica la concentración de etanol en una bebida y es equivalente al doble de los grados Gay-Lussac (23)

Dunder- El dunder es el producto del fondo de una columna de destilación, es rico tanto en nutrientes de levaduras como en ácidos (9).

Aceite de fusel- Producto secundario de la destilación del vino que ocurre en una proporción de 0.3 a 0.7% del alcohol etílico producido. Consiste en una mezcla de compuestos químicos cuyos principales constituyentes son los alcoholes amílico e isoamílico, también ocurre la presencia de alcohol isobutílico y el alcohol propílico en menor proporción.

Brix (grado)- El grado brix es el porcentaje de sacarosa en peso que contiene una solución de azúcar puro. Es costumbre considerar que el brix es un porcentaje de sólidos totales disueltos en una solución azucarada, lo que no es correcto.

Levadura- Vegetal inferior, no clorofilado, que se produce por gemación, brote o esporas. Es un hongo que constituye el agente bioquímico de la fermentación alcohólica. Existen diversas especies de levaduras, de las cuales entre las más importantes, según el punto de vista de la industria del alcohol, se encuentran las sacaromices y las equizosacaromices.

Vinaza- Residuo líquido resultante de la destilación del vino, o sea el vino de donde se retiró el alcohol. Normalmente es producido a razón de 12 a 16 litros, por litro de alcohol. También se le conoce con los nombres de jarabe, tiborna, guarapo o caxixi (4).

Amaurosis- "oscurecerse", debilidad de la vista.

Lipotimia- Desvanecimiento.

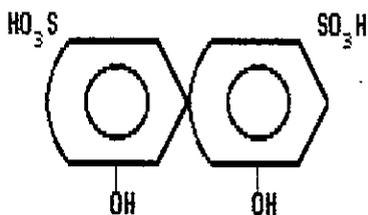
Analéptico- Que eleva, estimula, excita.

Hipotensión- Disminución de la presión arterial.

Hipertermia- Aumento de la temperatura (5, 41)

Nosto- Es el medio de cultivo obtenido del jugo de caña (guarapo), o por dilución de sus concentrados (meladura, piloncillo), o de mieles incristalizables (melaza), con los nutrimentos que hacen posible la fermentación mediante la acción de levaduras del género y especie *S. cerevisiae*.

Ácido cromotrópico-



5.- BIBLIOGRAFÍA

1.- George, H.

Elaboración Artesanal de Licores.

Editorial Acribia, S.A.

Zaragoza (España), (1989).

2.- INEGI (Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática).

Encuesta Industrial Mensual.

Resumen Anual 1993, 1994, 1995, Mensual 1996, 1997

México.

3.- Casais, M. M.; Falcón, F. J. T; Hardisson de la Torre, A.; Sierra, L. A. y Wildpret, D. L. M.; Determinación de alcohol metílico en vinos, bebidas destiladas y alcoholes de consumo ordinario en las Islas Canarias; Alimentaria. 153, 53-6 (1984)

4.- Gerneck, H. A.

Fermentación Alcohólica.

GEPLACEA (Grupo de países Latinoamericanos y del Caribe exportadores de azúcar).

México (1990).

5.- Goodman, A. G.; Rall, T. W.; Nies, A. S. y Taylor, P. (Goodman y Gilman Eds.)

Las bases farmacológicas de la terapéutica.

8ª. Ed.

Editorial Médica Panamericana.

México (1993).

6.- Prescott, S. C. y Dun, C. G.

Microbiología Industrial.

2ª. Ed.

Aguilar.

Madrid (España), (1952).

7.- Xandri, J. M. T.

Elaboración de Aguardientes Simples Compuestos y Licores.

Salvat.

España (1958).

- 8.- Valear, P.; Foreign and Domestic Rum; Industrial and Engineering Chemistry. 29 [9], 988-1001 ---- (1937).
- 9.- Kampen, W. H. (Remes, A. Q.; Traductor); Tecnología de la Industria del Ron; Bebidas Mexicanas. - 4 [1], 16-22 (1995).
- 10.- Macroe, R.; Robinson, R. K. and Sadler, M. J. (Eds.)
Encyclopaedia of Food Science Food Technology and Nutrition
V: 6
Rum
Pags. 3941-6
Academic Press
London (1993)
- 11.- García, B. I.; Los trapiches azucareros en la región de Córdoba, Veracruz; Universidad Veracruzana; Córdoba, Veracruz; 1987.
- 12.- Hernández, G. E. A.; Anteproyecto para la instalación de una fábrica de Ron; Escuela de Ingeniería Química; U. A. P., México, (1973).
- 13.- Aragón, C. H. L. y Vargas, C. U.; Anteproyecto de una planta productora de piloncillo y aprovechamiento de sus subproductos en Tepechicotlán Estado de Guerrero; Facultad de Química, U. N. A. M., - México, (1973).
- 14.- Aguilar, T. R.; Metodología para la calificación del mascabado; U. A. P.; México.
- 15.- Guerrero, B. J. L. y Gómez, C. A.
Fábrica de alcohol
Pags. 2-20
FINASA (Financiera Nacional Azucarera S. A.), Gerencia Técnica de Fábrica
México (1980)
- 16.- Cervera, F. E.; Control en la producción de aguardiente de piloncillo en la Madrileña, S. A.; -- E. N. C. Q., U. N. A. M., México, (1963).

- 17.- Morua, N. L. E.; Anteproyecto de una planta para la elaboración de aguardiente de, ron y ginebra en la República de Costa Rica, C. A.; F. C. Q., U. N. A. M, México, 1965.
- 18.- Cervantes, A. D.; Importancia y forma de aplicar el control químico en la elaboración de aguardiente para ron; E. N. C. Q., U. N. A. M., México, 1957.
- 19.- Fahrasmane, A.; Parfait, C.; Jauret, C. and Galzy, P.; Production of Higher alcohols and short - chain fatty acids by different yeasts used in rum fermentation; Journal of Food Science 50 [5], 1427-1430, 1436 (1985).
- 20.- Juárez, M. A. R.; y Rodriguez, R. P.; Obtención de una bebida alcohólica a partir del aguamiel - y comparada con bebidas comerciales, Facultad de Química, U. N. A. M., México, 1992.
- 21.- Pompa, S. U.; Aplicación de la cromatografía de gases para la caracterización de bebidas alcohólicas, Facultad de Química, U. N. A. M., México, 1986.
- 22.- Cartas, H.J.J.B.; Hernandez, P.J.A.; Obero, N.M.; Determinación de algunos elementos en diferentes bebidas alcohólicas por los métodos: Colorimetría, Absorción Atómica y flamometría, Facultad de - Química, U.N.A.M., México, 1977.
- 23.- Galignani, M.; Garrigues, S.; and de la Guardia, M .; Direct determination of ethanol in all ty pes of alcoholic beverages by near-infrared derivative spectrometry; Analyst 118 [4], 1167-73 (1993).
- 24.- Alvarez-Nazario, F.; Rapid check on proof of rums; J. Assoc. Anal. Chem. 64 [4], 792-3 (1981).
- 25.- Dyer, R. H.; Determination of ethyl carbamate (urethane) in alcoholic beverages using capillary - gas chromatography with thermal energy analyzer detection: collaborative study; Journal of AOAC Inter national 77 [1], 64-6 (1994).
- 26.- Masuda, M.; Yamamoto, M. and Asakura, Y.; Direct gas chromatographic analysis of fusel, fatty -- acids and esters of distilled alcoholic beverages; Journal of Food Science 50 [1], 264-5 (1985).
- 27.- Herranz, A.; de la Serna, P.; Barro, C. and Martin-Alvarez, P. J.; Multivariate statistical me-- thods applied to the differentiation of rum brands; J. Sci. Food Agric. 51, 555-60 (1990).

- 28.- Villalon, M.M.; López García, S.H. y López, M.M.C.; Etude des constituants des rhums par chromatographique en phase gazeuse: controle de qualité; Analisis 16, (6) 341-5 (1988).
- 29.- Sing, S.Ch.; Smadja, J.; Gaydou, E.M.; y Conan, J.V.; Différenciation des rhums de la Réunion a partir des méthodes officielles d'analyse; Analisis 22 332-9 (1994).
- 30.- NMX-U-002-1983; Bebidas Alcohólicas Destiladas, Ron; SECOFI, México
- 31.- NMX-U-004-1970; Bebidas Alcohólicas Destiladas, Determinación de Furfural; SECOFI, México
- 32 - NMX-U-13-1993-SFI; Bebidas Alcohólicas; Determinación del porciento de alcohol en volumen (%vol-20 °C) a 20 °C, SECOFI, México.
- 33.- NMX--U-014-1986; Bebidas Alcohólicas Destiladas; Determinación de Alcoholes Superiores (Aceite de Fusel), SECOFI, México.
- 34.- NMX-U-021-1986; Bebidas Alcohólicas Destiladas; Determinación de Metanol; SECOFI, México.
- 35.- NMX-U-044-1972; Etiquetado o rotulación de bebidas alcohólicas.
- 36.- NOM-U-31-1990; Bebidas Alcohólicas Destiladas; Aguardiente de Caña "Charanda"; Lunes 22 de octubre de 1990; Diario Oficial de la Federación, México.
- 37.- NOM-142-SSA1-1995; Bebidas Alcohólicas. Especificaciones sanitarias. Etiquetado sanitario y comercial; miercoles 9 de julio1997; Diario Oficial de la Federación, México.
- 38.- Orozco, D. F.
Análisis Químico Cuantitativo.
16^a. Ed.
Porrúa S.A.
México (1985).
- 39.- Willard, H.H.; Merritt, L.L. Jr.; Dean, J.A.
Métodos Instrumentales de Análisis.
CECSA.
México (1981).

40.- Guadarrama G., M.B.; Industrialización de Desechos de la Vinificación y Evaluación Sensorial de Vinos Cosechas 76⁷-78⁷, Facultad de Química (U.N.A.M.), México, (1983)

41.- Segatore, L.; Pol, G.

Diccionario Medico.

5^a. Ed.

Editorial Teide.

Barcelona (España), (1978).