

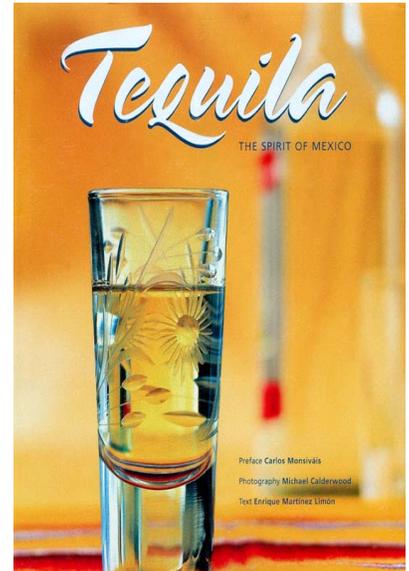
Pruebas Colorimétricas para Asegurar la Calidad del Tequila

El tequila es, sin lugar a duda una de las bebidas alcohólicas más reconocidas y representativas de México, es producido a partir del agave cuando éste se procesa a través de diferentes procesos físicos y químicos.

La industria tequilera hoy en día tiene gran importancia en nuestro país debido al incremento de producción y ventas de tequila en la última década a nivel nacional e internacional.

El tequila debe ser sometido a estrictas pruebas del control de calidad ya que es un producto de consumo humano, por lo cual las empresas tequileras han implementado metodologías para garantizar su inocuidad.

En esta edición hablaremos de algunas pruebas de control de calidad que se realizan al tequila y que son evaluadas con la técnica analítica de espectrofotometría de región visible, así como el aseguramiento metrológico que debe considerarse como requisito de calidad. Este trabajo de aseguramiento de la calidad de las mediciones fue realizado por el laboratorio de MetAs-Óptica en colaboración con el Ing. Adrián Iñiguez del laboratorio de metrología de Casa Herradura (Brown Forman Tequila México).



Apasionados por la Metrología

La Guía MetAs, es el boletín electrónico de difusión periódica de MetAs & Metrologos Asociados.

En *La Guía MetAs* se presentan: noticias de la metrología, artículos e información técnica; seleccionada por nuestros colaboradores, que deseamos compartir con Usted, colegas, usuarios, clientes, estudiantes, amigos y en fin, con todos aquellos interesados o relacionados con la metrología técnica e industrial.

Antonio Caso # 246. Colonia: Centro
49 000, Cd. Guzmán, Zapotlán El Grande, Jalisco, México
Teléfono & Fax: +52 (341) 4 13 61 23 multi-línea
E-mail: laguiametas@metas.mx. Web: www.metas.com.mx

Servicios Metrológicos:

Laboratorio de Calibración:

Presión, Alto Vacío, Temperatura, Humedad, Eléctrica, Vibraciones, Masa, Densidad, Volumen, Óptica y Dimensional

Ingeniería:

Selección de Equipos, Desarrollo de Sistemas de Medición y Software, Reparación y Mantenimiento

Gestión Metrológica:

Subcontratación de Servicios, Outsourcing, Selección de Proveedores, Confirmación Metrológica

Consultoría:

Capacitación, Entrenamiento, Asesoría, Auditorías, Ensayos de Aptitud, Sistemas de Calidad

GENERALIDADES

La materia prima para la elaboración del tequila es una planta denominada agave azul (*tequilana weber*) que se cultiva en determinados estados de la República Mexicana, siendo el estado de Jalisco el mayor productor, y solamente en algunos municipios de Guanajuato; Michoacán; Nayarit y Tamaulipas [4].

El tequila [1] es una bebida alcohólica regional obtenida por destilación de mostos, preparados directa y originalmente del material extraído, en las instalaciones de la fábrica de un productor autorizado la cual debe estar ubicada en el territorio comprendido en la declaración, derivados de las cabezas de agave tequilana weber variedad azul, previa o posteriormente hidrolizadas o cocidas, y sometidos a fermentación alcohólica con levaduras, cultivadas o no, siendo susceptibles los mostos de ser enriquecidos y mezclados conjuntamente en la formulación con otros azúcares hasta en una proporción no mayor de 49 % de azúcares reductores totales expresados en unidades de masa, en los términos establecidos por esta NOM (Norma Oficial Mexicana) y en la inteligencia que no están permitidas las mezclas en frío. El tequila es un líquido que, de acuerdo a su clase, es incoloro o coloreado cuando es madurado o cuando es abocado sin madurarlo.

Las operaciones unitarias más importantes que ocurren en el proceso de elaboración del tequila, (ver figura 1) son las siguientes: jima, hidrólisis, extracción, formulación, fermentación, destilación, maduración, filtración y envasado; que a continuación se describen brevemente:

Jima [1]: Acción que consiste en separar de la piña las pencas de agave.

Hidrólisis [1]: Procedimiento químico, térmico, enzimático o la combinación de los anteriores, con el propósito de desdoblar los carbohidratos principalmente la inulina presentes en el agave, para obtener azúcares simples aptos para ser fermentados.

Extracción [1]: Procedimiento mecánico, físico, químico, biológico o combinación de los anteriores que permite la separación de los azúcares o carbohidratos del agave.

Formulación [1]: Etapa previa al proceso de fermentación en donde se preparan los mostos para tener condiciones adecuadas de fermentación y en su caso, para cumplir con el contenido de 51 % en masa de azúcares reductores procedentes del agave.

AGAVE
AZUL
(Tequilana
Weber)

Fermentación ^[1]: Es la transformación de los azúcares de origen vegetal, en alcohol etílico y bióxido de carbono, con la formación de otros compuestos que contribuirán a las características sensoriales finales del Tequila.

Destilación ^[1]: Es la separación de los constituyentes de una mezcla líquida por vaporización parcial de la misma y recuperación de los vapores y residuos; es decir la separación de una mezcla de sustancias en donde se fraccionan las volátiles de un residuo no volátil. La destilación alcohólica está basada en que el alcohol etílico siendo más ligero que el agua, vaporiza a una temperatura menor que el punto de ebullición del agua, los vapores que suben pueden ser condensados y convertidos a forma líquida con un alto contenido alcohólico.

Maduración ^[1]: Transformación lenta del producto que le permite adquirir características sensoriales adicionales, obtenidas por procesos fisicoquímicos que en forma natural tienen lugar durante su permanencia en recipientes de madera de roble o encino.

Filtración ^[1]: Proceso de separación de partículas sólidas presentes en el Tequila, a través de un medio filtrante.

Envasado ^[1]: Acción de introducir o colocar cualquier material o producto en los recipientes que lo han de contener con la finalidad de conservarlo, proteger su estabilidad física y química y comercializarlo.

Operación
Unitaria:
Parte de un
Proceso de
Transformación

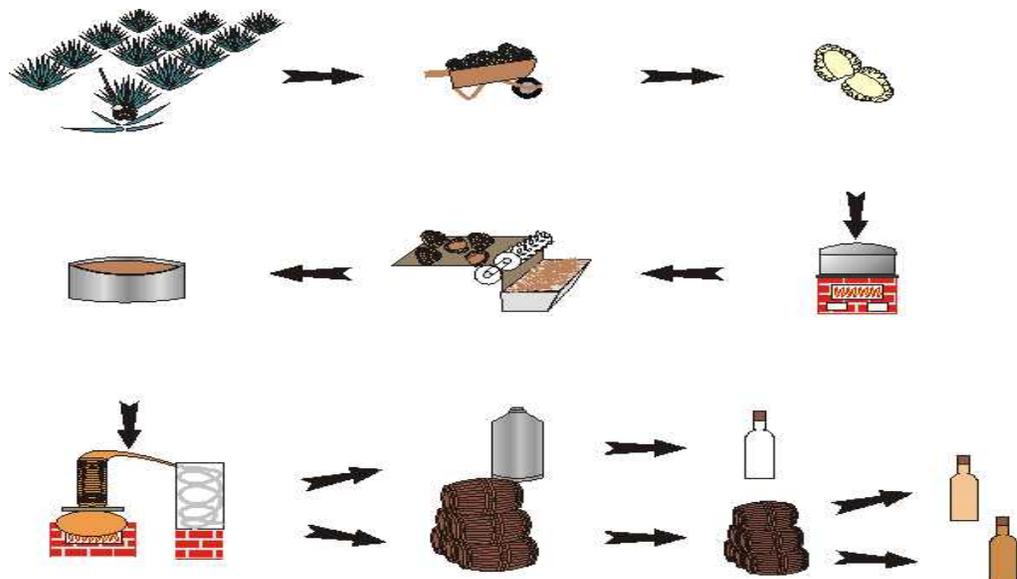


Figura 1. Pasos en la elaboración del Tequila.

Clases de tequila

Existen diferentes clases de tequila:

a) De acuerdo al porcentaje de azúcares provenientes del agave, el tequila se clasifica en:

- ▣ Tequila 100 % de agave;
- ▣ Tequila.

b) De acuerdo al tratamiento que se le da al tequila posterior a la destilación, se tienen:

- ▣ Tequila Blanco o Plata;
- ▣ Tequila Joven u Oro;
- ▣ Tequila Reposado;
- ▣ Tequila Añejo;
- ▣ Tequila Extra Añejo.

TEQUILA
100% AGAVE
=
TEQUILA
100 % PURO
DE AGAVE



Figura 2. Diferentes tipos de Tequila.

PRUEBAS DE CONTROL DE CALIDAD

Control de calidad del tequila ^[1]

De conformidad con la ley, el productor 'autorizado' y el envasador de tequila 'aprobado', deben mantener sistemas de control de calidad compatibles con las normas aplicables y las buenas prácticas de fabricación. Asimismo, deben verificar sistemáticamente el cumplimiento de las especificaciones contenidas en esta NOM, utilizando equipo suficiente y adecuado de laboratorio, así como los métodos de prueba apropiados, llevando un control estadístico de la producción y envasado que objetivamente demuestre el cumplimiento de dichas especificaciones.

En la tabla 1 se tienen las especificaciones fisicoquímicas de acuerdo a la Norma Oficial Mexicana de Bebidas Alcohólicas – Tequila- Especificaciones. (NOM-006-SCFI-2005).

Parámetros	Tequila Blanco		Tequila Joven u oro		Tequila Reposado		Tequila Añejo		Tequila Extra Añejo		Método de ensayo o prueba
	MIN	MAX	MIN	MAX	MIN	MAX	MIN	MAX	MIN	MAX	
Contenido alcohólico a 293 K (% Alc. Vol.)	35	55	35	55	35	55	35	55	35	55	NMX-V-013 -NORMEX
Extracto seco (g/l)	0	0,3	0	5	0	5	0	5	0	5	NMX-V-017 -NORMEX
Valores expresados en alcohol Anhidro											
Alcoholes superiores	20	500	20	500	20	500	20	500	20	500	NMX-V-005 -NORMEX
Metanol	30	300	30	300	30	300	30	300	30	300	NMX-V-005 -NORMEX
Aldehídos	0	40	0	40	0	40	0	40	0	40	NMX-V-005 -NORMEX
Esteres	2	200	2	200	2	250	2	250	2	250	NMX-V-005 -NORMEX
Furfural	0	4	0	4	0	4	0	4	0	4	NMX-V-004 -NORMEX

Tabla 1. Especificaciones fisicoquímicas del tequila.

Mensurandos:
Absorbancia
y
Transmitancia

Pruebas colorimétricas de control de calidad en el tequila

Las pruebas colorimétricas consisten en la evaluación del color que desarrolla el tequila, utilizando la técnica analítica de espectrofotometría visible (región de 380 nm a 780 nm del espectro electromagnético) con la medición de transmitancia y u o absorbancia a longitudes de onda específicas, ver figura 3.

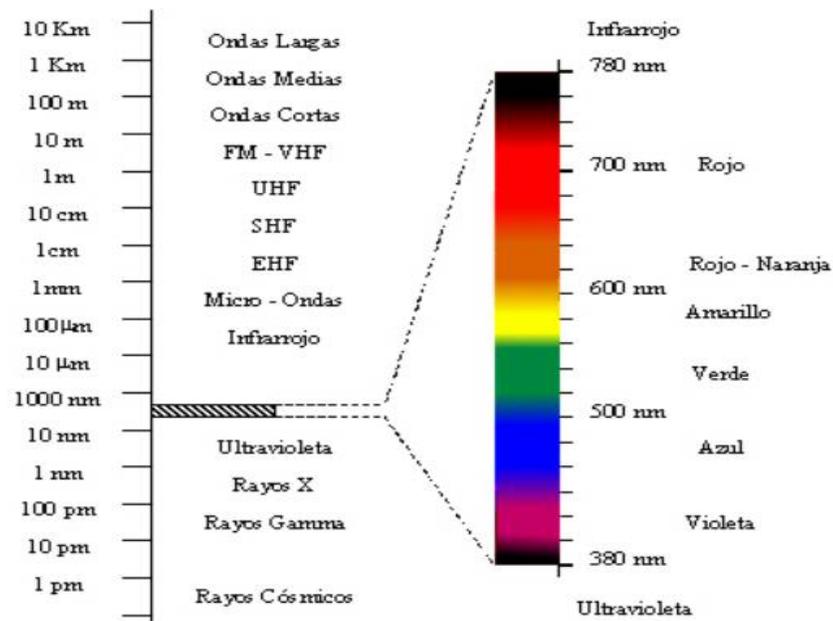


Figura 3. Regiones del espectro electromagnético.

Existen diferentes pruebas colorimétricas que se realizan en el tequila, pero las más comunes debido a su importancia son:

1. Determinación de furfural;
2. Evaluación de color.

1. Determinación de furfural

Como se puede observar en la tabla 1, el parámetro de furfural está dentro de las especificaciones bajo norma, donde existen tolerancia máxima y mínima por lo que representa una prueba crítica.

Furfural ^[3]: (C₅H₄O₂), aldehído aromático; en estado puro es un líquido aceitoso incoloro, que expuesto al aire rápidamente cambia a color amarillo, presenta un riesgo de toxicidad en alta concentración.

Este compuesto orgánico está presente en el tequila; se forma de la deshidratación de las pentosas en medio ácido y con calor. Su concentración varía de acuerdo al tipo de bebida, al tipo de destilación y a las reacciones que presente su proceso de añejamiento.

El método de prueba se basa en la determinación colorimétrica del compuesto 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 minutos a 20 °C. La intensidad de la coloración rojocereza que se produce es proporcional a la concentración de furfural presente en la muestra.

Esta prueba de color se realiza en el espectrofotómetro visible a una longitud de onda de 520 nm, con la medición de absorbancia (cantidad de luz absorbida por la muestra) de tequila recién destilado.

Es necesario primeramente preparar una curva de calibración con estándares de furfural a diferentes concentraciones, medir la absorbancia de cada uno; graficar las lecturas de la serie contra la concentración de furfural, trazar la curva, y determinar su correlación lineal.

Furfural
 $\lambda = 520 \text{ nm}$

Una vez obtenida la curva de calibración con un coeficiente de determinación $R^2 > 97\%$, preparar la muestra de tequila, medir su absorbancia y encontrar su concentración en la curva trazada, ver figura 4.

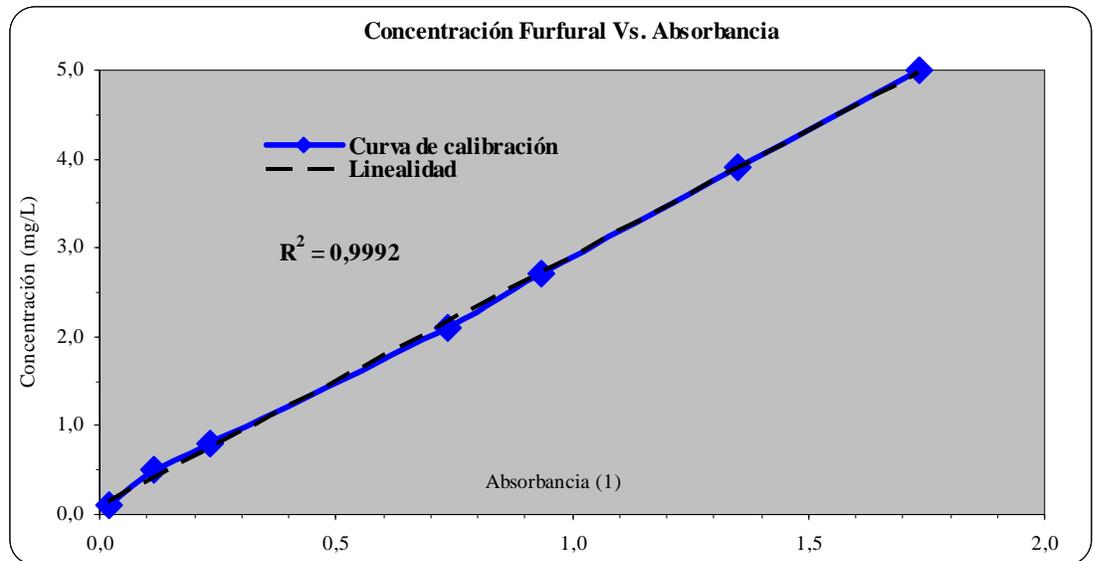


Figura 4. Ejemplo de curva de calibración para determinación de furfural.

Para calcular la concentración en mg/100 ml de furfural presente en la muestra de tequila, se aplica la ecuación 1:

$$F = \frac{C \times FD}{10} \times \frac{100}{\% Alc. Vol} \quad (1)$$

Donde:

- F = miligramos de furfural/100 ml de alcohol base anhidro;
- C = Concentración de la muestra usando la ecuación de la curva de calibración;
- FD = Volumen total de la dilución entre el volumen de la muestra;
- 10 = Ajuste de unidades;
- $\% Alc. Vol.$ = Grado alcohólico volumétrico de la muestra a 293 K (20 °C).

Correlación
Lineal:
> 97 %

2. Evaluación de color

El color del tequila indica su maduración, es decir la transformación que sufre de forma natural durante su permanencia en barricas de madera (roble o encino), a diferentes periodos de tiempo. Este parámetro no es una especificación bajo norma, pero si de gran importancia para la empresa tequilera, ya que otorga un sello característico de cada compañía que lo produce.

La prueba de color se realiza en el tequila ya como producto terminado y se emplea de igual forma un espectrofotómetro visible, donde el mensurando es la transmitancia (cantidad de luz transmitida por la muestra), las longitudes de onda utilizadas van de 400 nm a 490 nm, dependiendo del tipo de tequila analizado, ejemplos:

- ▣ Para el tequila blanco (recién destilado) la transmitancia aproximadamente debe ser del 99 %;
- ▣ Para un tequila reposado la transmitancia se considera entre 30 % y 50 %, con un tiempo de añejamiento de al menos dos meses;
- ▣ Para un tequila añejo tenemos la transmitancia entre 25 % y 40 %, su periodo de añejamiento es mínimo de 1 año;
- ▣ Para un tequila extra añejo su transmitancia varía entre el 10 % y 25 % de transmitancia, madurado por lo menos tres años.

Color:
 f (Tiempo de
maduración)

Como se puede observar de los ejemplos anteriores la transmitancia disminuye conforme aumenta el tiempo de maduración del tequila, es decir, conforme se va añejando va desarrollando un color característico, debido a la reacción por el contacto con la madera de la barrica, ver figura 5.



Figura 5. Tequila Blanco Vs. Tequila Añejo

NORMATIVIDAD

La Norma Oficial Mexicana (NOM) que establece los requisitos y especificaciones para todo el proceso del tequila, desde el abasto de agave; la producción; el envase y la comercialización, es:

NOM-006-SCFI-2005 Norma Oficial Mexicana de Bebidas Alcohólicas – Tequila- Especificaciones.

El Consejo Regulador del Tequila A.C. (CRT) es la organización dedicada a verificar y certificar el cumplimiento de esta Norma.

La Norma Mexicana que aplica para la prueba de furfural es:

NMX-V-004-NORMEX-2005, Bebidas Alcohólicas-Determinación de Furfural-Métodos de Ensayo (Prueba), publicada en el Diario Oficial de la Federación el 23 de junio de 2005. que proporciona los lineamientos para el análisis.

METROLOGIA

Como requisito del sistema de gestión o calidad, los instrumentos de medición utilizados deben ser calibrados (conocimiento del error de ajuste o sesgo e incertidumbre), con el fin de evaluar su exactitud; empleando los procedimientos establecidos por cada empresa.

Específicamente para la calibración el espectrofotómetro de región visible, se deben utilizar materiales de referencia certificados, como son:

- ▣ **Filtro de óxido de holmio:** Para calibración de escala de longitud de onda.
- ▣ **Filtro de óxido de didimio:** Para calibración de escala de longitud de onda.
- ▣ **Filtros de densidad neutra; filtros de transmitancia y u o filtros de absorbancia:** Para calibración de la escala fotométrica.

De acuerdo al resultado de la calibración del espectrofotómetro, si se detectan desviaciones o sesgos grandes en alguna de las escalas, es necesario realizar las correcciones correspondientes.

Para desarrollar el presupuesto de incertidumbre y estimar la incertidumbre de medición se deben considerar al menos las siguientes fuentes:

- ▣ Material de referencia;
- ▣ Repetibilidad instrumental;

- ▣ Resolución instrumental;
- ▣ Luz extraviada;
- ▣ Ruido fotométrico;
- ▣ Estabilidad;
- ▣ Linealidad;
- ▣ Reproducibilidad.

El lapso o intervalo de re-calibración del espectrofotómetro, es determinado por el usuario de acuerdo a la frecuencia de uso, monitoreando la estabilidad y deriva entre calibraciones mediante cartas de control, herramienta útil que proporciona información del comportamiento metrológico del instrumento.

CONCLUSIÓN

Para finalizar, podemos concluir que la espectrofotometría de región visible, es una técnica de análisis cuantitativo, que se utiliza generalmente en los laboratorios de control de calidad de la industria tequilera para evaluar concentración de furfural y color del tequila; parámetros importantes entre otros más, que deben cumplir las especificaciones de acuerdo a las normas de calidad de las empresas así como la normatividad oficial vigente en nuestro país, con el objetivo principal de producir un tequila de excelente calidad; el cual representa una bebida alcohólica 100 % mexicana y que tiene gran aceptación en otros países del mundo.

EL
TEQUILA:
PRODUCTO
100 %
MEXICANO



REFERENCIAS

- [1] NOM-006-SCFI-2005. Norma Oficial Mexicana de Bebidas Alcohólicas – Tequila- Especificaciones.
- [2] NMX-V-004-NORMEX-2005. Bebidas Alcohólicas-Determinación de Furfural-Métodos de Ensayo (Prueba).
- [3] Sybil P. Parker. Diccionario de Química. Edit. McGraw-Hill.
- [4] Consejo Regulador del Tequila. (2011). <http://www.crt.org.mx>.