

SEGUNDA SECCION
PODER EJECUTIVO
SECRETARIA DE ECONOMIA

PROYECTO de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-155-SCFI-2011, Leche-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Economía.

PROYECTO DE NORMA OFICIAL MEXICANA PROY-NOM-155-SCFI-2011, "LECHE-DENOMINACIONES, ESPECIFICACIONES FISICOQUIMICAS, INFORMACION COMERCIAL Y METODOS DE PRUEBA".

CHRISTIAN TUREGANO ROLDAN, Director General de Normas y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio (CCNNSUICPC), con fundamento en los artículos 34 fracciones XIII y XXXI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 39 fracción V, 40 fracción XII, 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 33 de su Reglamento; artículos 19 fracciones I, XIV, XV del Reglamento Interior de esta Secretaría y artículo 4 fracción I de las Reglas de Operación del CCNNSUICPC, expide para consulta pública el Proyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-155-SCFI-2011, "Leche-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba", a efecto de que dentro de los siguientes 60 días naturales los interesados presenten sus comentarios ante el CCNNSUICPC, ubicado en avenida Puente de Tecamachalco número 6, colonia Lomas de Tecamachalco, Sección Fuentes, Naucalpan de Juárez, código postal 53950, Estado de México, teléfono 57 29 93 00, Ext. 43222, Fax 55 20 97 15, o bien a los correos electrónicos paola.martinez@economia.gob.mx; maria.medinam@economia.gob.mx y/o salvador.franco@economia.gob.mx, para que en los términos de la Ley de la materia se consideren en el seno del Comité que lo propuso.

México, D.F., a 28 de noviembre de 2011.- El Director General de Normas y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio, **Christian Turégano Roldán**.- Rúbrica.

PROYECTO DE NORMA OFICIAL MEXICANA PROY-NOM-155-SCFI-2011, "LECHE-DENOMINACIONES, ESPECIFICACIONES FISICOQUIMICAS, INFORMACION COMERCIAL Y METODOS DE PRUEBA"

PREFACIO

En la elaboración del presente proyecto de norma oficial mexicana participaron las siguientes instituciones:

- SECRETARIA DE ECONOMIA
Dirección General de Normas
- PROCURADURIA FEDERAL DEL CONSUMIDOR
Laboratorio Nacional de Protección al Consumidor
- SECRETARIA DE AGRICULTURA, GANADERIA, DESARROLLO RURAL, PESCA Y ALIMENTACION
Coordinación General de Ganadería

INDICE

OBJETIVO
CAMPO DE APLICACION
REFERENCIAS
DEFINICIONES
SIMBOLOS Y ABREVIATURAS
DENOMINACION COMERCIAL Y CLASIFICACION
ESPECIFICACIONES
METODOS DE PRUEBA
INFORMACION COMERCIAL
EVALUACION DE LA CONFORMIDAD
VERIFICACION Y VIGILANCIA
APENDICE NORMATIVO "A"
BIBLIOGRAFIA
CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES
APENDICE INFORMATIVO "A"
TRANSITORIOS

1. Objetivo

El presente proyecto de norma oficial mexicana establece las denominaciones comerciales de los diferentes tipos de leche, que se comercializan dentro del territorio de los Estados Unidos Mexicanos, así como las especificaciones fisicoquímicas que deben reunir esos productos para ostentar dichas denominaciones, los métodos de prueba para demostrar su cumplimiento y la información comercial que deben contener las etiquetas de los envases que los contienen.

2. Campo de aplicación

El presente proyecto de norma oficial mexicana es aplicable a los diferentes tipos de leche, que se comercializan dentro del territorio de los Estados Unidos Mexicanos, cuya denominación comercial debe corresponder a las establecidas en este proyecto de norma oficial mexicana.

3. Referencias

Para la correcta aplicación de este proyecto de norma oficial mexicana, se deben consultar las siguientes normas oficiales mexicanas y normas mexicanas vigentes o las que la sustituyan:

NOM-002-SCFI-1993 Productos preenvasados. Contenido neto. Tolerancias y métodos de verificación, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de octubre de 1993.

NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 1993.

NOM-030-SCFI-2006 Información comercial. Declaración de cantidad en la etiqueta. Especificaciones, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de noviembre de 2006.

NOM-051-SCFI/SSA1-2010, Especificaciones generales de etiquetado para alimentos y bebidas no alcohólicas preenvasados-Información comercial y sanitaria, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de abril de 2010.

NOM-086-SSA1-1994 Bienes y servicios. Alimentos y bebidas no alcohólicas con modificación en su composición. Especificaciones nutrimentales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 26 de junio de 1996.

NOM-116-SSA1-1994 Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico. Método por arena o gasa, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 10 de agosto de 1995.

NOM-243-SSA1-2010 Productos y servicios. Leche, fórmula láctea, producto lácteo combinado y derivados lácteos. Disposiciones y especificaciones sanitarias. Métodos de prueba, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de septiembre de 2010.

NMX-F-744-COFOCALEC-2011 Sistema Producto Leche-Alimentos-Lácteos-Determinación de grasa butírica en leche en polvo y productos de leche en polvo-método de prueba gravimétrico (Método de referencia) (Cancela a la NMX-F-210-1971). Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 16 de junio de 2011.

NMX-F-490-1999-NORMEX Alimentos-Aceites y grasas-Determinación de la composición de ácidos grasos a partir de C6 por cromatografía de gases. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2 de marzo de 1999.

NMX-F-737-COFOCALEC-2010 Sistema producto leche - alimentos-lácteos - Determinación de la densidad en leche fluida y fórmula láctea-Método de prueba (Esta norma mexicana cancela a la NMX-F-424-S-1982). Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 21 de julio de 2010.

4. Definiciones

Para efectos del presente proyecto de norma oficial mexicana, aplican las definiciones siguientes:

4.1 Aditivo

Cualquier sustancia permitida que, sin tener propiedades nutritivas, se incluya en la formulación de los productos y que actúe como estabilizante, conservador o modificador de sus características organolépticas, para favorecer ya sea su estabilidad, conservación, apariencia o aceptabilidad.

4.2 Adulteración

Cuando la naturaleza o composición de la leche no corresponda a aquellas con las que se denomine, etiquete, anuncie, suministre o cuando no corresponda a las especificaciones establecidas en este proyecto de norma oficial mexicana, o

Cuando la leche, haya sido objeto de tratamiento que disimule su alteración o encubran defectos en su proceso o en la calidad sanitaria de las materias primas utilizadas.

4.3 Agua para uso y consumo humano

Aquella que no contiene contaminantes objetables ya sean químicos o agentes infecciosos y que no causa efectos nocivos al ser humano.

4.4 Alimento

Cualquier sustancia o producto, sólido, semisólido, natural o transformado, que proporciona al organismo elementos para su nutrición.

4.5 Almacenamiento

Acción de guardar, reunir en una bodega, local, silo o sitio específico, la leche para su conservación, custodia, suministro futuro procesamiento o venta.

4.6 Azúcares

Todos los monosacáridos y disacáridos presentes en un alimento o bebida no alcohólica.

4.7 Calostro

Secreción de la glándula mamaria obtenida en el periodo comprendido de 5 días antes a 5 días después del parto, que difiere de la leche principalmente por su alto contenido de inmunoglobulinas (anticuerpos), células somáticas, cloruros y la presencia de eritrocitos, y cuyo color va del amarillo al rosado.

4.8 Caseína

Es el producto obtenido de la coagulación de las proteínas de la leche por la acción de agentes coagulantes en la leche, ya sean de origen biológico (enzimas y cultivos de bacteria lácticas) o químicos (ácidos); la cuajada así obtenida es sometida a los procesos de lavado con agua potable, pasteurización y deshidratación entre otros.

4.9 Clarificación

Proceso por el cual se eliminan de la leche las impurezas macroscópicas, los grumos y de manera parcial los microorganismos, leucocitos y otras células, principalmente mediante una centrifugación continua.

4.10 Colorante

Sustancia natural o sintética que imparte color a los alimentos, tales como tartracina, eritrosina, betacaroteno y extractos de origen vegetal.

4.11 Concentración

Proceso por el que se disminuye la cantidad de agua de la leche manteniendo una cierta cantidad de humedad por el proceso de evaporación, ósmosis inversa, ultrafiltración, adición de sólidos lácteos u otros procesos.

4.12 Consumidor

Persona física o moral que adquiere o disfruta como destinatario final productos alimenticios y bebidas no alcohólicas preenvasados.

4.13 Contenido

Cantidad de producto preenvasado que por su naturaleza puede cuantificarse para su comercialización, por cuenta numérica de unidades de producto.

4.14 Contenido neto

Cantidad de leche preenvasada que permanece después de que se han hecho todas las deducciones de tara cuando sea el caso.

4.15 Declaración de propiedades nutrimentales

Cualquier texto o representación que afirme, sugiera o implique que un alimento o bebida no alcohólica preenvasado tiene propiedades nutrimentales particulares, no sólo en relación con su valor energético, o contenido de: proteínas, grasas o lípidos, carbohidratos o hidratos de carbono, o contenido de vitaminas y nutrimentos inorgánicos (minerales).

No constituye declaración de propiedades nutrimentales:

a) La mención de sustancias en la lista de ingredientes ni la denominación o marca del producto preenvasado;

b) La mención de nutrimentos como parte obligatoria del etiquetado nutrimental, cuando la adición del mismo sea obligatoria;

c) La declaración cuantitativa o cualitativa en la etiqueta de propiedades nutrimentales de algunos nutrimentos o ingredientes, cuando ésta sea obligatoria, de conformidad con los ordenamientos jurídicos aplicables.

4.16 Declaración nutrimental

Relación o enumeración del contenido de nutrimentos de un alimento o bebida no alcohólica preenvasado.

4.17 Denominación

Nombre asignado a la leche a partir del proceso al que son sometidos y a sus especificaciones fisicoquímicas (ver definición de proceso).

4.18 Deshidratación

Método de conservación de la leche que consiste en reducir su contenido de agua hasta un límite máximo de 4%.

4.19 Edulcorante

Sustancia que produce la sensación de dulzura, de origen natural (Ejemplos: sacarosa, fructuosa, glucosa, miel, melazas) o sintéticos (Ejemplo: sacarina, aspartamo (aspartame), acesulfamo K (acesulfame K)).

4.20 Embalaje

Material que envuelve, contiene y protege a la leche preenvasada, para efectos de su almacenamiento y transporte.

4.21 Envasado aséptico

Al proceso que reúne las condiciones de esterilidad comercial para evitar la presencia de microorganismos en el producto durante el envasado.

4.22 Envase

Cualquier recipiente o envoltura en el cual está contenida la leche preenvasada para su venta al consumidor.

4.23 Estandarización de la leche

Ajuste del contenido de grasa al nivel correspondiente de acuerdo con la denominación.

4.24 Etiqueta

Cualquier rótulo, marbete, inscripción, imagen u otra materia descriptiva o gráfica, escrita, impresa, estarcida, marcada, grabada en alto o bajo relieve, adherida o sobrepuesta al envase de la leche preenvasada o, cuando no sea posible por las características del producto de que se trate, al embalaje.

4.25 Evaporación

Proceso térmico por el cual se elimina gradualmente agua de la leche en forma de vapor, obteniendo un producto concentrado. Dicho proceso puede ir acompañado de la aplicación de vacío.

4.26 Fecha de caducidad

Fecha límite en que se considera que las características sanitarias y de calidad que debe reunir para su consumo un producto preenvasado, almacenado en las condiciones sugeridas por el responsable del producto, se reducen o eliminan de tal manera que después de esta fecha no debe comercializarse ni consumirse.

4.27 Fecha de consumo preferente

Fecha en que, bajo determinadas condiciones de almacenamiento, expira el periodo durante el cual el producto preenvasado es comercializable y mantiene las cualidades específicas que se le atribuyen tácita o explícitamente, pero después de la cual el producto preenvasado puede ser consumido.

4.28 Filtración

Proceso por el cual se separan de la leche, las partículas microscópicas ajenas o no al producto.

4.29 Grasa butírica

Es la grasa que se obtiene de la leche, que se caracteriza por tener un alto contenido de ácidos grasos saturados, incluyendo el ácido butírico.

4.30 Grasa vegetal

Es el producto obtenido a partir de las plantas permitidas para aceites vegetales comestibles, aptos para consumo humano, que haya sido sometido a extracción y, en su caso, refinación, lavado, deodorizado, blanqueo, hibernación o desencerado, winterización, entre otros procesos.

4.31 Homogeneización

Se refiere al método para estabilizar la emulsión, al provocar una ruptura de los glóbulos grandes de grasa, para formar un mayor número de ellos de menor tamaño.

4.32 Ingrediente

Cualquier sustancia o producto, incluidos los aditivos, que se emplee en la fabricación, elaboración, preparación o tratamiento de un alimento o bebida no alcohólica y esté presente en el producto final, transformado o no.

4.33 Lactosa

Azúcar propio de la leche.

4.34 Leche entera

Es el producto sometido o no al proceso de estandarización, a fin de ajustar el contenido de grasa propia de la leche a lo que establece el presente proyecto de norma oficial mexicana.

4.35 Leche para consumo humano

Es la leche que debe ser sometida a tratamientos térmicos u otros procesos que garanticen la inocuidad del producto; además puede ser sometida a operaciones tales como clarificación, homogeneización, estandarización u otras, siempre y cuando no contaminen al producto y cumpla con las especificaciones de su denominación.

4.36 Leche parcialmente descremada, semidescremada y descremada

Son los productos sometidos al proceso de estandarización, a fin de ajustar el contenido de grasa propia de la leche a lo que establece el presente ordenamiento.

4.37 Lote

La cantidad de un producto elaborado en un mismo ciclo, integrado por unidades homogéneas e identificado con un código específico.

4.38 Métodos de prueba

Procedimientos analíticos utilizados en el laboratorio para comprobar que un producto satisface las especificaciones que establece la norma.

4.39 Microfiltración

Es el procedimiento mediante el cual se concentran las moléculas suspendidas (por ejemplo, esporas bacterianas, bacteria, células grasas) y se lleva a cabo por una membrana de 0,05 micrones a 10 micrones de porosidad, de tal forma que sólo quedan retenidas las moléculas suspendidas, lo cual se logra con presiones de 10 kPa a 50 kPa (0,1 kgf/cm² a 5 kgf/cm²).

4.40 Muestra

Total de unidades de producto provenientes de un lote y que representan las características y condiciones del mismo.

4.41 Nutrimento

Cualquier sustancia incluyendo a las proteínas, aminoácidos, grasas o lípidos, carbohidratos o hidratos de carbono, agua, vitaminas y nutrientes inorgánicos (minerales) consumida normalmente como componente de un alimento o bebida no alcohólica que:

- a) Proporciona energía; o
- b) Es necesaria para el crecimiento, el desarrollo y el mantenimiento de la vida; o
- c) Cuya carencia haga que se produzcan cambios químicos o fisiológicos característicos.

4.42 Osmosis inversa

Sistema de concentración de líquidos, que consiste en hacer pasar a través de una membrana semipermeable (0,1 a 1,0 nanómetros de porosidad) aplicando una presión hidráulica para contrarrestar la presión osmótica del líquido.

4.43 Pasteurización

Al tratamiento térmico al que se somete la leche, consistente en una relación de temperatura y tiempo que garantice la destrucción de organismos patógenos y la inactivación de algunas enzimas de los alimentos.

4.44 Porción

Cantidad de producto que se sugiere consumir o generalmente se consume en una ingestión, expresada en unidades del Sistema General de Unidades de Medida.

4.45 Proceso

Conjunto de actividades relativas a la obtención, elaboración, fabricación, preparación, conservación, mezclado, acondicionamiento, envasado, manipulación, transporte, distribución, almacenamiento y expendio o suministro al público de la leche.

4.46 Producto preenvasado

El producto que es colocado en un envase de cualquier naturaleza, en ausencia del consumidor, y la cantidad de producto contenido en él no puede ser alterado, a menos que el envase sea abierto o modificado perceptiblemente.

4.47 Saborizante

Sustancias que imparten sabor a los alimentos de origen natural o sintético (ejemplo: extractos vegetales y de frutas, sabor artificial a plátano y fresa).

4.48 Sólidos lácteos

Son los componentes propios de la leche como: proteínas, caseína, lactoalbúminas, lactosa, grasa, sales minerales, entre otros.

4.49 Suero de leche

Líquido obtenido de la coagulación de la caseína de la leche, mediante la acción de enzimas coagulantes de origen animal, vegetal o microbiano, por la adición de ácidos orgánicos o minerales de grado alimentario; acidificación por intercambio iónico hasta alcanzar el punto isoeléctrico de la caseína.

4.50 Ultrafiltración

Proceso de concentración semejante a la ósmosis inversa, pero que se lleva a cabo por una membrana de 1 nanómetro a 200 nanómetros de porosidad, por lo que sólo quedan retenidas las moléculas de alto peso molecular.

4.51 Ultrapasteurización

Proceso al cual es sometido el producto a una adecuada relación de temperatura y tiempo, envasado asépticamente para garantizar la esterilidad comercial.

5. Símbolos y abreviaturas

Cuando en este proyecto de norma oficial mexicana se haga referencia a los siguientes símbolos y abreviaturas, se entiende por:

°C	grados Celsius;
°H	grados Horvet;
g	gramo;
mL,	ml mililitros;
g/L,	g/L gramos por litro;
g/mL,	g/ml gramos por mililitro;
mg/L,	mg/l miligramos por litro;
±	más o menos;
m/m	masa por masa;
mín.	mínimo;
máx.	máximo;
kPa	kilo pascales;
MPa	mega pascales;
kgf/cm ²	kilogramos fuerza por centímetro cuadrado;
%	porcentaje.

6. Denominación comercial y clasificación**6.1 Denominación comercial**

6.1.1 Las leches se denominan comercialmente conforme a la descripción de la tabla 1:

6.1.1.1 Leche

Para efectos de este proyecto de norma oficial mexicana, es el producto obtenido de la secreción de las glándulas mamarias de las vacas, sin calostro el cual debe ser sometido a tratamientos térmicos u otros procesos que garanticen la inocuidad del producto; además puede someterse a otras operaciones tales como clarificación, homogeneización, estandarización u otras, siempre y cuando no contaminen al producto y cumpla con las especificaciones de su denominación.

Tabla 1.- Denominaciones comerciales de la leche

Denominación	Definición
Leche pasteurizada	La que ha sido sometida al proceso de pasteurización, estandarizada o no, para cumplir con las especificaciones descritas en la tabla 3.
Leche ultrapasteurizada	La que ha sido sometida al proceso de ultrapasteurización, estandarizada o no, para cumplir con las especificaciones descritas en la tabla 3.
Leche microfiltrada ultra	Leche que se obtiene de la fase de leche descremada separada, microfiltrada y pasteurizada y posteriormente adicionada o no de crema ultrapasteurizada. El uso de empaques y envases asépticos protegen al producto de reincidencia de infecciones y reducen al mínimo cualquier modificación ya sea fisicoquímica u organoléptica. El producto final, o sea, la leche comercialmente estéril, cumple con las especificaciones contenidas en la tabla 3.
Leche evaporada	La que ha sido obtenida por la eliminación parcial del agua de la leche hasta obtener una determinada concentración de sólidos de leche no grasos y grasa butírica, estandarizada o no, para cumplir con las especificaciones de la tabla 4.
Leche condensada azucarada	La que ha sido obtenida mediante la evaporación del agua de la leche a través de presión reducida, a la que se le ha agregado sacarosa y/o dextrosa u otro edulcorante natural, hasta alcanzar una determinada concentración de grasa butírica y sólidos totales, ajustándose a las especificaciones descritas en la tabla 4.
Leche en polvo o leche deshidratada	La que ha sido sometida a un proceso de deshidratación, estandarizada o no, para cumplir con las especificaciones descritas en la tabla 6.
Leche rehidratada	La que se obtiene mediante la adición de agua para uso y consumo humano o purificada a la leche en polvo, y estandarizada con grasa butírica en cualquiera de sus formas, en las cantidades suficientes para que cumpla con las especificaciones descritas en la tabla 5.
Leche reconstituída	La elaborada a partir de leche en polvo descremada o ingredientes propios de la leche, tales como caseína, grasa butírica, suero de leche, agua para uso y consumo humano, con un contenido mínimo de 30 g por litro de proteína propia de la leche y 80% de caseína con respecto a proteína total, pudiendo contener grasa vegetal, en las cantidades necesarias para ajustar el producto a las especificaciones de composición y sensoriales de la leche descritas en la tabla 5.
Leche deslactosada	La que ha sido sometida a un proceso de transformación parcial de la lactosa, por medios enzimáticos, en glucosa y galactosa; para cumplir con las especificaciones descritas en las tablas 5 y 8.
Leche concentrada	La que se obtiene por la remoción parcial de agua de la leche, ya sea por ultrafiltración, ósmosis inversa o por la adición de productos propios de la leche hasta alcanzar la concentración deseada, para cumplir con las especificaciones descritas en la tabla 4.
Leche con grasa vegetal	La elaborada a partir de leche, a la cual se le sustituye la mayor parte de la grasa butírica por grasa vegetal comestible, en las cantidades necesarias para ajustar el producto a las especificaciones de composición y sensoriales descritas en la tabla 10 y 11 y lo establecido en el inciso 7.5.
Leche saborizada (Con sabor a ... o sabor a ...)	Cualquiera de las denominaciones incluidas en el presente proyecto de norma oficial mexicana, a la que se ha incorporado de otros ingredientes como saborizantes, edulcorantes y colorantes naturales o artificiales, y que contiene al menos 85% de leche apta para consumo humano, para cumplir con las especificaciones descritas en las tablas 6, 7, 8 y 9.

6.2 Clasificación

Las clasificaciones de leche para consumo humano, son las que se describen en la tabla 2:

Tabla 2.- Clasificación para leche

	Tipo de grasa	Proceso primario	Proceso secundario	Sabor
Leche	<ul style="list-style-type: none"> • Grasa Butírica Entera Semidescremada Parcialmente Descremada • Grasa Vegetal Con grasa vegetal 	<ul style="list-style-type: none"> Rehidratada Reconstruida Deslactosada 	<ul style="list-style-type: none"> Pasteurizada Ultrapasteurizada Microfiltrada Ultra Evaporada Condensada Azucarada Deshidratada o en polvo Concentrada 	<ul style="list-style-type: none"> Con sabor a ... Sabor a ...

Nota: Para el caso de la leche, la denominación del producto debe incluir la clasificación por el tipo de grasa (grasa butírica o vegetal), debe incluir, de haberlo, algún proceso primario y en todos los casos, debe incluir cuando menos un proceso secundario y para el caso de la leche saborizada, indicarlo en la etiqueta.

7. Especificaciones

La leche objeto de este proyecto de norma debe cumplir con las disposiciones y requisitos establecidos en las normas oficiales mexicanas vigentes (ver capítulo 3. Referencias); así como las especificaciones que se indican en las tablas 3 a 11 de la presente Norma Oficial Mexicana.

7.1 Leches pasteurizadas, ultrapasteurizadas y microfiltrada ultra.

Estas deben cumplir con las especificaciones contempladas en la tabla 3 de la presente Norma Oficial Mexicana.

7.1.1 Las leches que contengan entre 16 g/L y 18 g/L de grasa butírica podrán denominarse leche semidescremada, siempre y cuando cumplan con todas las especificaciones de la leche parcialmente descremada contenidas en la tabla 3.

Tabla 3.- Especificaciones de leche pasteurizada, ultrapasteurizada y microfiltrada ultra

Especificaciones	Límite			
	Entera	Parcialmente descremada	Descremada	Método de prueba
Densidad a 15 °C, g/ml	1,029 mín.	1,029 mín.	1,031 mín.	Véase inciso 8.8
Grasa butírica g/L	30 mín.	28 máx. 6 mín.	5 máx.	Véanse incisos 8.7 y 8.9
Acidez (expresada como ácido láctico) g/L	1,3 mín. 1,7 máx.	1,3 mín. 1,7 máx.	1,3 mín. 1,7 máx.	Ver inciso 8.3
Sólidos no grasos de la leche, g/L	83 mín.	83 mín.	83 mín.	Ver inciso 8.4
Punto crioscópico °C (°H)	Entre -0,510 (-0,530) y -0,536 (-0,560)	Entre -0,510 (-0,530) y -0,536 (-0,560)	Entre -0,510 (-0,530) y -0,536 (-0,560)	Ver inciso 8.1
Lactosa g/L	43 mín. 52 máx.	43 mín. 52 máx.	43 mín. 52 máx.	Ver inciso 8.6 y 8.10
Proteínas propias de la leche g/L	30 mín.	30 mín.	30 mín.	Véanse incisos 8.5
Caseína g/L	24 mín.	24 mín.	24 mín.	Ver inciso 8.2
Nota: La leche ultrapasteurizada y microfiltrada ultra debe tener un punto crioscópico de entre - 0,499 °C (- 0,520 °H) y - 0,529 °C (- 0,550 °H).				
Nota: En leche, la relación caseína proteína debe ser al menos de 80% (m/m).				

7.2 Las leches evaporada, condensada azucarada, en polvo o deshidratada y concentrada, deben cumplir con las especificaciones establecidas en la tabla 4.

7.2.1 Las leches evaporada, condensada azucarada y concentrada que contengan entre 5% m/m y 6% m/m de grasa butírica podrán denominarse leche semidescremada, siempre y cuando cumplan con todas las especificaciones de la leche parcialmente descremada contenidas en la tabla 4.

7.2.2 Asimismo, la leche en polvo que contenga entre 12% m/m y 14% m/m de grasa butírica podrá denominarse semidescremada, siempre y cuando cumpla con todas las especificaciones de la leche parcialmente descremada contenidas en la tabla 4.

Tabla 4.- Especificaciones de leche evaporada, condensada azucarada, en polvo o deshidratada y concentrada

Especificaciones	Entera	Parcialmente descremada	Descremada	Método de prueba
Evaporada y/o concentrada				
Grasa butírica % (m/m)	7.5 mín.	2 mín. 7 máx.	1 máx.	NOM-086-SSA1-1994 y ver inciso 8.7
Sólidos totales provenientes de la leche % (m/m)	25 mín.	20 mín.	20 mín	NOM-116 SSA1-1994
Proteínas de la leche expresadas en sólidos lácteos no grasos % (m/m)	34 mín.	34 mín.	34 mín.	Véase inciso 8.5
Caseína expresada en sólidos lácteos no grasos, % (m/m)	29 mín.	29 mín.	29 mín.	Ver inciso 8.2
Condensada azucarada				
Grasa butírica % (m/m)	8 mín.	2 mín. 7 máx.	1,5 máx.	NOM-086-SSA1-1994 y ver inciso 8.7
Sólidos totales provenientes de la leche % (m/m)	28 mín.	24 mín.	24 mín.	NOM-116-SSA1-1994
Proteínas propias de la leche expresadas en sólidos lácteos no grasos % (m/m)	34 mín.	34 mín.	34 mín.	Véase inciso 8.5
Caseína expresada en sólidos lácteos no grasos, % (m/m)	27 mín.	27 mín.	27 mín.	Ver inciso 8.2
En polvo (deshidratada) con o sin sabor				
Grasa butírica % (m/m)	26 mín.	1,5 mín. Inferior a 26	1,5 máx.	NMX-F-210-1971 y ver inciso 8.7
Humedad % m/m	4 máx.	4 máx.	4 máx.	NOM-243-SSA1-2010
Proteínas propias de la leche, expresada como sólido lácteos no grasos % (m/m)	34 mín.	34 mín.	34 mín.	Véanse incisos 8.5
Caseína expresada en sólidos lácteos no grasos, % (m/m)	27mín.	27mín.	27mín.	Véase inciso 8.2

Notas: - Para expresar el contenido de proteínas de la leche en relación a sólidos no grasos utilizar la siguiente fórmula:

- % de proteína m/m = [Proteína % / Sólidos no grasos %] 100

- Para determinar los sólidos totales provenientes de la leche condensada azucarada, se debe considerar el valor del azúcar adicionada, el cual se resta al valor de los sólidos totales del producto. Para la determinación de azúcares se aplica el método de prueba descrito en 8.6.

7.3 La leche rehidratada y deslactosada debe cumplir con las especificaciones establecidas en la tabla 5.

7.3.1 La leche rehidratada, reconstituida y deslactosada que contenga entre 16 g/L y 18 g/L de grasa butírica podrá denominarse semidescremada, siempre y cuando cumpla con todas las especificaciones de la leche parcialmente descremada contenidas en la tabla 5.

Tabla 5.- Especificaciones para leche rehidratada, reconstituida y deslactosada

Especificaciones	Entera	Parcialmente descremada	Descremada	Método de prueba
Leche rehidratada				
Densidad a 15°C g/mL	1,029 mín.	1,029 mín.	1,031 mín.	Véase inciso 8.8
Grasa butírica g/L	30 mín.	6-28	5 máx.	Véanse incisos 8.7 y 8.9
Acidez (Expresada como ácido láctico) g/L	0,9 mín. 1,5 máx.	0,9 mín. 1,5 máx.	0,9-1,5	Ver inciso 8.3
Sólidos no grasos de la leche g/L	83 mín.	83 mín.	83 mín.	Ver inciso 8.4
Lactosa g/L	43 mín. 50 máx.	43 mín. 50 máx.	43 mín. 50 máx.	Véanse incisos 8.6 y 8.10
Proteínas propias de la leche g/L	30 mín.	30 mín.	30 mín.	Véase inciso 8.5
Caseína g/L	24 mín.	24 mín.	24 mín.	Ver inciso 8.2
Leche reconstituida				
Densidad a 15°C g/mL	1,029 mín.	1,029 mín.	1,031 mín.	Véase inciso 8.8
Grasa g/L	30 mín.	6-28	5 máx.	Ver incisos 8.7 y 8.9
Acidez (Expresada como ácido láctico) g/L	0,9 mín. 1,5 mín.	0,9 mín. 1,5 máx.	0,9 mín. 1,5 máx.	Ver inciso 8.3
Sólidos no grasos de la leche g/L	83 mín.	83 mín.	83 mín.	Ver inciso 8.4
Lactosa g/L	43 mín. 50 máx.	43 mín. 50 máx.	43 mín. 50 máx.	Véanse incisos 8.6 y 8.10
Proteínas propias de la leche g/L	30 mín.	30 mín.	30 mín.	Véase inciso 8.5
Caseína g/L	24 mín.	24 mín.	24 mín.	Ver inciso 8.2
Leche deslactosada				
Densidad a 15°C g/mL	1,029 mín.	1,029 mín.	1,031 mín.	Véase inciso 8.8
Grasa g/L	30 mín.	6 mín. 28 máx.	5 máx.	Véanse incisos 8.7 y 8.9
Acidez (Expresada como ácido láctico) g/L	1,3 mín. 1,7 máx.	1,3 mín. 1,7 máx.	1,3 mín. 1,7 máx.	Ver inciso 8.3
Sólidos no grasos de la leche g/L	83 mín.	83 mín.	83 mín.	Ver inciso 8.4
Lactosa g/L	10 máx.	10 máx.	10 máx.	Ver inciso 8.6
Glucosa g/L	16 mín.	16 mín.	16 mín.	Ver inciso 8.6
Proteínas propias de la leche g/L	30 mín.	30 mín.	30 mín.	Véase Inciso 8.5
Caseína g/L	24 mín.	24 mín.	24 mín.	Ver inciso 8.2

7.4 Leche con sabor

7.4.1 La leche saborizada debe cumplir como mínimo con las especificaciones técnicas del producto a que corresponda (leche pasteurizada, ultrapasteurizada, microfiltrada ultra, rehidratada, condensada azucarada, deslactosada, que pueden ser: entera, parcialmente descremada o descremada), conforme a las especificaciones establecidas en las tablas 6, 7, 8, 9 del presente proyecto de norma oficial mexicana.

La disminución del valor de la proteína debe estar en proporción directa al porcentaje de ingredientes adicionados al producto para conferir sabor, el cual debe ser no mayor al 15% de acuerdo a la denominación comercial de Leche con sabor.

Tabla 6.- Especificaciones para leche pasteurizada, ultrapasteurizada, microfiltrada ultra y rehidratada, con sabor

Especificaciones	Entera	Parcialmente descremada	Descremada	Método de prueba
Grasa butírica g/L	30 mín.	6 mín. 28 máx.	5 máx.	NOM-086-SSA1-1994 y ver inciso 8.7
Proteínas propias de la leche g/L	25,5 mín.	25,5 mín.	25,5 mín.	Véase inciso 8.5
Caseína g/L	20,4 mín.	20,4 mín.	20,4 mín.	Ver inciso 8.2

Tabla 7.- Especificaciones para leche condensada azucarada con sabor

Especificaciones	Entera	Parcialmente descremada	Descremada	Método de prueba
Grasa butírica % m/m	8 mín.	2 mín. 7 máx.	1,5	NOM-086-SSA1-1994 y ver inciso 8.7
Sólidos totales	23 mín.	17 mín.	17 mín.	NOM-116-SSA1-
provenientes de la leche % m/m				1994
Proteínas propias de la leche expresadas en sólidos lácteos no	34 mín.	34 mín.	34 mín.	Véase inciso 8.5
Caseína expresada en sólidos lácteos no grasos, % m/m	27 mín.	27 mín.	27 mín.	Ver inciso 8.2

Tabla 8.- Especificaciones para leche deslactosada con sabor

Especificaciones	Entera	Parcialmente descremada	Descremada	Método de prueba
Grasa butírica g/L	30 mín.	6 mín. 28 máx.	5 máx.	NOM-086-SSA1-1994 y ver inciso 8.7
Proteínas propias de la leche, g/L	25,5 mín.	25,5 mín.	25,5 mín.	Véase inciso 8.5
Caseína, g/L	20,4 mín.	20,4 mín.	20,4 mín.	Ver inciso 8.2
Lactosa, g/L	8,5 máx.	8,5 máx.	8,5 máx.	Ver inciso 8.6

Tabla 9.- Especificaciones para leche evaporada o concentrada, con sabor

Especificaciones	Entera	Parcialmente descremada	Descremada	Método de prueba
Grasa butírica % (m/m)	7,5 mín.	2 mín. 7 máx.	1 máx.	NOM-86-SSA1-1994
Sólidos totales provenientes de la leche % (m/m)	23 mín.	19 mín.	19 mín.	NOM-116-SSA1-1994
Proteínas de la leche expresadas en sólidos lácteos no grasos % (m/m)	34 mín.	34 mín.	34 mín.	Véase inciso 8.5
Caseína expresada en sólidos lácteos no grasos, % (m/m)	27 mín.	27 mín.	27 mín.	Ver inciso 8.2

7.5 Leche con grasa vegetal

La leche con grasa vegetal debe cumplir con las especificaciones descritas en las tablas 10 y 11.

La leche rehidratada, reconstituida, deslactosada, evaporada, concentrada, condensada azucarada, con grasa vegetal, debe cumplir con las especificaciones de las tablas 4 a la 9, con excepción de la grasa, aplicando la clasificación correspondiente.

Tabla 10.- Especificaciones para leche con grasa vegetal pasteurizada, ultrapasteurizada, microfiltrada ultra y deslactosada

Especificaciones	Con grasa vegetal	Métodos de prueba
Proteínas propias de la leche, g/L	30 mín.	Véase inciso 8.5
Caseína, g/L	24 mín.	Ver inciso 8.2
Grasa, g/l	Lo declarado en la etiqueta	Ver incisos 8.7 y 8.9
Densidad, g/L	1,029 mín.	NMX-F-737-COFOCALEC-2010, ver inciso 8.8
Acidez, g/L	0,9-1,5	Ver inciso 8.3
Sólidos no grasos, g/L	83 mín.	Ver inciso 8.4
Lactosa, g/L	43-50	Ver inciso 8.10

Nota: Para el caso de leche deslactosada, no aplica la acidez y el contenido de lactosa es de 10 g/L máximo y glucosa 16 g/L mínimo.

Tabla 11.- Especificaciones para leche con grasa vegetal en polvo o deshidratada con o sin sabor

Especificaciones	Con grasa vegetal	Métodos de prueba
Proteína propias de la leche expresadas como sólidos no grasos % m/m	34 mín.	Véase incisos 8.5
Caseína expresada en sólidos no grasos % m/m	27 mín.	Ver inciso 8.2
Grasa % (m/m)	Lo declarado en la etiqueta	Ver inciso 8.7 y 8.9
Humedad % (m/m)	4 máx.	NOM-243-SSA1-2010

8. Métodos de prueba

Para la verificación de las especificaciones que se establecen en este proyecto de norma, se deben aplicar las normas mexicanas que se indican en el capítulo 3, Referencias, o los métodos de prueba que a continuación se establecen:

8.1 Determinación del índice crioscópico

8.1.1 Fundamento

El principio en el cual se basa la técnica de la crioscopia es la Ley de Raoult, que señala, que tanto el descenso crioscópico, como el ascenso ebulloscópico, están determinados por la concentración molecular de las sustancias disueltas.

Al enfriar una solución diluida se alcanza eventualmente una temperatura en la cual el solvente sólido (soluto) comienza a separarse. La temperatura a la cual comienza tal separación se conoce como punto de congelación de la solución.

8.1.2.1 Reactivos y materiales

8.1.2.1 Reactivos

- Solución patrón de sacarosa al 7%, -0,407 °C (0,422 °H), solución patrón de sacarosa al 10%; -0,598 °C (-0,621 °H), solución patrón de verificación -0,510 °C (-0,530 °H);
- Solución patrón de sacarosa al 10 % -0,001 80 °C (-0,621 °H);
- Solución patrón de verificación -0,001 89 °C (-0,530 °H);
- Líquido congelante para baño del crioscopio;

Nota.- Las soluciones patrón y el líquido anticongelante pueden adquirirse comercialmente.

8.1.2.2 Materiales

- Pipetas volumétricas de 2 mL;
- Termómetro (-10°C);
- Tubos para crioscopio.

8.1.3 Equipo

- Crioscopio con termisor;
- Tubos para crioscopio;
- Termómetro (-10°C).

8.1.4 Preparación y acondicionamiento de la muestra

8.1.4.1 Preparación del líquido congelante para el baño del crioscopio

Se prepara a partir de anticongelante comercial siguiendo las indicaciones que vienen en la etiqueta. Por ejemplo: Para obtener un punto de congelación de -9 °C se deben mezclar 25% de anticongelante con 75% de agua destilada.

8.1.4.2. Preparación de las muestras

La muestra de leche no requiere de ninguna preparación especial. Se puede utilizar leche entera, aunque la leche descremada proporciona resultados más consistentes. Las pruebas siempre se deben comenzar con las muestras a temperatura ambiente; si es necesario emplear muestras directamente del refrigerador, las soluciones patrón también deben enfriarse hasta alcanzar la misma temperatura. Para evitar el congelamiento prematuro debido a la presencia de grasa congelada en las muestras, calentar éstas a una temperatura de 30 °C a 38 °C o permitir que se separe la leche y probar la porción baja en grasa.

Nota.- La cantidad de muestra utilizada es crítica, debido a que diferentes volúmenes de muestra requieren de distintas calibraciones; por esta razón las muestras deben ser medidas siempre cuidadosamente para obtener cantidades uniformes, pero no necesariamente exactas.

8.1.4.3 Preparación de las soluciones patrón

Guardar las soluciones patrón en envases de polietileno a temperatura ambiente. Utilizar siempre agua destilada a una temperatura de 20 °C.

Solución patrón de sacarosa al 7%, determinar la masa de exactamente 7,0 g de sacarosa pura en un matraz volumétrico de 100 mL y diluir al volumen con agua a una temperatura de 20 °C, o determinar la masa de 100 g de agua en un matraz volumétrico de 100 mL y agregar exactamente 0,689 2 g de cloruro de sodio grado reactivo previamente secado y enfriado.

Solución patrón de sacarosa al 10%, determinar la masa de exactamente 10,0 g de sacarosa pura en un matraz volumétrico de 100 mL y diluir al volumen con agua a una temperatura de 20 °C o determinar la masa de 100 g de agua en un matraz volumétrico de 100 mL y agregar exactamente 1,020 6 g de cloruro de sodio grado reactivo previamente secado y enfriado.

8.1.5 Procedimiento

Verificar antes de iniciar las determinaciones el nivel del líquido congelante y la temperatura del mismo a -7 °C.

Verificar la calibración del instrumento con ambas soluciones patrón.

Nota.- Para las verificaciones antes señaladas y la operación del equipo, seguir las instrucciones del fabricante.

Enjuagar el tubo con la muestra a analizar.

Medir 2 mL de muestra dentro del tubo.

Colocar el tubo en el contenedor del elevador y presionar el botón de control principal.

Leer y apuntar la lectura que aparece en la pantalla (resultado). Si hay duda en alguna lectura obtenida, repetir la determinación pudiendo haber una variación de ± 2 entre una lectura y otra.

Retirar el tubo y limpiar perfectamente el sensor, el alambre, el mandril y la parte superior del elevador antes de cada determinación, enjuagando con agua destilada y secando posteriormente.

Al terminar todas las determinaciones, limpiar el sensor, el alambre, el mandril y la parte superior del elevador, colocar un tubo vacío en el contenedor para evitar la evaporación en el baño de congelación, bajar el cabezal presionando el botón control principal y apagar el instrumento.

8.1.6 Cálculos y expresión de resultados

8.1.6.1 Cálculos

El resultado obtenido debe cumplir con lo especificado para cada tipo de leche.

Cuando el crioscopio ha sido calibrado con soluciones estándares de sacarosa al 7%, -0,407°C (-0,422 °H) y sacarosa al 10%, -0,598 °C (-0,621 °H), para convertir a °C la lectura se debe aplicar la siguiente fórmula:

$$^{\circ}\text{C} = \frac{[0,191\ 5 \times (-L) - 0,000\ 478\ 51]}{0,199}$$

donde:

L es la lectura directa del aparato en °H como valor absoluto.

Nota.- El punto crioscópico de la leche fresca es de -0,510 °C (-0,530 °H) a -0,536 °C (-0,560 °H) con valor promedio de -0,526 °C (0,545 °H) valores menores a -0,510 °C (-0,530 °H). Si el valor es superior a -0,536 °C (-0,560 °H) se sospecha la adición de sales.

Es importante remarcar que entre una lectura y otra de una misma muestra no debe existir una diferencia mayor de +0,002 °H.

8.1.6.2 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir los datos indicados en el inciso 8.1.6.1.

8.2 Determinación de caseína en leche

8.2.1 Fundamento

La caseína se precipita con ácido acético en su punto isoeléctrico a pH 4,6 y posteriormente se cuantifica por el método de Kjeldahl-Gunning. La caseína y demás materias orgánicas son oxidadas por el ácido sulfúrico y el nitrógeno orgánico de las proteínas se fija con sulfato de amonio; esta sal se hace reaccionar con una base fuerte para desprender amoniaco que se destila y se recibe en un ácido débil, en el cual se puede titular el amoniaco con un ácido fuerte. En este método de Kjeldahl-Gunning, se usa el sulfato de cobre como catalizador y el sulfato de sodio para aumentar la temperatura de la mezcla y acelerar la digestión.

8.2.2 Reactivos y materiales

8.2.2.1 Reactivos

- Acido acético (1:9);
- Acido bórico;
- Acido clorhídrico;
- Acido sulfúrico 93% a 98% (libre de nitrógeno);
- Granallas de zinc grado reactivo;
- Indicador de Wesslow;
- Sulfato de cobre;
- Sulfato de sodio anhidro grado reactivo.

8.2.2.1.1 Preparación del indicador Wesslow

Mezclar dos partes de "a" y una parte de "b",

a) Rojo de metilo al 0,2% en una mezcla de 60 mL de alcohol etílico y 40 mL de agua

($\text{CH}_3\text{N}(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}=\text{NC}_6\text{H}_4\text{COOH})$ y $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ y H_2O).

b) Azul de metileno al 0,2% en agua $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCl}\cdot\text{Cl}_2\text{Zn}\cdot\text{H}_2\text{O}$.

8.2.2.2 Materiales

- Bureta de 50 mL;
- Espátula;
- Embudo de filtración;
- Vaso de precipitado de 100 mL;
- Probeta de 100 mL y 250 mL;
- Papel filtro de filtración lenta con retención de cristales finos;
- Pipeta de 1,0 mL;
- Matraces Kjeldhal de 500 mL;
- Matraces Erlenmeyer de 500 mL;
- Agitador magnético.

8.2.3 Equipo

- Balanza analítica con exactitud de 0,1 mg;
- Digestor-destilador de Kjeldhal.

8.2.4 Preparación de la muestra

La reconstitución de la leche en polvo se deberá realizar de la siguiente forma:

Pesar un gramo de la leche en polvo en un vaso de precipitado de 100 ml, disolver completamente con agua de 40 °C a 42 °C, dejar reposar 10 min y posteriormente adicionar 0,30 mL de ácido acético 1:9, mezclar suavemente por rotación y dejar reposar de 3 min a 5 min.

8.2.5 Procedimiento

Medir 10 mL de leche en un vaso de precipitados de 100 ml adicionar 90 mL de agua destilada de 40 °C a 42 °C e inmediatamente adicionar aproximadamente 1,5 mL de solución de ácido acético (1:9) hasta llegar a un pH de 4,6, mezclar suavemente.

Continuar conforme al procedimiento indicado en el inciso 8.5.

8.2.6 Expresión de resultados

El nitrógeno presente en la muestra, expresado en porcentaje se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Nitrógeno} = V \times N \times 0,14 \times \frac{100}{M}$$

donde:

M es el volumen o peso de la muestra.

V es el volumen gastado en la muestra-Volumen gastado en el blanco.

N es la normalidad del ácido clorhídrico.

0,014 son los miliequivalentes del nitrógeno;

El porcentaje de proteínas se obtiene multiplicando el % de nitrógeno obtenido por el factor de 6,38. Para convertir el porcentaje de proteína en g/L de caseína se utiliza la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Proteína } (\text{ m/m }) = \% \text{ Caseína } \frac{\text{g}}{\text{L}} \text{ Caseína} = \% \text{ de proteína } \times 10 \times \text{ densidad de la leche}$$

8.3 Determinación de acidez**8.3.1** Fundamento

La leche generalmente tiene una acidez de 1,3 a 1,7 g/L expresada en ácido láctico. La acidez normal de la leche se debe principalmente a su contenido de caseína (0,05-0,08%) y de fosfatos. También contribuyen a la acidez el dióxido de carbono (0,01-0,02%), los citratos (0,01%) y la albúmina (menos de 0,001%).

La acidez se mide con base a una titulación alcalimétrica con hidróxido de sodio 0,1 N utilizando fenolftaleína como indicador o, en su caso, utilizando un potenciómetro para detectar el pH de 8,3 que corresponde al fin de la titulación.

8.3.2 Reactivos y materiales

8.3.2.1 Reactivos

- Hidróxido de Sodio 0,1 N (valorado) NaOH;
- Solución indicadora al 1% de fenolftaleína (C₆H₄OH)₂COC₆H₄CO);
- Alcohol etílico (C₂H₅OH);
- Disolución indicadora al 0,12% de cloruro o acetato de rosanilina;
- Disolución buffer pH 7;
- Disolución buffer pH 10.

8.3.2.1.1 Preparación de disoluciones

- Pesar 1,0 g de fenolftaleína en 100 mL de alcohol etílico;
- Pesar 0,12 g de cloruro o acetato de rosanilina y disolverlo con alcohol etílico al 95% (v/v), adicionar 0,5 mL de ácido acético glacial y llevar a un volumen de 100 mL;
- Diluir 1 mL de esta disolución con 500 mL de alcohol etílico al 95%;
- Almacenar ambas disoluciones en frasco color ámbar.

8.3.2.2 Materiales

- Pipeta graduada de 10 mL;
- Pipeta volumétrica de 20 mL;
- Matraz de 125 mL.

8.3.4. Equipo

- Bureta de 50 mL graduada en 0,1 mL;
- Potenciómetro.

8.3.5. Procedimiento

Medir 20 mL de muestra en un matraz. Añadir 2 mL de fenolftaleína y titular con hidróxido de sodio 0,1 N hasta la aparición de un color rosado persistente, cuando menos un minuto, empleando como guía de color una muestra de control de acetato o cloruro de rosanilina preparada de la siguiente manera:

Medir 20 mL de muestra en un matraz;

Añadir 2 mL de la disolución de acetato o cloruro de rosanilina; agitar con una varilla de vidrio;

Para el caso potenciométrico;

Calibrar el potenciómetro con las disoluciones buffer de pH 7 y 10;

Medir 20 mL de muestra en un vaso de precipitado de 50 mL y titular con hidróxido de sodio 0,1 N hasta pH de 8.3. Tomar varias precauciones:

El magneto utilizado para la agitación debe ser pequeño y no tocar el electrodo, la titulación debe realizarse gota a gota y dejar estabilizar para tomar la lectura en el potenciómetro.

8.3.6. Cálculos y expresión de resultados

La acidez presente en la muestra, expresada en g/L, se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{Acidez (g/L)} = \frac{V \times N \times 90}{M}$$

donde:

V son los mililitros de solución de NaOH 0,1 N, gastados en la titulación;

N es la normalidad de la disolución de NaOH;

M es el volumen de la muestra en mL.

8.4 Determinación de sólidos no grasos

8.4.1 Fundamento

Una vez determinado el contenido de sólidos totales de la leche y el contenido de grasa, se determina el contenido de sólidos no grasos por cálculo, ya que los sólidos no grasos están formados por lactosa, proteínas y sales minerales.

8.4.2. Reactivos y material

No se requiere

8.4.3. Equipo

No se requiere.

8.4.4 Procedimiento

Determinar los sólidos totales de acuerdo con la NOM-116-SSA1-1994 y el contenido de grasa de acuerdo con el inciso 8.9 del presente proyecto de norma, o la NMX-F-210-1971, o la NOM-086-SSA1-1994, según sea el caso.

8.4.5 Cálculos y expresión de resultados

Los sólidos no grasos presentes en la muestra, expresados en porcentaje, se calculan utilizando las siguientes fórmulas:

$$\% \text{ sólidos totales} = 100 - \% \text{ humedad}$$

$$\% \text{ de sólidos no grasos} = \% \text{ de sólidos totales} - \% \text{ de grasa}$$

Para convertir el % de sólidos totales en g/L se utiliza la siguiente fórmula:

$$\text{Sólidos totales } \frac{\text{g}}{\text{L}} = \% \text{ sólidos totales} \times 10 \times \text{densidad de la leche}$$

donde:

La expresión "*densidad de la leche*" se determina con el método de prueba NMX-F-737-COFOCALEC-2010.

8.5 Determinación de proteínas por micro Kjeldahl

8.5.1 Fundamento

Este método se basa en la descomposición de los compuestos de nitrógeno orgánico por ebullición con ácido sulfúrico. El hidrógeno y el carbón de la materia orgánica se oxidan para formar agua y bióxido de carbono. El ácido sulfúrico se transforma en sulfato, el cual reduce el material nitrogenado a sulfato de amonio.

El amoniaco se libera después de la adición de hidróxido de sodio y se destila recibiendo en una solución al 2% de ácido bórico. Se titula el nitrógeno amoniacal con una solución valorada de ácido, cuya normalidad depende de la cantidad de nitrógeno que contenga la muestra. En este método se usa el sulfato de cobre como catalizador y el sulfato de potasio para aumentar la temperatura de la mezcla y acelerar la digestión.

8.5.2 Reactivos y materiales

8.5.2.1 Reactivos

- Acido sulfúrico concentrado al 98% (libre de nitrógeno);
- Hidróxido de sodio al 40%;
- Sulfato de Potasio;
- Sulfato de Cobre pentahidratado;
- Acido bórico al 2%;
- Solución de ácido clorhídrico 0,1 N;
- Indicador Wesslob;
- Tabletas Kjeldahl comerciales.

8.5.2.2 Materiales

- Probeta de 50 mL;
- Material común de laboratorio.

8.5.3 Equipo

- Equipo de digestión con control de temperatura ajustable;
- Unidad de destilación y titulación, para aceptar tubo de digestión de 250 mL y frascos para titulación; de 500 mL;
- Tubos de digestión y destilación.

8.5.4 Preparación de la muestra

Agregar al tubo de digestión 12 g de sulfato de potasio y 1 g de sulfato de cobre pentahidratado. Calentar la leche a $38\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Mezclar la muestra para homogeneizar. Pesar $5\text{ mL} \pm 0,1\text{ mL}$ de la muestra caliente e inmediatamente colocarla en el tubo de digestión. (Nota: Los pesos deben ser registrados con una exactitud de 0,0001 g). Adicionar 20 mL de ácido sulfúrico. Cada día se deberá correr un blanco (todos los reactivos sin muestra).

8.5.5 Procedimiento**8.5.5.1 Digestión**

Al inicio se fija una temperatura baja en el equipo de digestión ($180\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $230\text{ }^{\circ}\text{C}$) para evitar la formación de espuma. Se colocan los tubos, con el extractor conectado en el equipo de digestión. El vacío debe ser suficientemente bueno para eliminar los vapores. Digerir por 30 minutos o hasta que se formen vapores blancos. Incrementar la temperatura de $410\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $430\text{ }^{\circ}\text{C}$ y digerir hasta que se aclare la solución. Podría ser necesario incrementar la temperatura en forma gradual, cada 20 minutos, para el control de la espuma. Evitar que la espuma dentro del tubo alcance el extractor o llegue a una distancia de 4-5 cm del borde superior del tubo. Después de que la solución se aclare (cambio de color azul claro a verde), continúe la ebullición cuando menos por una hora. El tiempo aproximado de digestión es de 1,75 a 2,5 horas. Al término de la digestión, la solución debe ser clara y libre de material sin digerir. Enfriar la solución a temperatura ambiente (aproximadamente por 25 minutos). La solución digerida debe ser líquida con pequeños cristales en el fondo del tubo (la cristalización excesiva indica poco ácido sulfúrico residual al fin de la digestión y podría generar bajos resultados. Para reducir las pérdidas de ácido durante la digestión, reducir la tasa de extracción de vapores). Después de enfriar la solución a temperatura ambiente, adicionar 85 mL de agua (el blanco puede requerir 100 mL) a cada tubo, tape para mezclar y deje enfriar a temperatura ambiente.

Cuando se adiciona agua a temperatura ambiente se pueden formar algunos cristales, para después integrarse nuevamente a la solución; esto es normal. Los tubos se pueden tapar para llevar a cabo la destilación posteriormente.

8.5.5.2 Destilación

Coloque la solución de hidróxido de sodio al 50% (o 40%) en el depósito de álcali de la unidad de destilación. Ajuste el volumen de dosificación a 55 mL de NaOH al 50% (65 mL en el caso de NaOH al 40%).

Coloque el tubo de digestión que contiene la solución en la unidad de destilación. Coloque un matraz Erlenmeyer de 500 mL con 50 mL de la solución de ácido bórico al 4% con indicador sobre la plataforma de recepción, asegurando que el tubo del condensador se encuentre dentro de la solución de ácido bórico.

Destilar hasta obtener un volumen de $\approx 150\text{ mL}$. Retirar el matraz de recepción. Titular el destilado con HCl 0,1 N utilizando el indicador Wesslob o el potenciómetro. Registrar el volumen utilizado de HCl con una exactitud de 0,05 mL.

8.5.5.3 Correr como estándar glicina o triptófano y sulfato de amonio con pureza de 99% para determinar el porcentaje de recuperación del método.

$$\% \text{ recuperación sulfato de amonio} = 99\% \quad \text{Glicina} = 98\%$$

8.5.6 Cálculos y expresión de resultados

El nitrógeno presente en la muestra, expresado en porcentaje se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de nitrógeno} = \frac{V \times N \times 0,014 \times 100}{M}$$

donde:

V es el volumen de ácido clorhídrico empleado en la titulación, en mL;

N es la normalidad del ácido clorhídrico;

M es la masa de la muestra en gramos;

0,014 son los miliequivalente del nitrógeno.

El porcentaje de proteínas se obtiene multiplicando el % de nitrógeno obtenido por el factor de 6,38.

Nota.- Para convertir el % de proteína a g/L debe aplicarse la siguiente fórmula:

$$\text{Proteína en } \frac{\text{g}}{\text{L}} = \% \text{ de proteína} \times 10 \times \text{densidad de la leche}$$

8.6 Determinación de Fructuosa, Glucosa, Lactosa, Maltosa y Sacarosa en leche condensada azucarada y deslactosada. Método de Cromatografía Líquida.

8.6.1 Fundamento

Determinar la concentración de cada azúcar en la muestra por cromatografía líquida, comparando contra el área del estándar correspondiente, utilizando el mismo método de medición.

8.6.2 Reactivos y materiales

8.6.2.1 Reactivos

- Acetonitrilo grado HPLC;
- Solución de Acido sulfúrico 0,9 N;
- Patrón de referencia de lactosa;
- Patrón de referencia de fructuosa;
- Patrón de referencia de glucosa;
- Patrón de referencia de maltosa;
- Patrón de referencia de sacarosa.

8.6.2.2.1 Preparación de soluciones

Solución de Acetonitrilo-agua (55:45) fase móvil: adicionar 550 ml de acetonitrilo dentro de un matraz volumétrico de 1000 ml. Adicionar 450 ml de agua desionizada (no se debe medir un reactivo en una probeta y después aforar con el otro). Filtrar la solución a través de una membrana de 0,20 μ m. Agitar ocasionalmente durante la filtración para facilitar el desgasificado o bien usar ultrasonido.

Solución estándar de azúcar 1 g/mL. Seque los estándares de los azúcares individuales por 12 horas a 60 °C bajo condiciones de vacío. Disuelva en agua y diluya en forma seriada a la concentración de 1 g/mL, adicionar 1 mL de ácido sulfúrico 0,90 N. Esta solución debe ser preparada diariamente. La curva de calibración debe ser preparada de acuerdo a la concentración esperada de azúcares presentes en la muestra. Inyectar cada estándar y registrar el área o altura obtenida. Realizar el estadístico de la regresión, el cual debe ser mayor del 0,995. Se calcula la ecuación de la recta.

8.6.2.2 Materiales

- Pipetas de 1 mL a 10 mL, clase A;
- Probetas graduadas de 1 L;
- Embudos de 6 cm de diámetro;
- Membranas filtrantes de 0,20 μ m y 0,45 μ m;
- Papel filtro de filtrado rápido cuantitativo, 11 cm de diámetro, Whatman número 41 o equivalente;
- Matraces Erlenmeyer de 50 y 1000 mL;
- Matraces volumétricos de 1000 mL;
- Pipeta Pasteur de 22,9 cm;
- Viales con tapa.

8.6.3 Equipo

- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg;
- Sistema de cromatografía líquida de alta resolución, con detector de índice de refracción;
- Precolumna de acero inoxidable 2 x 2 mm, empacada con sílica base, enlace amino;
- Columna de HPLC 250 x 4,6 mm con fase estacionaria, base aminada con diámetro de partícula de 5 μ m o equivalente.

8.6.4 Preparación de la muestra

Humectar una pipeta de 10 mL con 2 mL de agua. Retirar el exceso y enjuagar con la muestra de leche.

Llenar la pipeta hasta 9,5 mL y vaciar dentro de un matraz volumétrico seco de 100 mL previamente tarado.

Usar una pipeta Pasteur y adicionar gota a gota hasta alcanzar un peso de 10,0000 + 0,0030 g. Adicionar 1 mL de ácido sulfúrico 0,9 N dentro del matraz y mezclar. Se forma un precipitado. Diluir la muestra hasta el aforo, tapar el matraz y agitar vigorosamente por 20 segundos. Dejar reposar el contenido del matraz hasta que haya una separación de fases. Filtrar alrededor de 29 ml de muestra dentro de un matraz Erlenmeyer de 50 mL descartando los primeros 5 mL filtrados. Pasar una parte del filtrado por una membrana de 0,45 μ m y colocarlo dentro de un vial.

8.6.5 Procedimiento

Se sugieren los siguientes parámetros de operación:

La columna debe encontrarse a temperatura ambiente, la fase móvil debe tener un flujo de 2 mL/min aproximado, la presión no debe exceder de las 176 MPa (2,500 psi). Llevar a cero el detector. Inyectar 15 μ L de la muestra, realizar por duplicado la determinación. El flujo de la columna y la presión deberán ser los óptimos dependiendo de cada sistema para tener resoluciones mínimas de 1,0 entre cada componente de interés.

8.6.6 Cálculo y expresión de resultados

Determinar la concentración de cada azúcar mediante la ecuación de la recta generada por los estándares de calibración.

8.7 Caracterización del perfil de ácidos grasos C-4 a C-22 aplicando el método de prueba descrito en la Norma Mexicana NMX-F-490-NORMEX-1999, así como el que a continuación se describe.

8.7.1 Fundamento

La grasa de la muestra se saponifica con una solución de KOH y acidificada con H_3PO_4 para liberar los ácidos grasos, insolubles y solubles en agua. Los ácidos grasos se separan por filtración. El ácido butírico se determina como ácido libre, por cromatografía de gases, usando estándar interno.

8.7.2 Reactivos y materiales

8.7.2.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, se debe entender agua destilada o desionizada:

- Hidróxido de potasio;
- Acido fosfórico;
- Acido butírico;
- Acido valérico;

8.7.2.1.1 Preparación de soluciones

Solución de hidróxido de potasio a 0,5 N en etanol. Se pesan 4.5 g de hidróxido de potasio y disolver en 100 ml de etanol.

Solución de ácido fosfórico al 5%. Realizar los cálculos pertinentes para adicionar la cantidad exacta en ml de H_3PO_4 y adicionarlo a un matraz aforado de 250 ml llenarlo con agua hasta el aforo.

Solución estándar de ácido butírico a 0,4 mg/mL de H_2O . Pesar 0.0375 g de ácido valérico en un matraz aforado de 25 mL y llenar el matraz con agua hasta la señal del aforo.

Solución de estándar interno 0,25 mg de ácido valérico/mL de H_2O . Pesar 0.0375 g de Ac. Butírico en un matraz aforado de 25 mL y llenar el matraz con agua hasta la señal del aforo.

8.7.2.1.2 Preparación de la curva estándar

Preparar soluciones que contengan 0,008; 0,2; 0,4; 0,8; 1,4 y 2 mg de ácido butírico y 0,5 mg de ácido valérico por mL de agua.

8.7.2.2 Materiales

- Tubos de ensayo de 10 mL con rosca y tapón;
- Pipetas graduadas de 2-5 mL;
- Jeringas para inyección de muestra de 1 μ L, para cromatografía de gases;
- Material común de laboratorio;
- Viales de 1,5 mL;
- Tapones para los viales;
- Vaso de precipitado de 50 mL;
- Perlas de ebullición;

- Vidrio de reloj;
- Embudos de plástico;
- Papel filtro Whatman número 1 o equivalente. Tamaño de poro mediano de filtración media.

8.7.3 Equipo

- Cromatógrafo de Gases, con inyector capilar (split/splitless) y detector de ionización de flama (FID);
- Columna Capilar HP-FFAP (Crosslinked FFAP) 30 m X 0,25 mm de diámetro interior, 0,25 μ m de grosor de película o equivalente;
- Registrador o integrador electrónico o una estación de datos con un software cromatográfico capaz de manejar información;
- Cronómetro;
- Parrilla eléctrica (Plato caliente).

8.7.4 Procedimiento

Optimizar las condiciones cromatográficas del equipo de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Se sugieren las siguientes:

- Detector de ionización de flama (FID);
- Flujo de hidrógeno (mL/min) 35;
- Flujo de aire (mL/min) 450;
- Rango 1 X 12-13;
- Temperatura °C 250;
- Inyector;
- Modo de inyección Split;
- Temperatura °C 250;
- Programa de temperatura;
- Temperatura inicial del horno (°C) 140;
- Temperatura final del horno °C 140;
- Tiempo final (min) 17;
- Gas de acarreo;
- Tipo Nitrógeno;
- Presión 1,26 MPa (18 psi);
- Flujo en el divisor (split)(mL/min) 12,3;
- Flujo (mL/min) 16,4;
- Relación de split 9,4:1.

Nota.- Estas características pueden modificarse, dependiendo del modelo del equipo.

Se funde la grasa extraída de la leche de acuerdo con el procedimiento descrito en la Norma Oficial Mexicana NOM-086-SSA1-1994 o la Norma Mexicana NMX-F-210-1971, según sea el caso, ver apéndice normativo "A".

Pesar 100 mg a 150 mg de la grasa de la muestra en un vaso de precipitado de 50 mL. Adicionar 3 mL de solución etanólica de KOH en el vaso y agregar algunas perlas de ebullición. Tapar con un vidrio de reloj, calentar en un recipiente con agua (baño María) aproximadamente 10 minutos o hasta que los glóbulos de grasa no sean visibles en la superficie. Remover el vidrio de reloj y continuar calentando hasta completar la evaporación del etanol.

Enfriar lentamente el vaso, adicionar 5 mL de agua dentro del vaso, tapar con el vidrio de reloj y agitar en forma circular para completar la disolución. Adicionar 5 mL de H₃PO₄ al vaso y agitar lentamente para coagular y precipitar los ácidos grasos. Filtrar la solución rápidamente. Del filtrado tomar 1 mL en un vial y adicionar 0,5 mL de ácido valérico de la solución de estándar interno, tapar el tubo de ensayo y mezclar el contenido.

Estabilizar la columna durante 30 min a la temperatura de análisis (140 °C). Usar una microjeringa para inyectar 1 μ L a la columna de la solución final. Las dos determinaciones son rápidas.

Nota.- (1) enjuagar la jeringa con agua entre análisis y completado el análisis diluir jabón y lavar para minimizar la corrosión debido al H_3PO_4 . (2) Después de una serie de inyecciones de muestra, inyectar una o más soluciones estándar de ácido butírico y valérico. Verificar la curva de calibración, contra el pico correspondiente, con la relación de altura de pico obtenido de la solución estándar. (3) Los ácidos caproico y caprílico pueden eluir después del valérico y causar interferencia en los análisis subsecuentes con los picos.

Con los estándares de referencia del ácido butírico y del ácido valérico se prepara un vial con concentraciones conocidas para comparar con la curva de calibración, para ver si la curva es estable.

Obtener los cromatogramas y el porcentaje relativo (m/m) del componente.

8.7.5 Cálculos y expresión de resultados

Con los datos obtenidos de la curva de calibración se obtiene un estadístico de la regresión, debe ser mayor del 0,9990, también se obtiene el intercepto y la pendiente, con la ecuación de la recta se calcula la concentración de la muestra inyectada.

$$y = mx + b$$

donde:

y es la relación de áreas del ácido butírico/ácido valérico, leído en el cromatograma de la muestra.

x es la concentración del ácido butírico

m es la pendiente

b es la intercepción

El resultado se expresa en porcentaje de ácido butírico presente en la muestra (g grasa).

8.7.5.1 Repetibilidad

La diferencia entre dos determinaciones realizadas el mismo día, por el mismo analista, con el mismo equipo, en las mismas condiciones sobre la misma muestra, no debe ser mayor de 5% del valor promedio de la relación del ácido butírico y de ácido valérico.

8.7.5.2 Reproducibilidad

La diferencia entre dos determinaciones realizadas en diferentes laboratorios, diferente día y diferentes analistas sobre la misma muestra, en las mismas condiciones, no debe ser mayor de 10% del valor promedio de la relación.

8.8 Densidad

Además de cumplir con la NMX-F-737-COFOCALEC-2010 los resultados deben expresarse en gramos por mililitros (g/mL).

8.9 Grasa butírica

8.9.1 Fundamento

La grasa existe en la leche en forma de emulsión que se estabiliza por medio de los fosfolípidos y las proteínas. El método Gerber se basa en la ruptura de la emulsión por la adición de ácido sulfúrico concentrado.

La grasa libre puede separarse por centrifugación por la adición de una pequeña cantidad de alcohol amílico, el cual actúa como un agente tensoactivo que permite la separación nítida de las capas de grasa y la capa ácido-acuosa.

8.9.2 Reactivos y materiales

8.9.2.1 Reactivos

Todos los reactivos que se indiquen deben ser grado analítico; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada.

Acido sulfúrico puro, de peso específico 1,820 +/- 0,005 a 20 °C aproximadamente al 90%, libre de óxido de nitrógeno y otras impurezas. Se puede preparar a partir de H_2SO_4 98% w/w, midiendo aproximadamente 908 mL de éste más 160 mL de agua (verificar sistemáticamente el peso específico del ácido sulfúrico).

Alcohol amílico 98% v/v, densidad a 20 °C de 0,808 a 0,818 g/mL. En lugar de alcohol amílico se puede utilizar alcohol iso-amílico libre de grasa y furfural, de peso específico de 0,810-0,812 a 20 °C.

Tanto el ácido sulfúrico como el alcohol de cada remesa debe someterse a un control de pureza, colocando en un butirómetro, 11 mL de agua destilada, añadir 10 mL de ácido sulfúrico y 1 mL de alcohol amílico, cerrar el butirómetro y centrifugar durante 3 minutos. Después de 24 h de reposo, no debe observarse ningún trozo de grasa visible en la superficie.

8.9.2.2 Materiales

- Gradillas de acero inoxidable o de material plástico resistente a los ácidos para los butirómetros.
- Medidor automático o pipeta de seguridad para liberar 10,0 mL \pm 0,2 mL de ácido sulfúrico.
- Medidor automático o pipeta de seguridad para liberar 1,0 mL \pm 0,05 mL de alcohol amílico.
- Pipetas volumétricas de 11 mL/20 °C.
- Tapones tipo Gerber, que consiste de un casquete de goma fijado a un juego metálico de cabeza plana, al cual se le adapta un pulsador por el orificio que define el aro metálico del tapón.

Nota.- Todos los equipos materiales e instrumentos que se indican, deben calibrarse.

8.9.3 Equipos

Butirómetro de vidrio, resistente a soluciones ácidas, con las características:

Butirómetro	Tipo de leche fluida	Nota
Rango de escala de 0 a 0,5%, con división de 0,02%	Leche descremada	Para este caso se puede utilizar el doble de volumen de leche y reactivos
Rango de escala de 0 a 4,0%, con división de 0,05%	Leche entera y parcialmente descremada	-
Rango de escala de 0 a 5%, 0 a 6%, 0 a 7%, 0 a 8%, con división de 0,1%	Leche entera	-
Rango de escala de 0 a 10%, con división de 0,2%	Leche entera con alto contenido de grasa	-

- Centrífuga capaz de girar a una velocidad media de 1 200 rpm y puede o no tener control de temperatura.

- Baño María con control de temperatura para mantener a 65 °C \pm 2 °C y altura tal para sumergir los butirómetros en posición vertical, con toda la escala completamente inmersa.

- Termómetro de mercurio con capacidad para medir 65 °C \pm 2 °C.

8.9.4 Preparación de la muestra

Antes de analizar las muestras de leche deben atemperarse a 20 °C. Es preciso alcanzar esta temperatura, porque todas las pipetas aforadas están calibradas a 20 °C.

Si a 20 °C no se obtiene un buen reparto de la materia grasa, se calienta la muestra de 35 °C-40 °C, se mezcla con cuidado y se enfría rápidamente a 20 °C \pm 2 °C.

Una vez atemperada a 20 °C, las muestras de leche se deben mezclar cuidadosamente, para evitar la formación de espuma, y permitir un reparto homogéneo de la materia grasa, inmediatamente proceder de la siguiente manera:

8.9.5 Procedimiento

Colocar los butirómetros limpios y secos en una gradilla, se introducen en cada uno de ellos 10 ml de ácido sulfúrico, usando el medidor automático, cuidando de no impregnar el cuello del butirómetro.

Mezclar la muestra a analizar, invirtiendo el recipiente tapado en tres o cuatro tiempos e inmediatamente medir 11 mL de leche (realizar el análisis por duplicado), depositándola en los butirómetros, de la siguiente manera:

La punta de la pipeta debe estar apoyada en posición oblicua (aproximadamente en ángulo de 45°) contra la pared interna del cuello del butirómetro, para permitir que la leche se deslice a lo largo del vidrio y se superponga al ácido sulfúrico sin producir rastros de ennegrecimiento (evitar que el ácido y la leche se mezclen).

Para terminar, se añade 1,0 mL de alcohol amílico dentro de cada butirómetro por medio del medidor automático.

Tapar el butirómetro, utilizando el pulsador como punto de presión.

Agitar los butirómetros en dos tiempos; en un primer tiempo se debe realizar una agitación vigorosa, sin interrupción y sin inversiones, hasta conseguir que la leche y el ácido sulfúrico se mezclen y la proteína se disuelva.

Posteriormente invertir los butirómetros unas cuantas veces, permitiendo que el ácido de la sección de la escala graduada y el de la ampolla terminal se mezclen.

La agitación termina cuando no queden vestigios de caseína sin disolver.

Durante esta operación se recomienda tener el butirómetro envuelto en una tela, ya que la mezcla de ácido sulfúrico con la leche ocasiona una reacción exotérmica.

Inmediatamente colocar los butirómetros en la centrífuga.

Centrifugar los butirómetros durante 5 minutos, a la velocidad de 1000 a 1200 rpm.

Una vez concluida la centrifugación, colocar los butirómetros, con la escala hacia arriba, en un baño María a 65 °C, durante 5 min 10 min (tiempo necesario para permitir la separación total de la grasa), es imprescindible que la capa de la grasa en la escala se mantenga enteramente inmersa en el agua caliente.

Remover el butirómetro del baño de agua y alzarlo verticalmente hasta que el menisco de la columna de grasa esté al nivel de los ojos. Ajustar la columna de grasa, girando con cuidado el tapón hasta colocar los límites de la capa de grasa dentro de la escala, haciendo coincidir la parte inferior de la capa de grasa con una de las divisiones de la escala del butirómetro.

La diferencia entre esta división y la correspondiente al menisco de la parte superior de la capa de grasa, indica el contenido de grasa de la leche en porcentaje w/v, repetir la centrifugación por 5 minutos y leer el resultado, informar este último.

8.9.6 Cálculos y expresión de resultados

El contenido de grasa presente en la muestra, expresado en porcentaje, se calcula de la siguiente manera:

$$B - A$$

donde:

A es la lectura al inicio de la columna de grasa.

B es la lectura de la parte superior de la columna de grasa

El resultado se expresa directamente en por ciento de la grasa contenida en la leche (% w/v) es decir g de grasa/100 mL de leche.

Para convertir el resultado expresado en peso/volumen (w/v), se divide el valor numérico de la lectura entre la densidad de la leche. Expresando el resultado en (w/w), es decir gramos/100 g de leche.

8.9.6.1 Criterios de aceptación

La diferencia máxima permitida entre duplicados de mediciones realizadas por el mismo analista bajo las mismas condiciones de análisis para leche descremada debe ser 0,05%; para leche parcialmente descremada y entera 0,1%.

Notas:

El número máximo de posibles repeticiones de calentamiento y centrifugación será de 2.

Si la lectura después de la segunda centrifugación es mayor de 0,05% de la primera, agitar nuevamente y repetir el procedimiento. Si después de la tercera lectura la diferencia sigue siendo mayor a 0,05%, se anula el resultado.

Cuando la segunda lectura es menor de 0,05% de la primera, informar el resultado de la primera.

Si se observa la presencia de burbujas de aire en la capa de grasa se volverá a colocar el butirómetro en el baño María hasta que desaparezcan.

Cuando se forman depósitos oscuros entre la capa de la materia grasa y la solución. La causa puede deberse a que la leche se mezcló mal mezclada con el ácido, que las impurezas procedan del ácido o que provengan de partículas de los tapones. En este caso se debe repetir el análisis.

Si la materia grasa no se separa completamente, puede ocurrir que los butirómetros se hayan enfriado o que la cantidad de alcohol isoamílico sea insuficiente. En el primer caso, será necesario calentar el butirómetro en baño María y en el segundo caso se deberá repetir el análisis.

En caso de usar una centrífuga con control de temperatura, no es necesario incubar los butirómetros en baño María. Se debe mantener la centrífuga a 65 °C ± 1 °C.

8.9.7 Medidas de seguridad

El analista debe consultar siempre la información respecto a la exposición y manejo seguro de los reactivos químicos especificados en este método y emplear el equipo de seguridad apropiado.

Para la dosificación del ácido sulfúrico, el analista debe protegerse mediante guantes de caucho y gafas de protección, así como también durante la agitación del butirómetro en el cartucho.

Limpieza de los butirómetros.- Vaciar el contenido en un recipiente especial para este fin, mientras el butirómetro se encuentra caliente. Lavar abundantemente con agua caliente y jabón empleando un cepillo, enjuagar con agua destilada y secar. Periódicamente se recomienda lavar con detergente alcalino para eliminar residuos de grasa.

Limpieza de las tapas.- Enjuagar empleando agua caliente y dejar secar a temperatura ambiente (no estufa).

8.10 Determinación de reductores directos (Lactosa)

8.10.1 Fundamento

Las proteínas de la muestra de leche las proteínas, utilizando soluciones de acetato de zinc y ferrocianuro de potasio. Se filtra y en el filtrado se determina la lactosa aprovechando su propiedad de ser un azúcar reductor directo el cual reduce el cobre de sus sales alcalinas mediante una valoración volumétrica, según el método de Lane y Eynon.

8.10.2 Reactivos y materiales

8.10.2.1 Reactivos

- Acetato de zinc;
- Acido acético glacial;
- Ferrocianuro de potasio;
- Sulfato de cobre pentahidratado;
- Tiosulfato de sodio;
- Yoduro de potasio;
- Tartrato de sodio y potasio;
- Hidróxido de sodio;
- Azul de metileno;
- Lactosa anhidra pura;
- Acido benzoico.

8.10.2.1.1 Preparación de soluciones

Solución de acetato de zinc. Disolver 21,9 g de acetato de zinc (Cristalino) y 3 mL de ácido acético glacial en agua y diluir a 100 mL.

Solución de ferrocianuro de potasio. Disolver 10,6 g de ferrocianuro de potasio en 100 mL de agua destilada.

Solución (A) de sulfato de cobre. Disolver 34,639 g de sulfato de cobre pentahidratado en agua destilada y diluir a 500 mL, utilizando un matraz volumétrico de 500 mL; filtrar a través de papel filtro whatman número 4 o equivalente. Ajustar la solución determinando el contenido de cobre en una alícuota con tiosulfato de sodio 0,1 N y yoduro de potasio al 20% hasta obtener 440,0 mg de cobre por cada 25 mL.

Solución (B) de tartrato de sodio y potasio. Disolver 173 g de tartrato de sodio y potasio y 50 g de hidróxido de sodio en agua y diluir a 500 mL; dejar reposar 2 días y filtrar a través de papel filtro whatman número 4 o equivalente.

Solución acuosa de azul de metileno al 0,2%. Disolver 0,2 g de azul de metileno en 100 mL de agua.

Solución patrón de lactosa. Disolver 10 g de lactosa anhidra pura y diluir a 1 litro con solución acuosa al 0,2% de ácido benzoico.

Titulación de la solución $A - B$. Medir con una pipeta volumétrica 5 mL de la solución A y 5 mL de la solución B en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Agregar 100 mL de agua, unos cuerpos de ebullición y calentar en parrilla cerrada a ebullición; agregar poco a poco con una bureta, solución patrón de lactosa hasta la casi reducción total del cobre. Añadir 1 mL de azul de metileno y continuar la titulación hasta la desaparición del color azul. Calcular los miligramos de lactosa que se necesitan para titular la solución $A - B$.

Este valor corresponde al factor (F) del reactivo.

8.10.2.2 Materiales

- Matraz volumétrico de 250 mL;
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL;
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL;
- Pipetas volumétricas de 5 mL;
- Pipetas graduadas de 5 mL;
- Bureta de 50 mL graduada en décimas;
- Placa caliente;
- Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg.

8.10.3 Procedimiento

Pesar 10 g a 12 g de muestra homogénea en un vaso de precipitados de 50 mL, transferir cuantitativamente con 200 mL de agua destilada caliente (40 °C a 50 °C) a un matraz volumétrico de 250 mL, mezclar y dejar reposar 30 min. Agregar 4 mL de la solución de ferrocianuro de potasio y 4 mL de acetato de zinc, mezclar. Aforar y filtrar.

Medir con una pipeta volumétrica 5 mL de la solución A y 5 mL de la solución B en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Agregar 100 mL de agua, unos cuerpos de ebullición y calentar en parrilla cerrada a ebullición; agregar poco a poco con una bureta, el filtrado obtenido de la muestra, hasta la casi reducción total del cobre. Añadir 1 mL de azul de metileno y continuar la titulación hasta la desaparición del color azul.

8.10.4 Cálculos y expresión de resultados

La concentración de lactosa contenida en la muestra, expresada en porcentaje, se calcula con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de reductores directos en lactosa} = \frac{250/V(100)(F)}{M}$$

donde:

V son los mililitros gastados de la muestra para titular la solución A + B;

M es el peso de la muestra;

F es el factor del reactivo de Fehling, en gramos de lactosa.

9. Información comercial

Las etiquetas de los productos objeto de este proyecto de norma, además de cumplir con las disposiciones establecidas en las normas oficiales mexicanas NOM-002-SCFI-1993, NOM-008-SCFI-2002, NOM-030-SCFI-2006; disposiciones de etiquetado de la NOM-051-SCFI/SSA1-2010 y, en su caso, con la NOM-086-SSA1-1994 y NOM-243-SSA1-2010 (véase 3. Referencias), deben indicar lo siguiente:

9.1 Denominación comercial

9.1.1 La denominación del producto objeto de este proyecto de norma, deberá corresponder a lo establecido en el apartado 6.2 de este ordenamiento, de forma tal que sea clara y visible para el consumidor.

9.2 Deberá declararse la lista de ingredientes, el número de lote y la fecha de caducidad o la de consumo preferente, como se especifica en los numerales 4.2.2, 4.2.6 y 4.2.7 de la NOM-051-SCFI/SSA1-2010.

10. Evaluación de la conformidad

10.1 Este proyecto de norma oficial mexicana, no es certificable y el cumplimiento con la veracidad de la información comercial de las etiquetas de los productos sujetos a la presente norma se realizará de conformidad con lo dispuesto en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y su Reglamento.

Las especificaciones de producto contenidas en el presente proyecto de norma, pueden certificarse a través de un esquema voluntario, en términos de lo dispuesto por la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y su Reglamento.

10.2 En caso de ser necesaria la determinación del origen de la grasa contenida en los productos objeto de este proyecto de norma, puede utilizarse la metodología descrita en el inciso 8.7 del presente proyecto de norma oficial mexicana.

10.3 Cuando en la información comercial de los productos sujetos al cumplimiento de esta NOM, se declaren parámetros no especificados en la misma, se debe verificar su veracidad tomando como referencia los valores declarados en el etiquetado del producto, aceptándose una tolerancia de más menos 10% para parámetros estandarizados en la línea de producción, y de más menos 20% para parámetros naturales del producto.

11. Verificación y vigilancia

La verificación y vigilancia del presente proyecto de norma oficial mexicana, estará a cargo de la Secretaría de Economía, la Procuraduría Federal del Consumidor y la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios, conforme a sus respectivas atribuciones.

APENDICE NORMATIVO A

Complemento del método de prueba descrito en el inciso 8.7 "Caracterización del perfil de ácidos grasos C-4 a C-22.

A.1 Fundamento.

La grasa y los residuos de los productos objeto de este proyecto de norma oficial mexicana, son disueltos en éter etílico y éter de petróleo después de que el producto ha sido desnaturalizado con oxalato y alcohol.

A.2 Equipo

- Centrífuga;
- Campana extractora de gases;
- Homogeneizador de alimentos;
- Rotavapor.

A.3 Materiales

- Tubos para centrífuga;
- Probetas de diversas capacidades;
- Pipetas de diversas capacidades;
- Peras de decantación de vidrio o plástico;
- Tubos para centrífuga con rosca;
- Tubos de ensaye de 50 mL con tapa de rosca;
- Matraces de reacción de fondo plano de 125 mL;
- Embudo;
- Tubo de ensaye.

A.4 Reactivos

- Alcohol etílico o metílico (cualquiera de los dos);
- Eter etílico;
- Eter de petróleo;
- Solución saturada de cloruro de sodio;
- Sulfato de sodio, anhidro granular, grado reactivo;
- Oxalato de potasio o sodio.

A.5 Actividades

Para la extracción de grasa de los productos objeto de este proyecto de norma oficial mexicana, se debe tratar la muestra dependiendo del tipo de producto de que se trate:

Para dicho productos, colocar en un tubo de centrífuga 100 g de leche, fórmula láctea o producto lácteo combinado, 100 mL de alcohol y 1 g de oxalato y mezclar.

Nota.- Si los tubos para centrífuga o el recipiente del procesador de los productos objeto de esta NOM, no tienen la capacidad necesaria para realizar las operaciones de una sola vez, se pueden realizar en varios pasos.

Adicionar 50 mL de éter etílico y agitar vigorosamente por 1 min; entonces adicionar 50 mL de éter de petróleo y agitar por otro minuto.

Centrifugar a 1 500 rpm por 5 min. No dejar los tapones en los tubos durante la centrifugación.

Transferir la capa orgánica a una pera de decantación que contenga de 500 a 600 mL de agua y 30 mL de solución saturada de cloruro de sodio.

Lavar la fase acuosa que se encuentra en el tubo de centrifugación con 25 mL de éter de petróleo y 25 mL de éter etílico, transferir a la pera de decantación la fase orgánica. Realizar este lavado dos veces.

Cautelosamente mezclar para combinar los extractos orgánicos y el agua girando la pera de decantación de un lado al otro. Descartar la fase acuosa.

Lavar suavemente el disolvente con dos porciones de 100 mL de agua, descartando la fase acuosa cada vez. Si se forma una emulsión agregar 5 mL de solución saturada de cloruro de sodio.

Pasar la fase orgánica por un embudo que contenga sulfato de sodio, coleccionar el disolvente en un matraz de reacción.

Lavar con pequeñas porciones de éter la pera de decantación y el embudo. Agregando este solvente al matraz de reacción.

Evaporar el disolvente en el rotavapor, una vez evaporado éste se traspasa a un tubo de ensaye con tapón previamente identificado.

Cálculos

No aplica.

12. Bibliografía

12.1 Ley Federal sobre Metrología y Normalización, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 1999.

12.2 Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 14 de enero de 1999.

12.3 Reglamento de la Ley General de Salud en materia de control sanitario de actividades, establecimientos, productos y servicios, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 18 de enero de 1988.

12.4 Keating, P.F., Introducción a la lactología, Editorial Limusa-Wiley, Argentina, 1999.

12.5 Karen E. Smith, Ph. D., Background on Milk Protein Products, Wisconsin Center for Dairy Research, Agosto de 2001.

12.6 Gösta Bylund, Dairy processing handbook. Ed. Tetra Pak Processing Systems AB, Suecia, 1995.

12.7 Goff, Douglas, Dairy Science and Technology Education, Ed. University of Guelph, Canada, 1995.

12.8 Moncada Jiménez, Alfonso y Beatriz Haydeé Pelayo Consuegra, "Análisis químico, microbiológico y fisicoquímico de la leche: calidad y contenido nutrimental" en: El libro blanco de la leche, Cámara Nacional de Industriales de la Leche, México, marzo de 2011.

13. Concordancia con normas internacionales

Este proyecto de norma oficial mexicana no es equivalente con ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

APENDICE INFORMATIVO A

Las unidades °H (grados Horvet) no pertenecen al Sistema General de Unidades de Medida (NOM-008-SCFI-1993). En el cuerpo de este proyecto de norma oficial mexicana aparecen entre paréntesis sólo para fines prácticos, ya que las unidades para temperatura que deben emplearse son K (unidades Kelvin) o °C (grados Celsius).

ARTICULOS TRANSITORIOS

PRIMERO: El presente proyecto de norma oficial mexicana, entrará en vigor 60 días naturales después de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

SEGUNDO: El presente proyecto de norma oficial mexicana, cancelará a la Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003, Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba publicada en el Diario Oficial de la Federación el 12 de septiembre de 2003.

TERCERO: El presente proyecto de norma oficial mexicana, cancelará la totalidad de los criterios, reglas, instructivos, resoluciones, manuales, circulares, lineamientos, procedimientos u otras disposiciones de carácter obligatorio derivados de la Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003, Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba publicada en el Diario Oficial de la Federación el 12 de septiembre de 2003.

México, D.F., a 28 de noviembre de 2011.- El Director General de Normas y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio, **Christian Turégano Roldán**.- Rúbrica.

PROYECTO de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-183-SCFI-2011, Producto lácteo y producto lácteo combinado-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Economía.

PROYECTO DE NORMA OFICIAL MEXICANA PROY-NOM-183-SCFI-2011, "PRODUCTO LACTEO Y PRODUCTO LACTEO COMBINADO-DENOMINACIONES, ESPECIFICACIONES FISICOQUIMICAS, INFORMACION COMERCIAL Y METODOS DE PRUEBA".

CHRISTIAN TUREGANO ROLDAN, Director General de Normas y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio (CCNNSUICPC), con fundamento en los artículos 34 fracciones XIII y XXXI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 39 fracción V, 40 fracción XII, 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 33 de su Reglamento; artículos 19 fracciones I, XIV, XV del Reglamento Interior de esta Secretaría y artículo 4 fracción I de las Reglas de Operación del CCNNSUICPC, expide para consulta pública el Proyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-183-SCFI-2011, "Producto lácteo y producto lácteo combinado-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba", a efecto de que dentro de los siguientes 60 días naturales los interesados presenten sus comentarios ante el CCNNSUICPC, ubicado en avenida Puente de Tecamachalco número 6, colonia Lomas de Tecamachalco, Sección Fuentes, Naucalpan de Juárez, código postal 53950, Estado de México, teléfono 57 29 93 00, Ext. 43222, Fax 55 20 97 15, o bien a los correos electrónicos paola.martinez@economia.gob.mx; maria.medinam@economia.gob.mx y/o salvador.franco@economia.gob.mx, para que en los términos de la Ley de la materia se consideren en el seno del Comité que lo propuso.

México, D.F., a 28 de noviembre de 2011.- El Director General de Normas y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio, **Christian Turégano Roldán**.- Rúbrica.

PROYECTO DE NORMA OFICIAL MEXICANA PROY-NOM-183-SCFI-2011, "PRODUCTO LACTEO Y PRODUCTO LACTEO COMBINADO-DENOMINACIONES, ESPECIFICACIONES FISICOQUIMICAS, INFORMACION COMERCIAL Y METODOS DE PRUEBA"**PREFACIO**

En la elaboración del presente proyecto de norma oficial mexicana participaron las siguientes instituciones:

- SECRETARIA DE ECONOMIA
Dirección General de Normas
- PROCURADURIA FEDERAL DEL CONSUMIDOR
Laboratorio Nacional de Protección al Consumidor
- SECRETARIA DE AGRICULTURA, GANADERIA, DESARROLLO RURAL, PESCA Y ALIMENTACION
Coordinación General de Ganadería

INDICE

OBJETIVO
CAMPO DE APLICACION
REFERENCIAS
DEFINICIONES
SIMBOLOS Y ABREVIATURAS
DENOMINACION COMERCIAL Y CLASIFICACION
ESPECIFICACIONES
METODOS DE PRUEBA
INFORMACION COMERCIAL
EVALUACION DE LA CONFORMIDAD
VERIFICACION Y VIGILANCIA
APENDICE NORMATIVO "A"
BIBLIOGRAFIA
CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES
APENDICE INFORMATIVO "A"
TRANSITORIOS

1. Objetivo

El presente proyecto de norma oficial mexicana establece las denominaciones comerciales de los diferentes tipos de producto lácteo y producto lácteo combinado, que se comercializan dentro del territorio de los Estados Unidos Mexicanos, así como las especificaciones fisicoquímicas que deben reunir esos productos para ostentar dichas denominaciones, los métodos de prueba para demostrar su cumplimiento y la información comercial que deben contener las etiquetas de los envases que los contienen.

2. Campo de aplicación

El presente proyecto de norma oficial mexicana es aplicable a los diferentes tipos de producto lácteo y producto lácteo combinado, que se comercializan dentro del territorio de los Estados Unidos Mexicanos, cuya denominación comercial debe corresponder a las establecidas en este proyecto de norma oficial mexicana.

Para los fines de este proyecto de norma oficial mexicana, los productos comprendidos en su campo de aplicación, no podrán denominarse a partir de su nombre de uso común, de una descripción de acuerdo a las características básicas de su composición y naturaleza o cualquier otro análogo.

3. Referencias

Para la correcta aplicación de este proyecto de norma oficial mexicana se deben consultar las siguientes normas oficiales mexicanas y normas mexicanas vigentes:

NOM-002-SCFI-1993, Productos preenvasados. Contenido neto. Tolerancias y métodos de verificación, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de octubre de 1993.

NOM-008-SCFI-2002, Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 1993.

NOM-030-SCFI-2006, Información comercial. Declaración de cantidad en la etiqueta. Especificaciones, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de noviembre de 2006.

NOM-051-SCFI/SSA1-2010, Especificaciones generales de etiquetado para alimentos y bebidas no alcohólicas preenvasados-Información comercial y sanitaria, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de abril de 2010.

NOM-086-SSA1-1994, Bienes y servicios. Alimentos y bebidas no alcohólicas con modificación en su composición. Especificaciones nutrimentales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 26 de junio de 1996.

NOM-116-SSA1-1994, Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico. Método por arena o gasa, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 10 de agosto de 1995.

NOM-243-SSA1-2010, Productos y servicios. Leche, fórmula láctea, producto lácteo combinado y derivados lácteos. Disposiciones y especificaciones sanitarias. Métodos de prueba, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de septiembre de 2010.

NMX-F-744-COFOCALEC-2011, Sistema Producto Leche-Alimentos-Lácteos-Determinación de grasa butírica en leche en polvo y productos de leche en polvo-método de prueba gravimétrico (Método de referencia) (Cancela a la NMX-F-210-1971). Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 16 de junio de 2011.

NMX-F-490-1999-NORMEX, Alimentos-Aceites y grasas-Determinación de la composición de ácidos grasos a partir de C6 por cromatografía de gases. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2 de marzo de 1999.

NMX-F-737-COFOCALEC-2010, Sistema producto leche-alimentos-lácteos-Determinación de la densidad en leche fluida y fórmula láctea-Método de prueba (Esta norma mexicana cancela a la NMX-F-424-S-1982). Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 21 de julio de 2010.

4. Definiciones

Para efectos del presente proyecto de norma oficial mexicana, aplican las definiciones siguientes:

4.1 Aditivo

Cualquier sustancia permitida que, sin tener propiedades nutritivas, se incluya en la formulación de los productos y que actúe como estabilizante, conservador o modificador de sus características organolépticas, para favorecer ya sea su estabilidad, conservación, apariencia o aceptabilidad.

4.2 Adulteración

Cuando la naturaleza o composición del producto lácteo o del producto lácteo combinado, no corresponda a aquellas con las que se denomine, etiquete, anuncie, suministre o cuando no corresponda a las especificaciones establecidas en este proyecto de norma oficial mexicana, o cuando el producto lácteo o el producto lácteo combinado, hayan sido objeto de tratamiento que disimule su alteración o encubran defectos en su proceso o en la calidad sanitaria de las materias primas utilizadas.

4.3 Agua para uso y consumo humano

Aquella que no contiene contaminantes objetables ya sean químicos o agentes infecciosos y que no causa efectos nocivos al ser humano.

4.4 Alimento

Cualquier sustancia o producto, sólido, semisólido, natural o transformado, que proporciona al organismo elementos para su nutrición.

4.5 Almacenamiento

Acción de guardar, reunir en una bodega, local, silo o sitio específico, el producto lácteo y el producto lácteo combinado, para su conservación, custodia, suministro, futuro procesamiento o venta.

4.6 Azúcares

Todos los monosacáridos y disacáridos presentes en un alimento o bebida no alcohólica.

4.7 Caseína

Es el producto obtenido de la coagulación de las proteínas de la leche por la acción de agentes coagulantes en la leche, ya sean de origen biológico (enzimas y cultivos de bacteria lácticas) o químicos (ácidos); la cuajada así obtenida es sometida a los procesos de lavado con agua potable, pasteurización y deshidratación entre otros.

4.8 Colorante

Sustancia natural o sintética que imparte color a los alimentos, tales como tartracina, eritrosina, betacaroteno y extractos de origen vegetal.

4.9 Concentración

Proceso por el que se disminuye la cantidad de agua del producto lácteo o el producto lácteo combinado, manteniendo una cierta cantidad de humedad por el proceso de evaporación, ósmosis inversa, ultrafiltración, adición de sólidos lácteos u otros procesos.

4.10 Consumidor

Persona física o moral que adquiere o disfruta como destinatario final productos alimenticios y bebidas no alcohólicas preenvasados.

4.11 Contenido

Cantidad de producto preenvasado que por su naturaleza puede cuantificarse para su comercialización, por cuenta numérica de unidades de producto.

4.12 Contenido neto

Cantidad de producto lácteo o producto lácteo combinado preenvasada que permanece después de que se han hecho todas las deducciones de tara cuando sea el caso.

4.13 Declaración de propiedades nutrimentales

Cualquier texto o representación que afirme, sugiera o implique que un alimento o bebida no alcohólica preenvasado tiene propiedades nutrimentales particulares, no sólo en relación con su valor energético, o contenido de: proteínas, grasas o lípidos, carbohidratos o hidratos de carbono, o contenido de vitaminas y nutrimentos inorgánicos (minerales).

No constituye declaración de propiedades nutrimentales:

a) La mención de sustancias en la lista de ingredientes ni la denominación o marca del producto preenvasado;

b) La mención de nutrimentos como parte obligatoria del etiquetado nutrimental, cuando la adición del mismo sea obligatoria;

c) La declaración cuantitativa o cualitativa en la etiqueta de propiedades nutrimentales de algunos nutrimentos o ingredientes, cuando ésta sea obligatoria, de conformidad con los ordenamientos jurídicos aplicables.

4.14 Declaración nutrimental

Relación o enumeración del contenido de nutrimentos de un alimento o bebida no alcohólica preenvasado.

4.15 Denominación

Nombre asignado al producto lácteo y al producto lácteo combinado, a partir del proceso al que son sometidos y a sus especificaciones fisicoquímicas (ver definición de proceso).

4.16 Deshidratación

Método de conservación del producto lácteo y del producto lácteo combinado, que consiste en reducir su contenido de agua hasta un límite máximo de 4%.

4.17 Edulcorante

Sustancia que produce la sensación de dulzura, de origen natural (Ejemplos: sacarosa, fructuosa, glucosa, miel, melazas) o sintéticos (Ejemplo: sacarina, aspartamo (aspartame), acesulfamo K (acesulfame K)).

4.18 Embalaje

Material que envuelve, contiene y protege al producto lácteo o al producto lácteo combinado, preenvasados, para efectos de su almacenamiento y transporte.

4.19 Envasado aséptico

Al proceso que reúne las condiciones de esterilidad comercial para evitar la presencia de microorganismos en el producto durante el envasado.

4.20 Envase

Cualquier recipiente o envoltura en el cual está contenido el producto lácteo o el producto lácteo combinado, preenvasado para su venta al consumidor.

4.21 Estandarización

Proceso por el cual se ajusta el contenido de grasa y/o proteína y/o sólidos propios del producto lácteo o el producto lácteo combinado al nivel correspondiente de acuerdo con su denominación.

4.22 Etiqueta

Cualquier rótulo, marbete, inscripción, imagen u otra materia descriptiva o gráfica, escrita, impresa, estarcida, marcada, grabada en alto o bajo relieve, adherida o sobrepuesta al envase del producto lácteo o del producto lácteo combinado, preenvasado o, cuando no sea posible por las características del producto de que se trate, al embalaje.

4.23 Evaporación

Proceso térmico por el cual se elimina gradualmente agua del producto lácteo o del producto lácteo combinado en forma de vapor, obteniendo un producto concentrado. Dicho proceso puede ir acompañado de la aplicación de vacío.

4.24 Fecha de caducidad

Fecha límite en que se considera que las características sanitarias y de calidad que debe reunir para su consumo un producto preenvasado, almacenado en las condiciones sugeridas por el responsable del producto, se reducen o eliminan de tal manera que después de esta fecha no debe comercializarse ni consumirse.

4.25 Fecha de consumo preferente

Fecha en que, bajo determinadas condiciones de almacenamiento, expira el periodo durante el cual el producto preenvasado es comercializable y mantiene las cualidades específicas que se le atribuyen tácita o explícitamente, pero después de la cual el producto preenvasado puede ser consumido.

4.26 Filtración

Proceso por el cual se separan del producto lácteo o producto lácteo combinado, las partículas microscópicas ajenas o no al producto.

4.27 Grasa butírica

Es la grasa que se obtiene de la leche, que se caracteriza por tener un alto contenido de ácidos grasos saturados, incluyendo el ácido butírico.

4.28 Grasa vegetal

Es el producto obtenido a partir de las plantas permitidas para aceites vegetales comestibles, aptos para consumo humano, que haya sido sometido a extracción y, en su caso, refinación, lavado, deodorizado, blanqueo, hibernación o desencerado, winterización, entre otros procesos.

4.29 Homogeneización

Se refiere al método para estabilizar la emulsión, al provocar una ruptura de los glóbulos grandes de grasa, para formar un mayor número de ellos de menor tamaño.

4.30 Ingrediente

Cualquier sustancia o producto, incluidos los aditivos, que se emplee en la fabricación, elaboración, preparación o tratamiento de un alimento o bebida no alcohólica y esté presente en el producto final, transformado o no.

4.31 Lactosa

Azúcar propio de la leche.

4.32 Lote

La cantidad de un producto elaborado en un mismo ciclo, integrado por unidades homogéneas e identificado con un código específico.

4.33 Métodos de prueba

Procedimientos analíticos utilizados en el laboratorio para comprobar que un producto satisface las especificaciones que establece la norma.

4.34 Microfiltración

Es el procedimiento mediante el cual se concentran las moléculas suspendidas (por ejemplo, esporas bacterianas, bacteria, células grasas) y se lleva a cabo por una membrana de 0,05 micrones a 10 micrones de porosidad, de tal forma que sólo quedan retenidas las moléculas suspendidas, lo cual se logra con presiones de 10 kPa a 50 kPa (0,1 kgf/cm² a 5 kgf/cm²).

4.35 Muestra

Total de unidades de producto provenientes de un lote y que representan las características y condiciones del mismo.

4.36 Nutrimiento

Cualquier sustancia incluyendo a las proteínas, aminoácidos, grasas o lípidos, carbohidratos o hidratos de carbono, agua, vitaminas y nutrimentos inorgánicos (minerales) consumida normalmente como componente de un alimento o bebida no alcohólica que:

- a) Proporciona energía; o
- b) Es necesaria para el crecimiento, el desarrollo y el mantenimiento de la vida; o
- c) Cuya carencia haga que se produzcan cambios químicos o fisiológicos característicos.

4.37 Osmosis inversa

Sistema de concentración de líquidos, que consiste en hacer pasar a través de una membrana semipermeable (0,1 a 1,0 nanómetros de porosidad) aplicando una presión hidráulica para contrarrestar la presión osmótica del líquido.

4.38 Pasteurización

Al tratamiento térmico al que se somete el producto lácteo o el producto lácteo combinado, consistente en una relación de temperatura y tiempo que garantice la destrucción de organismos patógenos y la inactivación de algunas enzimas de los alimentos.

4.39 Porción

Cantidad de producto que se sugiere consumir o generalmente se consume en una ingestión, expresada en unidades del Sistema General de Unidades de Medida.

4.40 Proceso

Conjunto de actividades relativas a la obtención, elaboración, fabricación, preparación, conservación, mezclado, acondicionamiento, envasado, manipulación, transporte, distribución, almacenamiento y expendio o suministro al público del producto lácteo o el producto lácteo combinado.

4.41 Producto preenvasado

Los productos objeto de este proyecto de norma oficial mexicana, que son colocados en un envase de cualquier naturaleza, en ausencia del consumidor, y la cantidad de producto contenido en él no puede ser alterada, a menos que el envase sea abierto o modificado perceptiblemente.

4.42 Saborizante

Sustancias que imparten sabor a los alimentos de origen natural o sintético (ejemplo: extractos vegetales y de frutas, sabor artificial a plátano y fresa).

4.43 Sólidos lácteos

Son los componentes propios de la leche como: proteínas, caseína, lactoalbúminas, lactosa, grasa, sales minerales, entre otros.

4.44 Suero de leche

Líquido obtenido de la coagulación de la caseína de la leche, mediante la acción de enzimas coagulantes de origen animal, vegetal o microbiano, por la adición de ácidos orgánicos o minerales de grado alimentario; acidificación por intercambio iónico hasta alcanzar el punto isoeléctrico de la caseína.

4.45 Ultrafiltración

Proceso de concentración semejante a la ósmosis inversa, pero que se lleva a cabo por una membrana de 1 nanómetro a 200 nanómetros de porosidad, por lo que sólo quedan retenidas las moléculas de alto peso molecular.

4.46 Ultrapasteurización

Proceso al cual es sometido el producto a una adecuada relación de temperatura y tiempo, envasado asépticamente para garantizar la esterilidad comercial.

5. Símbolos y abreviaturas

Cuando en este proyecto de norma oficial mexicana se haga referencia a los siguientes símbolos y abreviaturas se entiende por:

°C	grados Celsius.
°H	grados Horvet.
g	gramo.
mL,	ml mililitros.
g/L,	g/l gramos por litro.
g/mL,	g/ml gramos por mililitro.
mg/L,	mg/l miligramos por litro.
±	más o menos.
m/m	masa por masa.
mín.	mínimo.
mín.	mínimo.
kPa	kilo pascales.
MPa	mega pascales.
kgf/cm ²	(kilogramos fuerza por centímetro cuadrado).
%	porcentaje.

6. Denominación comercial y clasificación

6.1 Denominación comercial

6.1.1 Producto lácteo

Es el producto elaborado a partir de ingredientes propios de la leche, tales como caseína, grasa, suero de leche, agua para uso y consumo humano, con un mínimo de 22 g/L de proteína de la leche y, de ésta, el 80% de caseína, puede contener grasas de origen vegetal en las cantidades necesarias para ajustarlo a las especificaciones establecidas en las tablas 1 a 6 del presente proyecto de norma oficial mexicana.

6.1.2 Producto lácteo combinado

El producto elaborado a partir de sólidos lácteos y otros ingredientes, el cual debe contener como mínimo 15 g/L de proteína propia de la leche y, de ésta, el 80% de caseína, además de cumplir con las especificaciones establecidas en las tablas 7 y 8.

6.2 Clasificación

Las clasificaciones del producto lácteo y producto lácteo combinado, para consumo humano, son las que se describen en las tablas 1 y 2:

Tabla 1.- Clasificación del producto lácteo

	Tipo de grasa	Proceso primario	Proceso secundario	Sabor
Producto lácteo	<ul style="list-style-type: none"> Producto lácteo Producto lácteo con grasa vegetal 	Rehidratada Reconstruida Deslactosada	Pasteurizada Ultrapasteurizada Microfiltrada Ultra Evaporada Condensada Azucarada Deshidratada o en polvo Concentrada	Con sabor a ... Sabor a ...

Nota: Para el caso del producto lácteo, la denominación del producto debe incluir la clasificación por el tipo de grasa (grasa vegetal), debe incluir, de haberlo, algún proceso primario y en todos los casos, debe incluir cuando menos un proceso secundario y para el caso del producto lácteo saborizado, indicarlo en la etiqueta.

Tabla 2.- Clasificación de producto lácteo combinado

	Tipo de grasa	Proceso primario	Proceso secundario	Sabor
Producto lácteo combinado	<ul style="list-style-type: none"> • Producto lácteo combinado • Con grasa vegetal 	Rehidratado Reconstruido Deslactosado	Pasteurizado Ultrapasteurizado Microfiltrado Ultra Evaporado Condensado Azucarado Deshidratado o en polvo Concentrado	Con sabor a ... Sabor a ... Con ... (ingrediente)

Nota: Para el caso del producto lácteo combinado, la denominación del producto debe incluir la clasificación por el tipo de grasa, cuando contenga grasa vegetal, debe incluir, de haberlo, algún proceso primario y en todos los casos, debe incluir cuando menos un proceso secundario y para el caso del producto lácteo combinado saborizado, indicarlo en la etiqueta.

7. Especificaciones

El producto lácteo y producto lácteo combinado, objeto de este proyecto de norma oficial mexicana, deben cumplir con las disposiciones y requisitos establecidos en las normas oficiales mexicanas vigentes (ver capítulo 3. Referencias); así como las especificaciones que se indican en las tablas de la 3 a la 8 del presente proyecto de norma oficial mexicana.

7.1 Especificaciones para el producto lácteo

7.1.1 El producto lácteo pasteurizado, ultrapasteurizado, microfiltrado ultra y rehidratado debe cumplir con las especificaciones descritas en la Tabla 3.

Tabla 3.- Especificaciones para el producto lácteo pasteurizado, ultrapasteurizado, microfiltrado ultra y rehidratado

Especificaciones	Producto lácteo	Métodos de prueba
Proteínas propias de la leche, g/L	22 mín.	Véase inciso 8.4
Caseína g/L	15,4 mín.	Ver inciso 8.1
Grasa g/L	Lo declarado en la etiqueta	Incisos 8.6 y 8.8
Densidad g/mL	1,029 mín.	NMX-F-737-COFOCALEC-2010, ver inciso 8.7
Acidez g/L	0,9-1,5	Ver inciso 8.2
Sólidos no grasos g/L	83 mín.	Ver inciso 8.3
Lactosa g/L	55 mín.	Ver incisos 8.5 y 8.9

7.1.2 El producto lácteo concentrado debe cumplir con las especificaciones descritas en la Tabla 4.

Tabla 4.- Especificaciones para producto lácteo concentrado (50/50):

Especificaciones	Producto lácteo concentrado	Métodos de prueba
Proteínas propias de la leche, g/L	44 mín.	Véanse incisos 8.4
Caseína g/L	30,8 mín.	Ver inciso 8.1
Grasa g/L	Lo declarado en la etiqueta	NOM-086-SSA1-1994 y ver inciso 8.6
Sólidos no grasos g/L	166 mín.	Ver inciso 8.3
Lactosa g/L	110	Ver incisos 8.5 y 8.9

7.1.3 El producto lácteo en polvo o deshidratado debe cumplir con las especificaciones descritas en la Tabla 5.

Tabla 5.- Especificaciones el producto lácteo en polvo o deshidratado

Especificaciones	Producto lácteo en polvo o deshidratado	Métodos de prueba
Proteínas propias de la leche, % (m/m)	22 mín.	Véase inciso 8.4
Caseína % (m/m)	15,4 mín.	Ver inciso 8.1
Grasa % (m/m)	Lo declarado en la etiqueta	NOM-086-SSA1-1994 y ver inciso 8.6
Humedad % (m/m)	4 máx.	NOM-243-SSA1-2010

7.1.4 El producto lácteo saborizado debe cumplir con las especificaciones descritas en la Tabla 6.

Tabla 6.- Especificaciones para el producto lácteo con sabor

Especificaciones	Producto lácteo saborizado	Métodos de prueba
Proteínas propias de la leche, g/L	22 mín.	Véase inciso 8.4
Caseína g/L	15,4 mín.	Ver inciso 8.1
Grasa g/L	Lo declarado en la etiqueta	NOM-086-SSA1-1994 y ver inciso 8.6

7.2 Especificaciones para producto lácteo combinado

7.2.1 El producto lácteo combinado pasteurizado, ultrapasteurizado o microfiltrado ultra, debe cumplir con lo descrito en la Tabla 7.

Tabla 7.- Especificaciones para producto lácteo combinado pasteurizado, ultrapasteurizado o microfiltrado ultra

Especificaciones	Producto lácteo combinado	Métodos de prueba
Proteínas propias de la leche, g/L	15 mín.	Véase inciso 8.4
Caseína g/L	10,5 mín.	Ver inciso 8.1
Grasa g/L	Lo declarado en la etiqueta	NOM-086-SSA1-1994 y ver inciso 8.6

7.2.2 El producto lácteo combinado en polvo o deshidratado debe cumplir con lo descrito en la Tabla 8.

Tabla 8.- Especificaciones para producto lácteo combinado en polvo o deshidratado

Especificaciones	Producto lácteo combinado	Métodos de prueba
Proteínas propias de la leche, % (m/m)	15 mín.	Véase inciso 8.4
Caseína % (m/m)	10,5 mín.	Ver inciso 8.1
Grasa % (m/m)	Lo declarado en la etiqueta	NOM-086-SSA1-1994
Humedad % (m/m)	4 máx.	NOM-243-SSA1-2010

Nota: Cuando en la expresión del resultado de los métodos de prueba descritos o referenciados en esta NOM indiquen unidades de medida, las cuales no coincidan con las unidades de medida establecidas en las especificaciones de las tablas incluidas en este proyecto de norma oficial mexicana, se debe realizar la conversión correspondiente.

8. Métodos de prueba

Para la verificación de las especificaciones que se establecen en este proyecto de norma oficial mexicana, se deben aplicar las normas mexicanas que se indican en el capítulo 3, Referencias, o los métodos de prueba que a continuación se establecen:

8.1 Determinación de caseína en el producto lácteo y producto lácteo combinado

8.1.1 Fundamento

La caseína se precipita con ácido acético en su punto isoeléctrico a pH 4,6 y posteriormente se cuantifica por el método de Kjeldahl-Gunning. La caseína y demás materias orgánicas son oxidadas por el ácido sulfúrico y el nitrógeno orgánico de las proteínas se fija con sulfato de amonio; esta sal se hace reaccionar con una base fuerte para desprender amoniaco que se destila y se recibe en un ácido débil, en el cual se puede titular el amoniaco con un ácido fuerte. En este método de Kjeldahl-Gunning, se usa el sulfato de cobre como catalizador y el sulfato de sodio para aumentar la temperatura de la mezcla y acelerar la digestión.

8.1.2 Reactivos y materiales

8.1.2.1 Reactivos

- Acido acético (1:9)
- Acido bórico
- Acido clorhídrico
- Acido sulfúrico 93% a 98% (libre de nitrógeno)
- Granallas de zinc grado reactivo
- Indicador de Wesslow
- Sulfato de cobre
- Sulfato de sodio anhidro grado reactivo

8.1.2.1.1 Preparación del indicador Wesslow

Mezclar dos partes de "a" y una parte de "b",

a) Rojo de metilo al 0,2% en una mezcla de 60 mL de alcohol etílico y 40 mL de agua ($(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{N}=\text{NC}_6\text{H}_4\text{COOH}$ y $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ y H_2O).

b) Azul de metileno al 0,2% en agua $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCl}_2\text{Cl}_2\text{Zn}\cdot\text{H}_2\text{O}$.

8.1.2.2 Materiales

- Bureta de 50 mL;
- Espátula;
- Embudo de filtración;
- Vaso de precipitado de 100 mL;
- Probeta de 100 mL y 250 mL;
- Papel filtro de filtración lenta con retención de cristales finos.
- Pipeta de 1,0 mL;
- Matraces Kjeldhal de 500 mL;
- Matraces Erlenmeyer de 500 mL;
- Agitador magnético.

8.1.3 Equipo

- Balanza analítica con exactitud de 0,1 mg
- Digestor-destilador de Kjeldhal

8.1.4 Preparación de la muestra

La reconstitución del producto lácteo o producto lácteo combinado en polvo se deberá realizar de la siguiente forma:

Pesar un gramo de producto lácteo o producto lácteo combinado en polvo en un vaso de precipitado de 100 ml, disolver completamente con agua de 40°C a 42°C, dejar reposar 10 min y posteriormente adicionar 0,30 mL de ácido acético 1:9, mezclar suavemente por rotación y dejar reposar de 3 min a 5 min.

8.1.5 Procedimiento

Medir 10 mL de producto lácteo o producto lácteo combinado en un vaso de precipitados de 100 ml adicionar 90 mL de agua destilada de 40°C a 42°C e inmediatamente adicionar aproximadamente 1,5 mL de solución de ácido acético (1:9) hasta llegar a un pH de 4,6, mezclar suavemente.

Continuar conforme al procedimiento indicado en el inciso 8.4.

8.1.6 Expresión de resultados

El nitrógeno presente en la muestra, expresado en porcentaje se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Nitrógeno} = V \times N \times 0,14 \times \frac{100}{M}$$

donde:

M es el volumen o peso de la muestra.

V es el volumen gastado en la muestra-Volumen gastado en el blanco.

N es la normalidad del ácido clorhídrico.

$0,014$ son los miliequivalentes del nitrógeno;

El porcentaje de proteínas se obtiene multiplicando el % de nitrógeno obtenido por el factor de 6,38. Para convertir el porcentaje de proteína en $\frac{g}{L}$ de caseína se utiliza la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Proteína (m/m)} = \% \text{ Caseína } \frac{g}{L} \text{ Caseína} \\ = \% \text{ de Proteína} \times 10 \times \text{densidad del producto lácteo o del producto lácteo combinado}$$

8.2 Determinación de acidez

8.2.1 Fundamento

La acidez se mide con base a una titulación alcalimétrica con hidróxido de sodio 0,1 N utilizando fenoltaleína como indicador o, en su caso, utilizando un potenciómetro para detectar el pH de 8,3 que corresponde al fin de la titulación.

8.2.2 Reactivos y materiales

8.2.2.1 Reactivos

- Hidróxido de Sodio **0,1 N** (valorado) **NaOH**
- Solución indicadora al 1% de fenoltaleína $(C_6H_4OH)_2COC_6H_4CO$
- Alcohol etílico (C_2H_5OH)
- Disolución indicadora al 0,12% de cloruro o acetato de rosanilina
- Disolución buffer pH 7
- Disolución buffer pH 10

8.2.2.1.1 Preparación de disoluciones

- Pesar 1,0 g de fenoltaleína en 100 mL de alcohol etílico.
- Pesar 0,12 g de cloruro o acetato de rosanilina y disolverlo con alcohol etílico al 95% (v/v), adicionar 0,5 mL de ácido acético glacial y llevar a un volumen de 100 mL.
- Diluir 1 mL de esta disolución con 500 mL de alcohol etílico al 95%.
- Almacenar ambas disoluciones en frasco color ámbar.

8.2.2.2 Materiales

- Pipeta graduada de 10 mL
- Pipeta volumétrica de 20 mL
- Matraz de 125 mL

8.2.3. Equipo

- Bureta de 50 mL graduada en 0,1 mL.
- Potenciómetro

8.2.4. Procedimiento

Medir 20 mL de muestra en un matraz. Adicionar 40 mL de agua libre de CO₂. Añadir 2 mL de fenoltaleína y titular con hidróxido de sodio 0,1 N hasta la aparición de un color rosado persistente, cuando menos un minuto, empleando como guía de color una muestra de control de acetato o cloruro de rosanilina preparada de la siguiente manera:

Medir 20 mL de muestra en un matraz.

Añadir 2 mL de la disolución de acetato o cloruro de rosanilina; agitar con una varilla de vidrio.

Para el caso potenciométrico:

Calibrar el potenciómetro con las disoluciones buffer de pH 7 y 10.

Medir 20 mL de muestra en un vaso de precipitado de 50 mL y titular con hidróxido de sodio 0,1 N hasta pH de 8.3. Tomar varias precauciones:

El magneto utilizado para la agitación debe ser pequeño y no tocar el electrodo, la titulación debe realizarse gota a gota y dejar estabilizar para tomar la lectura en el potenciómetro.

8.2.5. Cálculos y expresión de resultados

La acidez presente en la muestra, expresada en g/L, se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{Acidez (g/L)} = \frac{V \times N \times 90}{M}$$

donde:

V son los mililitros de solución de NaOH 0,1 N, gastados en la titulación.

N es la normalidad de la disolución de NaOH.

M es el volumen de la muestra en mL.

8.3 Determinación de sólidos no grasos

8.3.1 Fundamento

Una vez determinado el contenido de sólidos totales del producto lácteo o producto lácteo combinado y el contenido de grasa, se determina el contenido de sólidos no grasos por cálculo, ya que los sólidos no grasos están formados por lactosa, proteínas y sales minerales.

8.3.2. Reactivos y material

No se requiere.

8.3.3. Equipo

No se requiere.

8.3.4. Procedimiento

Determinar los sólidos totales de acuerdo con la NOM-116-SSA1-1994 y el contenido de grasa de acuerdo con el inciso 8.7 del presente proyecto de norma, o la NMX-F-744-2011, o la NOM-086-SSA1-1994, según sea el caso.

8.3.5. Cálculos y expresión de resultados

Los sólidos no grasos presentes en la muestra, expresados en porcentaje, se calculan utilizando las siguientes fórmulas:

$$\% \text{ Sólidos totales} = 100 - \% \text{ humedad}$$

$$\% \text{ de sólidos no grasos} = \% \text{ de sólidos totales} - \% \text{ de grasa}$$

Para convertir el % de sólidos totales en g/L se utiliza la siguiente fórmula:

$$\text{Sólidos totales} \frac{\text{g}}{\text{L}} = \% \text{ sólidos totales} \times 10 \times \text{densidad del producto lácteo o producto lácteo combinado}$$

donde:

La expresión, "densidad de la leche", se determina con el método de prueba NMX-F-737-COFOCALEC-2010.

8.4 Determinación de proteínas por micro Kjeldahl.

8.4.1 Fundamento

Este método se basa en la descomposición de los compuestos de nitrógeno orgánico por ebullición con ácido sulfúrico. El hidrógeno y el carbón de la materia orgánica se oxidan para formar agua y bióxido de carbono. El ácido sulfúrico se transforma en sulfato, el cual reduce el material nitrogenado a sulfato de amonio.

El amoníaco se libera después de la adición de hidróxido de sodio y se destila recibiendo en una solución al 2% de ácido bórico. Se titula el nitrógeno amoniacal con una solución valorada de ácido, cuya normalidad depende de la cantidad de nitrógeno que contenga la muestra. En este método se usa el sulfato de cobre como catalizador y el sulfato de potasio para aumentar la temperatura de la mezcla y acelerar la digestión.

8.4.2 Reactivos y materiales

8.4.2.1 Reactivos

- Ácido sulfúrico concentrado al 98% (libre de nitrógeno);
- Hidróxido de sodio al 40%;
- Sulfato de Potasio;
- Sulfato de Cobre pentahidratado;
- Ácido bórico al 2%;
- Solución de ácido clorhídrico 0,1N;
- Indicador Wesslob;
- Tabletas Kjeldahl comerciales.

8.4.2.2 Materiales

- Probeta de 50 mL.
- Material común de laboratorio.

8.4.3 Equipo

- Equipo de digestión con control de temperatura ajustable.
- Unidad de destilación y titulación, para aceptar tubo de digestión de 250 mL y frascos para titulación de 500 mL.
- Tubos de digestión y destilación.

8.4.4 Preparación de la muestra

Agregar al tubo de digestión 12 g de sulfato de potasio y 1 g de sulfato de cobre pentahidratado. Calentar el producto lácteo o producto lácteo combinado a $38^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Mezclar la muestra para homogeneizar. Pesar 5 mL \pm 0,1 mL de la muestra caliente e inmediatamente colocarla en el tubo de digestión. (Nota: Los pesos deben ser registrados con una exactitud de 0,0001 g). Adicionar 20 mL de ácido sulfúrico. Cada día se deberá correr un blanco (todos los reactivos sin muestra).

8.4.5 Procedimiento

8.4.5.1 Digestión

Al inicio se fija una temperatura baja en el equipo de digestión (180°C a 230°C) para evitar la formación de espuma. Se colocan los tubos, con el extractor conectado en el equipo de digestión. El vacío debe ser suficientemente bueno para eliminar los vapores. Digerir por 30 minutos o hasta que se formen vapores blancos. Incrementar la temperatura de 410 a 430°C y digerir hasta que se aclare la solución. Podría ser necesario incrementar la temperatura en forma gradual, cada 20 minutos, para el control de la espuma. Evitar que la espuma dentro del tubo alcance el extractor o llegue a una distancia de 4-5 cm del borde superior del tubo. Después de que la solución se aclare (cambio de color azul claro a verde), continúe la ebullición cuando menos por una hora. El tiempo aproximado de digestión es de 1,75 a 2,5 horas. Al término de la digestión, la solución debe ser clara y libre de material sin digerir. Enfriar la solución a temperatura ambiente (aproximadamente por 25 minutos). La solución digerida debe ser líquida con pequeños cristales en el fondo del tubo (la cristalización excesiva indica poco ácido sulfúrico residual al fin de la digestión y podría generar bajos resultados. Para reducir las pérdidas de ácido durante la digestión, reducir la tasa de extracción de vapores). Después de enfriar la solución a temperatura ambiente, adicionar 85 mL de agua (el blanco puede requerir 100 mL) a cada tubo, tape para mezclar y deje enfriar a temperatura ambiente.

Cuando se adiciona agua a temperatura ambiente se pueden formar algunos cristales, para después integrarse nuevamente a la solución; esto es normal. Los tubos se pueden tapar para llevar a cabo la destilación posteriormente.

8.4.5.2 Destilación

Coloque la solución de hidróxido de sodio al 50% (o 40%) en el depósito de álcali de la unidad de destilación. Ajuste el volumen de dosificación a 55 mL de NaOH al 50% (65 mL en el caso de NaOH al 40%).

Coloque el tubo de digestión que contiene la solución en la unidad de destilación. Coloque un matraz Erlenmeyer de 500 mL con 50 mL de la solución de ácido bórico al 4 % con indicador sobre la plataforma de recepción, asegurando que el tubo del condensador se encuentre dentro de la solución de ácido bórico.

Destilar hasta obtener un volumen de 150 mL. Retirar el matraz de recepción. Titular el destilado con HCl 0,1N utilizando el indicador Wesslob o el potenciómetro. Registrar el volumen utilizado de HCl con una exactitud de 0,05 mL.

8.4.5.3 Correr como estándar glicina o triptófano y sulfato de amonio con pureza de 99% para determinar el porcentaje de recuperación del método.

$$\% \text{ recuperación sulfato de amonio} = 99 \% \text{ Glicina} = 98 \%$$

8.4.6 Cálculos y expresión de resultados

El nitrógeno presente en la muestra, expresado en porciento se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de nitrógeno} = \frac{V \times N \times 0,014 \times 100}{M}$$

donde:

V es el volumen de ácido clorhídrico empleado en la titulación, en mL.

N es la normalidad del ácido clorhídrico.

M es la masa de la muestra en gramos.

0,014 son los miliequivalente del nitrógeno.

El porcentaje de proteínas se obtiene multiplicando el % de nitrógeno obtenido por el factor de 6,38.

Nota.- Para convertir el % de proteína a g/L debe aplicarse la siguiente fórmula:

$$\text{Proteína en } \frac{\text{g}}{\text{L}} = \% \text{ de proteína} \times 10 \times \text{densidad de la leche}$$

8.5 Determinación de Fructuosa, Glucosa, Lactosa, Maltosa y Sacarosa en leche condensada azucarada y deslactosada. Método de Cromatografía Líquida.

8.5.1 Fundamento

Determinar la concentración de cada azúcar en la muestra por cromatografía líquida, comparando contra el área del estándar correspondiente, utilizando el mismo método de medición.

8.5.2 Reactivos y materiales

8.5.2.1 Reactivos

- Acetonitrilo grado HPLC.
- Solución de Acido sulfúrico 0,9 N.
- Patrón de referencia de lactosa.
- Patrón de referencia de fructuosa.
- Patrón de referencia de glucosa.
- Patrón de referencia de maltosa.
- Patrón de referencia de sacarosa.

8.5.2.2.1 Preparación de soluciones

Solución de Acetonitrilo-agua (55:45) fase móvil: adicionar 550 ml de acetonitrilo dentro de un matraz volumétrico de 1000 ml. Adicionar 450 ml de agua desionizada (no se debe medir un reactivo en una probeta y después aforar con el otro). Filtrar la solución a través de una membrana de 0,20 μ m. Agitar ocasionalmente durante la filtración para facilitar el desgasificado o bien usar ultrasonido.

Solución estándar de azúcar 1 g/mL. Seque los estándares de los azúcares individuales por 12 horas a 60°C bajo condiciones de vacío. Disuelva en agua y diluya en forma seriada a la concentración de 1 g/mL adicionar 1 mL de ácido sulfúrico 0,90 N. Esta solución debe ser preparada diariamente. La curva de calibración debe ser preparada de acuerdo a la concentración esperada de azúcares presentes en la muestra. Inyectar cada estándar y registrar el área o altura obtenida. Realizar el estadístico de la regresión, el cual debe ser mayor del 0,995. Se calcula la ecuación de la recta.

8.5.2.2 Materiales

- Pipetas de 1 mL a 10 mL, clase A.
- Probetas graduadas de 1 L.
- Embudos de 6 cm de diámetro.
- Membranas filtrantes de 0,20 m y 0,45 m.
- Papel filtro de filtrado rápido cuantitativo, 11 cm de diámetro, Whatman número 41 o equivalente.
- Matraces Erlenmeyer de 50 y 1000 mL.
- Matraces volumétricos de 1000 mL.
- Pipeta Pasteur de 22,9 cm.
- Viales con tapa.

8.5.3 Equipo

- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
- Sistema de cromatografía líquida de alta resolución, con detector de índice de refracción.
- Precolumna de acero inoxidable 2 x 2 mm, empacada con sílica base, enlace amino.
- Columna de HPLC 250 x 4,6 mm con fase estacionaria, base aminada con diámetro de partícula de 5 m o equivalente.

8.5.4 Preparación de la muestra

Humectar una pipeta de 10 mL con 2 mL de agua. Retirar el exceso y enjuagar con la muestra de leche.

Llenar la pipeta hasta 9,5 mL y vaciar dentro de un matraz volumétrico seco de 100 mL previamente tarado.

Usar una pipeta Pasteur y adicionar gota a gota hasta alcanzar un peso de 10,0000 + 0,0030 g. Adicionar 1 mL de ácido sulfúrico 0,9 N dentro del matraz y mezclar. Se forma un precipitado. Diluir la muestra hasta el aforo, tapar el matraz y agitar vigorosamente por 20 segundos. Dejar reposar el contenido del matraz hasta que haya una separación de fases. Filtrar alrededor de 29 ml de muestra dentro de un matraz Erlenmeyer de 50 mL descartando los primeros 5 mL filtrados. Pasar una parte del filtrado por una membrana de 0,45 m y colocarlo dentro de un vial.

8.5.5 Procedimiento

Se sugieren los siguientes parámetros de operación:

La columna debe encontrarse a temperatura ambiente, la fase móvil debe tener un flujo de 2 mL/min aproximado, la presión no debe exceder de las 176 MPa (2,500 psi). Llevar a cero el detector. Inyectar 15 μ l de la muestra, realizar por duplicado la determinación. El flujo de la columna y la presión deberán ser los óptimos dependiendo de cada sistema para tener resoluciones mínimas de 1,0 entre cada componente de interés.

8.5.6 Cálculo y expresión de resultados

Determinar la concentración de cada azúcar mediante la ecuación de la recta generada por los estándares de calibración.

8.6 Caracterización del perfil de ácidos grasos C-4 a C-22 aplicando el método de prueba descrito en la Norma Mexicana NMX-F-490-NORMEX-1999, así como el que a continuación se describe.

8.6.1 Fundamento

La grasa de la muestra se saponifica con una solución de KOH y acidificada con H_3PO_4 para liberar los ácidos grasos, insolubles y solubles en agua. Los ácidos grasos se separan por filtración. El ácido butírico se determina como ácido libre, por cromatografía de gases, usando estándar interno.

8.6.2 Reactivos y materiales**8.6.2.1 Reactivos**

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, se debe entender agua destilada o desionizada.

- Hidróxido de potasio.
- Acido fosfórico.
- Acido butírico.
- Acido valérico.

8.6.2.1.1 Preparación de soluciones

Solución de hidróxido de potasio a 0,5 N en etanol. Se pesan 4.5 g de hidróxido de potasio y disolver en 100 ml de etanol.

Solución de ácido fosfórico al 5%. Realizar los cálculos pertinentes para adicionar la cantidad exacta en ml de H₃PO₄ y adicionarlo a un matraz aforado de 250 ml llenarlo con agua hasta el aforo.

Solución estándar de ácido butírico a 0,4 mg/mL de H₂O. Pesar 0.0375 g de ácido valérico en un matraz aforado de 25 mL y llenar el matraz con agua hasta la señal del aforo.

Solución de estándar interno 0,25 mg de ácido valérico/mL de H₂O. Pesar 0,0375 g de Ac. Butírico en un matraz aforado de 25 mL y llenar el matraz con agua hasta la señal del aforo.

8.6.2.1.2 Preparación de la curva estándar

Preparar soluciones que contengan 0,008 mg; 0,2 mg; 0,4 mg; 0,8 mg; 1,4 mg y 2 mg de ácido butírico y 0,5 mg de ácido valérico por mL de agua.

8.6.2.2 Materiales

- Tubos de ensayo de 10 mL con rosca y tapón.
- Pipetas graduadas de 2-5 mL.
- Jeringas para inyección de muestra de 1 L, para cromatografía de gases.
- Material común de laboratorio.
- Viales de 1,5 mL.
- Tapones para los viales.
- Vaso de precipitado de 50 mL.
- Perlas de ebullición.
- Vidrio de reloj.
- Embudos de plástico.
- Papel filtro Whatman número 1 o equivalente. Tamaño de poro mediano de filtración media.

8.6.3 Equipo

- Cromatógrafo de Gases, con inyector capilar (split/splitless) y detector de ionización de flama (FID).
- Columna Capilar HP-FFAP (Crosslinked FFAP) 30 m X 0,25 mm de diámetro interior, 0,25 μm de grosor de película o equivalente.
- Registrador o integrador electrónico o una estación de datos con un software cromatográfico capaz de manejar información.
- Cronómetro.
- Parrilla eléctrica (Plato caliente).

8.6.4 Procedimiento

Optimizar las condiciones cromatográficas del equipo de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Se sugieren las siguientes:

Detector de ionización de flama (FID)

Flujo de hidrógeno (mL/min) 35

Flujo de aire (mL/min) 450

Rango 1 X 12 - 13

Temperatura 250°C

Inyector

Modo de inyección split

Temperatura 250°C

Programa de temperatura

Temperatura inicial del horno 140°C

Temperatura final del horno 140°C

Tiempo final (min) 17

Gas de acarreo

Tipo Nitrógeno

Presión 1,26 MPa (18 psi)

Flujo en el divisor (split)(mL/min) 12,3

Flujo (mL/min) 16,4

Relación de split 9,4:1

Nota.- Estas características pueden modificarse, dependiendo del modelo del equipo.

Se funde la grasa extraída del producto lácteo o producto lácteo combinado de acuerdo con el procedimiento descrito en la Norma Oficial Mexicana NOM-086-SSA1-1994 o la Norma Mexicana NMX-F-744-2011, según sea el caso, ver apéndice normativo "A".

Pesar 100 a 150 mg de la grasa de la muestra en un vaso de precipitado de 50 mL. Adicionar 3 mL de solución etanólica de KOH en el vaso y agregar algunas perlas de ebullición. Tapar con un vidrio de reloj, calentar en un recipiente con agua (baño María) aproximadamente 10 minutos o hasta que los glóbulos de grasa no sean visibles en la superficie. Remover el vidrio de reloj y continuar calentando hasta completar la evaporación del etanol.

Enfriar lentamente el vaso, adicionar 5 mL de agua dentro del vaso, tapar con el vidrio de reloj y agitar en forma circular para completar la disolución. Adicionar 5 mL de H_3PO_4 al vaso y agitar lentamente para coagular y precipitar los ácidos grasos. Filtrar la solución rápidamente. Del filtrado tomar 1 mL en un vial y adicionar 0,5 mL de ácido valérico de la solución de estándar interno, tapar el tubo de ensayo y mezclar el contenido.

Estabilizar la columna durante 30 min a la temperatura de análisis (140°C). Usar una microjeringa para inyectar 1 μ L a la columna de la solución final. Las dos determinaciones son rápidas.

Nota.- (1) enjuagar la jeringa con agua entre análisis y completado el análisis diluir jabón y lavar para minimizar la corrosión debido al H_3PO_4 . (2) Después de una serie de inyecciones de muestra, inyectar una o más soluciones estándar de ácido butírico y valérico. Verificar la curva de calibración, contra el pico correspondiente, con la relación de altura de pico obtenido de la solución estándar. (3) Los ácidos caproico y caprílico pueden eluir después del valérico y causar interferencia en los análisis subsecuentes con los picos.

Con los estándares de referencia del ácido butírico y del ácido valérico se prepara un vial con concentraciones conocidas para comparar con la curva de calibración, para ver si la curva es estable.

Obtener los cromatogramas y el porcentaje relativo (m/m) del componente.

8.6.5 Cálculos y expresión de resultados

Con los datos obtenidos de la curva de calibración se obtiene un estadístico de la regresión, debe ser mayor del 0,9990, también se obtiene el intercepto y la pendiente, con la ecuación de la recta se calcula la concentración de la muestra inyectada.

$$y = mx + b$$

donde:

y es la relación de áreas del ácido butírico/ácido valérico leído en el cromatograma de la muestra.

x es la concentración del ácido butírico

m es la pendiente

b es la intercepción

El resultado se expresa en porcentaje de ácido butírico presente en la muestra (g grasa).

8.6.5.1 Repetibilidad

La diferencia entre dos determinaciones realizadas el mismo día, por el mismo analista, con el mismo equipo, en las mismas condiciones sobre la misma muestra, no debe ser mayor de 5% del valor promedio de la relación del ácido butírico y de ácido valérico.

8.6.5.2 Reproducibilidad

La diferencia entre dos determinaciones realizadas en diferentes laboratorios, diferente día y diferentes analistas sobre la misma muestra, en las mismas condiciones, no debe ser mayor de 10% del valor promedio de la relación.

8.7 Densidad

Además de cumplir con la NMX-F-737-COFOCALEC-2010 los resultados deben expresarse en gramos por mililitros (g/mL).

8.8 Grasa butírica

8.8.1 Fundamento

La grasa existe en el producto lácteo o producto lácteo combinado en forma de emulsión que se estabiliza por medio de los fosfolípidos y las proteínas. El método Gerber se basa en la ruptura de la emulsión por la adición de ácido sulfúrico concentrado.

La grasa libre puede separarse por centrifugación por la adición de una pequeña cantidad de alcohol amílico, el cual actúa como un agente tensoactivo que permite la separación nítida de las capas de grasa y la capa ácido-acuosa.

8.8.2 Reactivos y materiales

8.8.2.1 Reactivos

Todos los reactivos que se indiquen deben ser grado analítico; cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada.

Acido sulfúrico puro, de peso específico 1,820 +/- 0,005 a 20°C aproximadamente al 90%, libre de óxido de nitrógeno y otras impurezas. Se puede preparar a partir de H₂SO₄ 98% w/w, midiendo aproximadamente 908 mL de éste más 160 mL de agua (verificar sistemáticamente el peso específico del ácido sulfúrico).

Alcohol amílico 98% v/v, densidad a 20°C de 0,808 g/mL a 0,818 g/mL. En lugar de alcohol amílico se puede utilizar alcohol iso-amílico libre de grasa y furfuro, de peso específico de 0,810-0,812 a 20°C.

Tanto el ácido sulfúrico como el alcohol de cada remesa debe someterse a un control de pureza, colocando en un butirómetro, 11 mL de agua destilada, añadir 10 mL de ácido sulfúrico y 1 mL de alcohol amílico, cerrar el butirómetro y centrifugar durante 3 minutos. Después de 24 h de reposo, no debe observarse ningún trozo de grasa visible en la superficie.

8.8.2.2 Materiales

- Gradillas de acero inoxidable o de material plástico resistente a los ácidos para los butirómetros.
- Medidor automático o pipeta de seguridad para liberar 10,0 mL ± 0,2 mL de ácido sulfúrico.
- Medidor automático o pipeta de seguridad para liberar 1,0 mL ± 0,05 mL de alcohol amílico.
- Pipetas volumétricas de 11 mL/20°C.
- Tapones tipo Gerber, que consiste de un casquete de goma fijado a un juego metálico de cabeza plana, al cual se le adapta un pulsador por el orificio que define el aro metálico del tapón.

Nota.- Todos los equipos materiales e instrumentos que se indican, deben calibrarse.

8.8.3 Equipos

Butirómetro de vidrio, resistente a soluciones ácidas, con las siguientes características:

Butirómetro	Nota
Rango de escala de 0 a 0,5%, con división de 0,02%	Para este caso se puede utilizar el doble de volumen de leche y reactivos
Rango de escala de 0 a 4,0%, con división de 0,05%	
Rango de escala de 0 a 5%, 0 a 6%, 0 a 7%, 0 a 8%, con división de 0,1%	
Rango de escala de 0% a 10%, con división de 0,2%	-

- Centrífuga capaz de girar a una velocidad media de 1 200 rpm y puede o no tener control de temperatura.

- Baño María con control de temperatura para mantener a 65°C ± 2°C y altura tal para sumergir los butirómetros en posición vertical, con toda la escala completamente inmersa.

- Termómetro de mercurio con capacidad para medir 65°C ± 2°C.

8.8.4 Preparación de la muestra

Antes de analizar las muestras de producto lácteo o producto lácteo combinado deben atemperarse a 20°C. Es preciso alcanzar esta temperatura, porque todas las pipetas aforadas están calibradas a 20°C.

Si a 20°C no se obtiene un buen reparto de la materia grasa, se calienta la muestra de 35°C-40°C, se mezcla con cuidado y se enfría rápidamente a 20°C ± 2°C.

Una vez atemperada a 20°C, las muestras de producto lácteo o producto lácteo combinado se deben mezclar cuidadosamente, para evitar la formación de espuma, y permitir un reparto homogéneo de la materia grasa, inmediatamente proceder de la siguiente manera:

8.8.5 Procedimiento

Colocar los butirómetros limpios y secos en una gradilla, se introducen en cada uno de ellos 10 ml de ácido sulfúrico, usando el medidor automático, cuidando de no impregnar el cuello del butirómetro.

Mezclar la muestra a analizar, invirtiendo el recipiente tapado en tres o cuatro tiempos e inmediatamente medir 11 mL de leche (realizar el análisis por duplicado), depositándola en los butirómetros, de la siguiente manera:

La punta de la pipeta debe estar apoyada en posición oblicua (aproximadamente en ángulo de 45°) contra la pared interna del cuello del butirómetro, para permitir que el producto lácteo o producto lácteo combinado se deslice a lo largo del vidrio y se superponga al ácido sulfúrico sin producir rastros de ennegrecimiento (evitar que el ácido y la leche se mezclen).

Para terminar, se añade 1,0 mL de alcohol amílico dentro de cada butirómetro por medio del medidor automático.

Tapar el butirómetro, utilizando el pulsador como punto de presión.

Agitar los butirómetros en dos tiempos; en un primer tiempo se debe realizar una agitación vigorosa, sin interrupción y sin inversiones, hasta conseguir que el producto lácteo o producto lácteo combinado y el ácido sulfúrico se mezclen y la proteína se disuelva.

Posteriormente invertir los butirómetros unas cuantas veces, permitiendo que el ácido de la sección de la escala graduada y el de la ampolla terminal se mezclen.

La agitación termina cuando no queden vestigios de caseína sin disolver.

Durante esta operación se recomienda tener el butirómetro envuelto en una tela, ya que la mezcla de ácido sulfúrico con el producto lácteo o producto lácteo combinado ocasiona una reacción exotérmica.

Inmediatamente colocar los butirómetros en la centrífuga.

Centrifugar los butirómetros durante 5 minutos, a la velocidad de 1000 rpm a 1200 rpm.

Una vez concluida la centrifugación, colocar los butirómetros, con la escala hacia arriba, en un baño María a 65°C, durante 5 min a 10 min (tiempo necesario para permitir la separación total de la grasa), es imprescindible que la capa de la grasa en la escala se mantenga enteramente inmersa en el agua caliente.

Remover el butirómetro del baño de agua y alzarlo verticalmente hasta que el menisco de la columna de grasa esté al nivel de los ojos. Ajustar la columna de grasa, girando con cuidado el tapón hasta colocar los límites de la capa de grasa dentro de la escala, haciendo coincidir la parte inferior de la capa de grasa con una de las divisiones de la escala del butirómetro.

La diferencia entre esta división y la correspondiente al menisco de la parte superior de la capa de grasa, indica el contenido de grasa del producto lácteo o producto lácteo combinado en porcentaje w/v, repetir la centrifugación por 5 minutos y leer el resultado, informar este último.

8.8.6 Cálculos y expresión de resultados

El contenido de grasa presente en la muestra, expresado en porcentaje, se calcula de la siguiente manera:

$$B - A$$

donde:

A es la lectura al inicio de la columna de grasa.

B es la lectura de la parte superior de la columna de grasa

El resultado se expresa directamente en por ciento de la grasa contenida en el producto lácteo o producto lácteo combinado (% w/v) es decir, *g de grasa/100 mL* de producto lácteo o producto lácteo combinado.

Para convertir el resultado expresado en peso/volumen (w/v), se divide el valor numérico de la lectura entre la densidad del producto lácteo o producto lácteo combinado. Expresando el resultado en (w/w), es decir gramos/100 g de producto lácteo o producto lácteo combinado.

8.8.6.1 Criterios de aceptación

La diferencia máxima permitida entre duplicados de mediciones realizadas por el mismo analista bajo las mismas condiciones de análisis para leche descremada debe ser 0,05%; para leche parcialmente descremada y entera 0,1%.

Notas:

El número máximo de posibles repeticiones de calentamiento y centrifugación será de 2.

Si la lectura después de la segunda centrifugación es mayor de 0,05% de la primera, agitar nuevamente y repetir el procedimiento. Si después de la tercera lectura la diferencia sigue siendo mayor a 0,05%, se anula el resultado.

Cuando la segunda lectura es menor de 0,05% de la primera, informar el resultado de la primera.

Si se observa la presencia de burbujas de aire en la capa de grasa se volverá a colocar el butirómetro en el baño María hasta que desaparezcan.

Cuando se forman depósitos oscuros entre la capa de la materia grasa y la solución. La causa puede deberse a que el producto lácteo o producto lácteo combinado se mezcló mal con el ácido, que las impurezas procedan del ácido o que provengan de partículas de los tapones. En este caso se debe repetir el análisis.

Si la materia grasa no se separa completamente, puede ocurrir que los butirómetros se hayan enfriado o que la cantidad de alcohol isoamílico sea insuficiente. En el primer caso, será necesario calentar el butirómetro en baño María y en el segundo caso se deberá repetir el análisis.

En caso de usar una centrífuga con control de temperatura, no es necesario incubar los butirómetros en baño María. Se debe mantener la centrífuga a $65^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

8.8.7 Medidas de seguridad

El analista debe consultar siempre la información respecto a la exposición y manejo seguro de los reactivos químicos especificados en este método y emplear el equipo de seguridad apropiado.

Para la dosificación del ácido sulfúrico, el analista debe protegerse mediante guantes de caucho y gafas de protección, así como también durante la agitación del butirómetro en el cartucho.

Limpieza de los butirómetros.- Vaciar el contenido en un recipiente especial para este fin, mientras el butirómetro se encuentra caliente. Lavar abundantemente con agua caliente y jabón empleando un cepillo, enjuagar con agua destilada y secar. Periódicamente se recomienda lavar con detergente alcalino para eliminar residuos de grasa.

Limpieza de las tapas.- Enjuagar empleando agua caliente y dejar secar a temperatura ambiente (no estufa).

8.9 Determinación de reductores directos (Lactosa)

8.9.1 Fundamento

Las proteínas de la muestra de producto lácteo o producto lácteo combinado utilizando soluciones de acetato de zinc y ferrocianuro de potasio. Se filtra y en el filtrado se determina la lactosa aprovechando su propiedad de ser un azúcar reductor directo el cual reduce el cobre de sus sales alcalinas mediante una valoración volumétrica, según el método de Lane y Eynon.

8.9.2 Reactivos y materiales

8.9.2.1 Reactivos

- Acetato de zinc;
- Acido acético glacial;
- Ferrocianuro de potasio;
- Sulfato de cobre pentahidratado;
- Tiosulfato de sodio;
- Yoduro de potasio;
- Tartrato de sodio y potasio;
- Hidróxido de sodio;
- Azul de metileno;
- Lactosa anhidra pura;
- Acido benzoico.

8.9.2.1.1 Preparación de soluciones

Solución de acetato de zinc. Disolver 21,9 g de acetato de zinc (Cristalino) y 3 mL de ácido acético glacial en agua y diluir a 100 mL.

Solución de ferrocianuro de potasio. Disolver 10,6 g de ferrocianuro de potasio en 100 mL de agua destilada.

Solución (A) de sulfato de cobre. Disolver 34,639 g de sulfato de cobre pentahidratado en agua destilada y diluir a 500 mL, utilizando un matraz volumétrico de 500 mL; filtrar a través de papel filtro whatman número 4 o equivalente. Ajustar la solución determinando el contenido de cobre en una alícuota con tiosulfato de sodio 0,1 N y yoduro de potasio al 20% hasta obtener 440,0 mg de cobre por cada 25 mL.

Solución (B) de tartrato de sodio y potasio. Disolver 173 g de tartrato de sodio y potasio y 50 g de hidróxido de sodio en agua y diluir a 500 mL; dejar reposar 2 días y filtrar a través de papel filtro whatman número 4 o equivalente.

Solución acuosa de azul de metileno al 0,2%. Disolver 0.2 g de azul de metileno en 100 mL de agua.

Solución patrón de lactosa. Disolver 10 g de lactosa anhidra pura y diluir a 1 litro con solución acuosa al 0,2% de ácido benzoico.

Titulación de la solución A-B. Medir con una pipeta volumétrica 5 mL de la solución A y 5 mL de la solución B en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Agregar 100 mL de agua, unos cuerpos de ebullición y calentar en parrilla cerrada a ebullición; agregar poco a poco con una bureta, solución patrón de lactosa hasta la casi reducción total del cobre. Añadir 1 mL de azul de metileno y continuar la titulación hasta la desaparición del color azul. Calcular los miligramos de lactosa que se necesitan para titular la solución A-B.

Este valor corresponde al factor (F) del reactivo.

8.9.2.2 Materiales

- Matraz volumétrico de 250 mL.
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL.
- Pipetas volumétricas de 5 mL.
- Pipetas graduadas de 5 mL.
- Bureta de 50 mL graduada en décimas.
- Placa caliente.
- Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg.

8.9.3 Procedimiento

Pesar 10 g a 12 g de muestra homogénea en un vaso de precipitados de 50 mL, transferir cuantitativamente con 200 mL de agua destilada caliente (40°C a 50°C) a un matraz volumétrico de 250 mL, mezclar y dejar reposar 30 min. Agregar 4 mL de la solución de ferrocianuro de potasio y 4 mL de acetato de zinc, mezclar. Aforar y filtrar.

Medir con una pipeta volumétrica 5 mL de la solución A y 5 mL de la solución B en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Agregar 100 mL de agua, unos cuerpos de ebullición y calentar en parrilla cerrada a ebullición; agregar poco a poco con una bureta, el filtrado obtenido de la muestra, hasta la casi reducción total del cobre. Añadir 1 mL de azul de metileno y continuar la titulación hasta la desaparición del color azul.

8.9.4 Cálculos y expresión de resultados

La concentración de lactosa contenida en la muestra, expresada en porcentaje, se calcula con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de reductores directos en lactosa} = \frac{250/V(100)(F)}{M}$$

donde:

V son los mililitros gastados de la muestra para titular la solución A + B.

M es el peso de la muestra.

F es el factor del reactivo de Fehling, en gramos de lactosa.

9. Información comercial

Las etiquetas de los productos objeto de este proyecto de norma oficial mexicana, además de cumplir con las disposiciones establecidas en las normas oficiales mexicanas NOM-002-SCFI-1993, NOM-008-SCFI-2002, NOM-030-SCFI-2006; disposiciones de etiquetado de la NOM-051-SCFI/SSA1-2010 y, en su caso, con la NOM-086-SSA1-1994 y NOM-243-SSA1-2010 (véase 3, Referencias), deben indicar lo siguiente:

9.1 Denominación comercial

9.1.1 La denominación de los productos objeto de este proyecto de norma oficial mexicana, deben corresponder a lo establecido en el apartado 6.2 de este ordenamiento, de forma tal que sea clara y visible para el consumidor.

9.1.2 La denominación comercial, únicamente para el caso del producto lácteo y producto lácteo combinado, debe aparecer en el envase con un tamaño de por lo menos el 100% mayor del tamaño en que se exprese el contenido neto, de conformidad con lo establecido por la NOM-030-SCFI-2006.

9.2 Deberá declararse la lista de ingredientes, el número de lote y la fecha de caducidad o la de consumo preferente, como se especifica en los numerales 4.2.2, 4.2.6 y 4.2.7 de la NOM-051-SCFI/SSA1-2010.

Adicionalmente, se debe incluir la declaración de la cantidad de leche que contiene el producto, mediante la siguiente frase: "Este producto contiene ____ % de leche. Su valor nutritivo es diferente al de la leche", misma que no admite el uso de frases análogas. Esta leyenda debe aparecer en el envase con un tamaño de por lo menos el 100% mayor del tamaño en que se exprese el contenido neto, de conformidad con lo establecido por la NOM-030-SCFI-2006.

10. Evaluación de la conformidad

10.1 Este proyecto de norma oficial mexicana no es certificable, y el cumplimiento con la veracidad de la información comercial de las etiquetas de los productos sujetos al presente proyecto de norma, se realizará de conformidad con lo dispuesto en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y su Reglamento.

Las especificaciones de producto contenidas en el presente proyecto de norma, pueden certificarse a través de un esquema voluntario, en términos de lo dispuesto por la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y su Reglamento.

10.2 En caso de ser necesaria la determinación del origen de la grasa contenida en los productos objeto de este proyecto de norma, puede utilizarse la metodología descrita en el inciso 8.6 del presente proyecto de norma oficial mexicana.

10.3 Cuando en la información comercial de los productos sujetos al cumplimiento de esta NOM, se declaren parámetros no especificados en la misma, se debe verificar su veracidad tomando como referencia los valores declarados en el etiquetado del producto, aceptándose una tolerancia de más menos 10% para parámetros estandarizados en la línea de producción, y de más menos 20% para parámetros naturales del producto.

11. Verificación y vigilancia

La verificación y vigilancia del presente proyecto de norma oficial mexicana, una vez que sea publicado en el Diario Oficial de la Federación como norma definitiva, estará a cargo de la Secretaría de Economía, la Procuraduría Federal del Consumidor y la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios, conforme a sus respectivas atribuciones.

APENDICE NORMATIVO "A"

Complemento del método de prueba descrito en el inciso 8.6 "Caracterización del perfil de ácidos grasos C-4 a C-22.

A.1 Fundamento.

La grasa y los residuos de los productos objeto de este proyecto de norma oficial mexicana, son disueltos en éter etílico y éter de petróleo después de que el producto ha sido desnaturalizado con oxalato y alcohol.

A.2 Equipo

- Centrífuga.
- Campana extractora de gases.
- Homogeneizador de alimentos.
- Rotavapor.

A.3 Materiales

- Tubos para centrífuga
- Probetas de diversas capacidades
- Pipetas de diversas capacidades
- Peras de decantación de vidrio o plástico
- Tubos para centrífuga con rosca
- Tubos de ensaye de 50 mL con tapa de rosca
- Matracas de reacción de fondo plano de 125 mL
- Embudo
- Tubo de ensaye

A.4 Reactivos

- Alcohol etílico o metílico (cualquiera de los dos)
- Eter etílico
- Eter de petróleo

- Solución saturada de cloruro de sodio
- Sulfato de sodio, anhidro granular, grado reactivo.
- Oxalato de potasio o sodio

A.5 Actividades

Para la extracción de grasa de los productos objeto de este proyecto de norma oficial mexicana, se debe tratar la muestra dependiendo del tipo de producto de que se trate:

Para dichos productos, colocar en un tubo de centrifuga 100 g de producto lácteo o producto lácteo combinado, 100 mL de alcohol y 1 g de oxalato y mezclar.

Nota.- Si los tubos para centrifuga o el recipiente del procesador de los productos objeto de esta NOM, no tienen la capacidad necesaria para realizar las operaciones de una sola vez, se pueden realizar en varios pasos.

Adicionar 50 mL de éter etílico y agitar vigorosamente por 1 min; entonces adicionar 50 mL de éter de petróleo y agitar por otro minuto.

Centrifugar a 1 500 rpm por 5 min. No dejar los tapones en los tubos durante la centrifugación.

Transferir la capa orgánica a una pera de decantación que contenga de 500 a 600 mL de agua y 30 mL de solución saturada de cloruro de sodio.

Lavar la fase acuosa que se encuentra en el tubo de centrifugación con 25 mL de éter de petróleo y 25 mL de éter etílico, transferir a la pera de decantación la fase orgánica. Realizar este lavado dos veces.

Cautelosamente mezclar para combinar los extractos orgánicos y el agua girando la pera de decantación de un lado al otro. Descartar la fase acuosa.

Lavar suavemente el disolvente con dos porciones de 100 mL de agua, descartando la fase acuosa cada vez. Si se forma una emulsión agregar 5 mL de solución saturada de cloruro de sodio.

Pasar la fase orgánica por un embudo que contenga sulfato de sodio, colectar el disolvente en un matraz de reacción.

Lavar con pequeñas porciones de éter la pera de decantación y el embudo. Agregando este solvente al matraz de reacción.

Evaporar el disolvente en el rotavapor, una vez evaporado éste se traspasa a un tubo de ensaye con tapón previamente identificado.

A.6 Cálculos

No aplica.

12. Bibliografía

12.1 Ley Federal sobre Metrología y Normalización, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 1999.

12.2 Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 14 de enero de 1999.

12.3 Reglamento de la Ley General de Salud en materia de control sanitario de actividades, establecimientos, productos y servicios, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 18 de enero de 1988.

12.4 Norma General del Codex para el uso de términos lecheros, CODEX STAN 206-1999.

12.5 Keating, P.F., Introducción a la lactología, Editorial Limusa-Wiley, Argentina, 1999.

12.6 Karen E. Smith, Ph. D., Background on Milk Protein Products, Wisconsin Center for Dairy Research, Agosto de 2001.

12.7 Gösta Bylund, Dairy processing handbook. Ed. Tetra Pak Processing Systems AB, Suecia, 1995.

12.8 Goff, Douglas, Dairy Science and Technology Education, Ed. University of Guelph, Canada, 1995.

12.9 Moncada Jiménez, Alfonso y Beatriz Haydeé Pelayo Consuegra, "Análisis químico, microbiológico y fisicoquímico de la leche: calidad y contenido nutrimental" en: El libro blanco de la leche, Cámara Nacional de Industriales de la Leche, México, marzo de 2011.

13. Concordancia con normas internacionales

Este proyecto de norma oficial mexicana no es equivalente con ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

APENDICE INFORMATIVO "A"

Las unidades °H (grados Horvet) no pertenecen al Sistema General de Unidades de Medida (NOM-008-SCFI-1993). En el cuerpo de este proyecto de norma oficial mexicana aparecen entre paréntesis sólo para fines prácticos, ya que las unidades para temperatura que deben emplearse son K (unidades Kelvin) o °C (grados Celsius).

ARTICULOS TRANSITORIOS

PRIMERO: El presente proyecto de norma oficial mexicana, entrará en vigor 60 días naturales después de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

SEGUNDO: El presente proyecto de norma oficial mexicana, cancelará a la Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003, Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado-Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 12 de septiembre de 2003.

TERCERO: El presente proyecto de norma oficial mexicana cancelará la totalidad de los criterios, reglas, instructivos, resoluciones, manuales, circulares, lineamientos, procedimientos u otras disposiciones de carácter obligatorio derivados de la Norma Oficial Mexicana NOM-155-SCFI-2003, Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado- Denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba publicada en el Diario Oficial de la Federación el 12 de septiembre de 2003.

México, D.F., a 28 de noviembre de 2011.- El Director General de Normas y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Seguridad al Usuario, Información Comercial y Prácticas de Comercio, **Christian Turégano Roldán**.- Rúbrica.

INSUBSISTENCIA de Declaratoria de libertad de terreno número I-03/2011.**INSUBSISTENCIA DE DECLARATORIA DE LIBERTAD DE TERRENO NUMERO I-03/2011**

Con fundamento en lo dispuesto por el artículo 1o. de la Ley Minera, y de acuerdo con la atribución conferida por el artículo 33, fracción VIII, del Reglamento Interior de la Secretaría de Economía, y el artículo 34, fracción XXVII, de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal, se dejan insubsistentes las declaratorias de libertad de las concesiones mineras contenidas en la "Relación de Declaratorias de Libertad de Terreno 8/2011", publicadas en el Diario Oficial de la Federación el día 8 de noviembre de 2011, cuyos datos se precisan a continuación:

TITULO	AGENCIA	EXPEDIENTE	NOMBRE DEL LOTE	SUPERFICIE (HAS.)	MUNICIPIO	ESTADO
235714	CHIHUAHUA, CHIH.	38791	MINA LA AVENTURA	100.0000	CHIHUAHUA	CHIH.
224550	MORELIA, MICH.	7660	LA PERSEGUIDA Y CODICIADA	50.0000	LAZARO CARDENAS	MICH.
224551	MORELIA, MICH.	7661	UN PUÑO DE TIERRA	100.0000	LAZARO CARDENAS	MICH.
227546	MORELIA, MICH.	7787	DORADA	100.0000	LAZARO CARDENAS	MICH.
229474	MORELIA, MICH.	7845	ALMAK X	200.0000	LAZARO CARDENAS	MICH.
229668	MORELIA, MICH.	7844	ALMAK IX	317.7160	LAZARO CARDENAS	MICH.
204737	MORELIA, MICH.	6919	EL REY	2,371.3386	TIQUICHEO DE NICOLAS ROMERO	MICH.
224836	HERMOSILLO, SON.	29542	MINA ESPERANZA SAN JUAN	96.0000	SAHUARIPA	SON.
185255	EX-MEXICO, D.F.	321.1/9-695	SANTA FE	220.0000	LAS MINAS	VER.
234497	ZACATECAS, ZAC.	28854	LAS PALMAS	200.0000	OJOCALIENTE	ZAC.

Lo anterior:

Para la concesión minera, MINA LA AVENTURA Título 235714, el oficio de la cancelación 2684 de fecha 31 de marzo de 2011, objeto de la referida publicación de libertad de terreno, no fue notificado oficialmente al concesionario.

Para las concesiones, LA PERSEGUIDA Y CODICIADA T-224550, UN PUÑO DE TIERRA T-224551, DORADA T-227546, ALMAK X T-229474, ALMAK IX T-229668, EL REY T-204737, MINA ESPERANZA SAN JUAN T-224836, SANTA FE T-185255 y LAS PALMAS T-234497; estas concesiones están involucradas en procedimientos jurídicos de diversa índole sin resolver.

Atentamente.

México, D.F., a 15 de noviembre de 2011.- El suscrito signa el presente oficio de relación de Insubsistencias de libertad de terreno en auxilio y por ausencia del Director General de Minas, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 33 último párrafo y el 46 segundo párrafo del Reglamento Interior de esta dependencia del Ejecutivo Federal, publicado en el Diario Oficial de la Federación del 22 de noviembre de 2002.- El Director de Cartografía y Concesiones Mineras, **Julio Alfonso Hernández López**.- Rúbrica.