
Pre-Protocolo

“Ensayo de aptitud para la determinación del contenido alcohólico de bebidas alcohólicas”

**Dirección de Análisis Orgánico
Dirección General de Metrología de Materiales
Centro Nacional de Metrología**

Octubre 2019

Tabla de contenido

01	Introducción.....	02
02	Objetivo del ensayo de aptitud (EA) y mensurando a medir.....	02
03	Modalidad del ensayo de aptitud.....	02
04	Descripción del objeto de ensayo.....	03
05	Descripción de los participantes.....	03
06	Cronograma correspondiente a las diferentes etapas del ensayo.....	04
07	Información que el participante está obligado a entregar.....	05
08	Formatos de registro de datos.....	06
09	Criterio de evaluación de desempeño.....	06
10	Descripción del informe a entregar a los participantes.....	07
11	Confidencialidad de los resultados del ensayo de aptitud.....	07
12	Acciones a tener en cuenta en el caso de reposición de muestras de ensayo dañados.....	08
13	Referencias.....	08

Introducción

Para garantizar la calidad de los productos en la industria de bebidas alcohólicas, es necesario mantener un estricto control en la concentración de los congéneres del etanol y del contenido alcohólico y demostrar mediante mediciones sustentables la confiabilidad y competencia de dichos valores, por lo que es una constante motivación para que el CENAM organice Ensayos de Aptitud (EA) que les permita tanto a los productores de bebidas alcohólicas como a los laboratorios de análisis tener medidas de comparabilidad del más alto nivel.

Los EA permiten a la industria y a los laboratorios de análisis evaluar su desempeño y la competencia o desviación de sus resultados. Los valores obtenidos al medir una muestra ciega por parte del participante (Material caracterizado mediante métodos de alta jerarquía y con valores de referencia asignados) son comparados de forma objetiva respecto a los valores emitidos por CENAM, para ser comparables y trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI).

Este ensayo está enfocado a evaluar el desempeño de los participantes respecto a la determinación del contenido alcohólico en bebidas alcohólicas por densímetro digital, en base a la NMX-V-013-NORMEX-2013.

1. Objetivo del ensayo de aptitud (EA) y mensurando a medir

1.1. Objetivo del EA

Evaluar la competencia técnica para realizar la determinación del contenido alcohólico en bebidas alcohólicas por densímetro digital.

Contribuir a la mejora de la exactitud de los resultados obtenidos por el participante en dicho campo.

1.2. Mensurando a medir

% de alcohol en volumen a 20 °C en bebida alcohólica y densidad en g/mL en el intervalo de (40 a 50) % Alc Vol.

2. Modalidad del ensayo de aptitud

Envío de 2 muestras (Material de Referencia) a cada laboratorio participante, para que se realice la determinación del contenido alcohólico en bebidas alcohólicas por densímetro digital, en base a la NMX-V-013-NORMEX-2013

3. Descripción del objeto de ensayo

Las muestras del ensayo son una bebida alcohólica destilada, pertenecientes a un Material de Referencia preparado por CENAM contenidas en frasco ámbar de 250 mL con tapa de rosca y sello hermético.

3.1. Envío y conservación de las muestras antes de su medición

- Cada laboratorio participante recibirá 2 muestras las cuales serán enviadas por mensajería, en un paquete que conserve las muestras a las condiciones de temperatura ambiente durante su traslado. Estas estarán identificadas con una etiqueta la cual contendrá: logotipo del CENAM, clave del ensayo de aptitud y el número de identificación de las muestras.

- Al recibir el laboratorio participante las muestras, debe inspeccionar que no tengan daño aparente en el empaque y contenido y posteriormente refrigerarlas a temperatura entre (4 a 15) °C, pero no congelarlas.
- Si el material estuviera dañado, favor de notificarlo inmediatamente a los siguientes correos electrónicos: vserrano@cenam.mx , aavila@cenam.mx anexando escaneado y firmado, el documento de custodia (formato No 1), con fotografías de las muestras para tomar las acciones pertinentes.

4. Descripción de los participantes

Este ensayo es aplicable a los laboratorios interesados en evaluar su competencia técnica para realizar la medición del contenido alcohólico en bebidas alcohólicas por densímetro digital en base a la NMX-V-013-NORMEX-2013. Los resultados reportados por cada laboratorio serán comparados con los valores de referencia asignados por CENAM.

Cada laboratorio participante deberá cumplir en tiempo y forma con los requisitos establecidos en el presente protocolo.

4.1. Laboratorio organizador y contacto técnico

Este ensayo de aptitud está organizado y coordinado por el personal de la Dirección de Análisis Orgánico perteneciente a la Dirección General de Metrología de Materiales de CENAM. A continuación se proporcionan los datos del personal para referencia de los laboratorios participantes, en caso de requerir información o apoyo general.

Datos de contacto:

Metrólogo responsable del ensayo de aptitud:

IQ. Victor Manuel Serrano Caballero

Tel: 4422110500 / 04 Ext. 3921

Email: vserrano@cenam.mx

Metrólogo suplente del ensayo de aptitud:

M. en C. Marco A. Ávila Calderón

Tel: 4422110500 / 04 Ext. 3931

Email: aavila@cenam.mx

Coordinador administrativo de los ensayos de aptitud:

Lic. Maribel Medina González

Tel: 4422110500 / 04 Ext. 3006

Email: mmedina@cenam.mx

5. Cronograma correspondiente a las diferentes etapas del ensayo

En la siguiente tabla se presentan las fechas de cada una de las actividades referentes al EA.

Tabla 1. Cronograma de actividades para el ensayo.

	Actividad	Fecha 2019	Responsable
1	Fecha límite de inscripción	02 de diciembre del 2019	Laboratorios participantes
2	Descarga del protocolo del ensayo	A partir del 09 de diciembre del 2019	Laboratorios participantes
3	Envío de muestras a los laboratorios	09 de diciembre del 2019	CENAM
4	Fecha límite para subir el archivo con los resultados (archivo de Excel)	10 de enero del 2020	Laboratorios participantes
5	Envío de informe preliminar a participantes	24 de enero del 2020	CENAM
6	Fecha límite de envío de comentarios del informe borrador a CENAM.	31 de enero del 2020	Laboratorios participantes
7	Envío de informe final	14 de febrero del 2020	CENAM

Cuando el laboratorio participante haya pagado o se autorice su pago diferido, recibirá un correo electrónico (a la cuenta de correo registrada previamente por el laboratorio) con el asunto:

“Confirmación de participación en el ensayo [CUI]”

En dicho correo podrá consultar:

- La clave de participación asignada.
- Los enlaces para que gestione su participación de acuerdo a las fechas establecidas:
 - Enlace para descargar el protocolo y formatos (archivo extra)
 - Enlace para subir el archivo con sus resultados
 - Enlace para descargar el informe final

6. Indicaciones para la realización de las mediciones

Procedimiento de medición:

- El laboratorio debe designar al analista responsable de la medición y de reportar la información solicitada en los formatos del presente ensayo.
- El laboratorio debe realizar las pruebas de funcionamiento y/o verificación que rutinariamente realiza al densímetro antes de realizar las mediciones.
- El laboratorio debe realizar la medición de la densidad de cada muestra por triplicado, utilizando para ello un densímetro digital a 20 °C.
- Realizar el cálculo del contenido alcohólico en base a la NMX-V-13-NORMEX-2013 [2] y de acuerdo al método por densímetro digital a 20°C.

7. Información que el participante está obligado a entregar

El CENAM asignará a cada laboratorio una clave de participación. El tratamiento de los resultados y el informe se realizarán utilizando la clave asignada a cada laboratorio para preservar la confidencialidad de los resultados entre los laboratorios participantes, los laboratorios deben utilizar dicha clave para hacer referencia en todo momento de la información entregada.

Al recibir las muestras el laboratorio debe registrar las condiciones en que recibió las muestras y la información solicitada en el formato No. 1 (814-AC-FO.042), custodia de la muestras. (Ver apartado 8 del protocolo) y enviarlo (formato firmado y escaneado) al correo electrónico vserrano@cenam.mx con copia a avila@cenam.mx.

7.1. Entrega de resultados a CENAM

Con la finalidad de agilizar la evaluación de los datos, el laboratorio participante deberá llenar cuidadosamente los formatos correspondientes.

No proteger las hojas ni hacerles modificaciones, solo las permitidas en ellas.

Los formatos requeridos se listan en la tabla 2 y se encuentran en un archivo de Excel, el detalle de su llenado se indica en el apartado 8 del protocolo.

Tabla 2. Lista de formatos necesarios para reportar la información del ensayo de aptitud.

Formato No.	Información solicitada
1	<ul style="list-style-type: none">• Custodia de las muestras recibidas
2	<ul style="list-style-type: none">• Descripción del equipo de medición
3	<ul style="list-style-type: none">• Resultados de medición

La **fecha límite para la recepción de los resultados es el 10 de enero de 2020**; en el informe final del ensayo de aptitud no serán considerados aquellos resultados que sean enviados en fecha posterior a la establecida.

7.2. Subir archivo de sus resultados a la plataforma de ensayos de aptitud

El laboratorio participante cuando realizó el pago o se autorizó su pago diferido recibió un correo electrónico con el asunto: **“Confirmación de participación en el ensayo [CUI]”**

En dicho correo está un enlace para subir un archivo con sus resultados (archivo no mayor a 20 MB)

- Debe presionar el botón “Seleccionar archivo” al elegirlo el archivo con sus resultados se guardará automáticamente.
- Posteriormente el enlace cambiará e indicará que pueden descargar ese archivo subido o bien cambiarlo si lo desean haciendo clic en la casilla “Cambiar archivo de resultados”.
- Sólo se les permitirá cambiar el archivo mientras no se haya alcanzado la fecha límite de registro de resultados.

8. Formatos de registro de datos

8.1 Formato 1, “Custodia de las muestras”, anotar en este formato:

- Fecha de recepción de las muestras.
- El número de código de participación del laboratorio.
- El nombre del laboratorio que recibe.
- El nombre de la persona que recibe las muestras.
- El nombre del responsable de realizar la medición.
- El número de la unidad recibida.
- Descripción de la muestra recibida
- Presentación.
- Inspección visual de las muestras recibidas
- Observaciones si las hubiera.

8.2 Formato 2, “Descripción del equipo de medición” anotar en este formato:

- La descripción del equipo (tipo de densímetro).
- La marca.
- El modelo.
- El No. de serie.
- Si está o no calibrado el instrumento.
- La fecha de calibración.
- Si realiza o no la verificación del equipo.
- Describir brevemente como realiza la verificación del equipo.

8.3 Formato 3, “Resultados de medición” anotar en este formato:

Para cada muestra deberá registrar:

- El número de identificación de la muestra.
- La fecha de medición.
- La densidad medida a 20 °C en mg/mL.
- El contenido alcohólico calculado en % Alc. Vol. [2]

Posteriormente realizar los cálculos para registrar:

- El valor promedio.
- La incertidumbre estándar.
- El factor de cobertura.
- La incertidumbre expandida.

Finalmente describir como realizó la estimación de la incertidumbre.

Describir el modelo matemático utilizado, las fuentes de incertidumbre consideradas, procedimiento utilizado, etc...

9. Criterio de evaluación de desempeño

9.1. Evaluación de Resultados

- **Zeta (ζ) [1]:**

Para la comparación de los resultados de los laboratorios participantes se utilizará el estadístico de zeta. De acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\zeta = \frac{x - X}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_{ref}^2}}$$

Donde:

x = resultado del participante

u_{lab} = incertidumbre estándar del resultado del participante

X = valor de referencia asignado por CENAM

u_{ref} = incertidumbre estándar del valor de referencia asignado por CENAM

9.2. Criterio de evaluación de desempeño [1]:

El criterio para una evaluación satisfactoria será $|\zeta| \leq 2$.

Con base a este criterio, se considerará que los laboratorios con resultados de zeta (ζ) igual o inferior a este límite, tienen una competencia técnica aceptable para la medición de este mensurando.

Para facilitar la comprensión de la evaluación zeta (ζ), se usará una gráfica donde el CENAM reportará el zeta (ζ) en el que se mostraran los niveles de desempeño de los laboratorios participantes.

10. Descripción del informe a entregar a los participantes

10.1. Informe preliminar

El 24 de enero del 2020, se entregará a los participantes un informe preliminar de los resultados, para su revisión. El informe no tendrá nombres, solo la clave de identificación para mantener la confidencialidad de los resultados.

Los laboratorios contarán con una semana para hacer comentarios.

El CENAM analizará los comentarios recibidos, en esta etapa solo se corregirán datos que hayan sido transcritos con algún error o alguna sugerencia en la redacción, previa verificación con los formatos enviados, pero no podrán modificarse por algún otro motivo.

10.2. Informe final

Cuando esté disponible el informe final, los participantes recibirán un correo con el enlace al mismo sitio de ensayos de aptitud pero los ubicará en la sección "Informe" donde se les mostrará un enlace para descargar el archivo.

11. Confidencialidad de los resultados del ensayo de aptitud

Para mantener la confidencialidad respecto a la identificación de los laboratorios participantes, el CENAM asignará claves de participación que sólo serán conocidos por el laboratorio y por el CENAM.

La aceptación de este protocolo obliga a los participantes en este ensayo a observar la siguiente declaración de confidencialidad:

- i) Ningún laboratorio podrá (directa o indirectamente) comunicar información (total o parcial) de los resultados obtenidos (o alguna otra información relacionada con este ensayo de aptitud) a ningún otro de los participantes del ensayo durante el transcurso del mismo.

- ii) Ningún laboratorio participante o el CENAM, podrán dar a conocer información sobre los códigos de identificación ni sobre los resultados obtenidos, a otro laboratorio participante, a personal o instituciones ajenas a este ensayo.
- iii) Los eventos que lleguen a presentarse y que no estén contemplados en este protocolo serán evaluados por el CENAM para realizar la acción que mejor corresponda, en beneficio de la confiabilidad del ensayo.
- iv) En caso de requerirlo, se solicitará a los laboratorios su autorización para publicar los resultados del ensayo en publicaciones técnicas, conservando la confidencialidad de los códigos.
- v) El CENAM se reserva el derecho a mantener la información codificada de cada participante relacionada en el tiempo, con propósitos de análisis de tendencias, cumpliendo en todo momento con el inciso (ii).

12. Acciones a tener en cuenta en el caso de reposición de muestras de ensayo dañados

Si alguna de las muestras las recibiera en mal estado (daño aparente en el empaque y/o contenido) favor de notificarlo inmediatamente a los siguientes correos electrónicos: vserrano@cenam.mx y aavila@cenam.mx, enviando el formato No 1 llenado y firmado, anexando en el correo fotografías de la muestra o muestras dañadas, para evaluar la situación y posteriormente enviarle otra muestra o grupo de muestras según sea el caso.

13. Referencias

- [1] **NMX-EC-17043-IMNC-2010.** Evaluación de la conformidad- Requisitos generales para los ensayos de aptitud.
- [2] **NMX-V-013-NORMEX-2013.** Bebidas alcohólicas-Determinación del contenido alcohólico (Por ciento de alcohol en volumen a 20 °C) (% Alc. Vol.) –Métodos de ensayo (Prueba).
- [3] **NMX-CH-140-IMNC-2002** guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones.
- [4] **Guía CG 4 EURACHEM / CITAC. QUAM: 2012.P1-ES.** Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas. Tercera Edición Inglesa. Primera Edición