



Pre-Protocolo

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

CNM-EA-630-0006/2023

Dirección de Análisis Orgánico
Dirección General de Metrología de Materiales

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 de estas, 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 (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-2019. [2]

1. Objetivo del ensayo de aptitud y mensurandos a medir.

1.1. Objetivo.

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 laboratorio en dicho campo.

1.2. Mensurandos a medir.

% de alcohol en volumen a 20 °C en bebida alcohólica y densidad en g/mL.

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.

3. Descripción del objeto del ensayo.

La muestra del ensayo se trata de una bebida alcohólica destilada y es un Material de Referencia envasado por el CENAM en atmósfera inerte de nitrógeno en frasco ámbar de 50 mL con tapa de rosca de sellado hermético.

3.1. Envío y conservación de la muestra antes de su medición.

El laboratorio recibirá 2 muestras las cuales serán enviadas por mensajería, en un paquete que conserve las muestras de algún golpe a las condiciones de temperatura ambiente durante su traslado.

Al recibir las muestras, es recomendable que se almacenen a una temperatura entre (4 a 18) °C, pero no congelarse.

Al recibir las muestras inspeccionar que no tengan daño aparente en el empaque y contenido.

Nota: en caso de que el material estuviera dañado, favor de notificarlo inmediatamente al siguiente correo electrónico: vserrano@cenam.mx, anexando escaneado y firmado, el documento de custodia

(formato 1), así mismo alguna fotografía donde se observe el daño de las muestras para tomar las acciones pertinentes y proceder al envío de nuevas muestras.

4. Descripción de los participantes.

Este ensayo es aplicable a todos 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-2019. [2] Los resultados obtenidos por los laboratorios serán comparados con los valores de referencia asignados por CENAM.

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.

Responsable técnico del ensayo:

IQ. Victor M. Serrano Caballero,

Tel: +52 (442) 2110500 / 04 Ext. 3921, vserrano@cenam.mx

Suplente técnico del ensayo:

Dra. Irais Gómez López

Tel: +52 (442) 2110500 / 04 Ext. 3994, igomez@cenam.mx

Coordinador de ensayos de aptitud:

Lic. Maribel Medina González,

Tel: +52 (442) 2110500 / 04 Ext. 3006, mmedina@cenam.mx

4.2. Generalidades sobre la realización del ensayo.

- El CENAM asignará a cada laboratorio un código de participación. El tratamiento de los resultados y el informe se realizará utilizando el número asignado a cada laboratorio para preservar la confidencialidad de los resultados.
- El CENAM enviará vía email a cada laboratorio, un enlace para que pueda descargar el protocolo y formatos del ensayo de aptitud.
- Las muestras (ítem del ensayo) serán enviadas por el CENAM a cada laboratorio. Esta estará identificada con una etiqueta la cual contendrá: logotipo del CENAM, clave del ensayo de aptitud y el número de identificación de las muestras.
- El laboratorio deberá realizar las mediciones siguiendo las indicaciones del punto 6 del presente protocolo.
- Con la finalidad de agilizar la evaluación de los datos, el laboratorio participante deberá llenar los formatos correspondientes, indicados en el apartado 8. **Es necesario completar cuidadosamente cada formato.**
- En la tabla 1 se muestra el cronograma con la descripción de las actividades que se llevarán a cabo para este ensayo de aptitud.

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 ensayo de aptitud.

Tabla 1. Cronograma de actividades para el ensayo.

Actividad		Fecha	Responsable
1	Envío de protocolo a los laboratorios participantes	2023-10-13	CENAM
2	Envío de muestras a los laboratorios participantes	2023-10-16	CENAM
3	Fecha límite de envío de resultados a CENAM	2023-11-10	Laboratorios participantes
4	Envío del borrador de informe del ensayo a participantes	2023-11-24	CENAM
5	Envío de comentarios al informe borrador a CENAM	2023-12-01	Laboratorios participantes
6	Envío de informe final	2023-12-15	CENAM

Cuando el laboratorio participante haga su pago y se autorice este, recibirá un correo electrónico (a la cuenta de correo registrada previamente por el laboratorio) con el asunto:

“Confirmación de participación en el ensayo CNM-EA-630-0006/2023”

En dicho correo podrá consultar:

- El código de participación asignado.
- Los enlaces para que gestione su participación de acuerdo con 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 borrador.
 - Enlace para descargar el informe final.

6. Indicaciones para la realización de las mediciones.

- El laboratorio debe designar al analista responsable de la medición y de reportar la información solicitada en los formatos del presente ensayo.
- Previo a la medición de las muestras del EA, el laboratorio debe realizar las pruebas de funcionamiento y/o verificación que rutinariamente realiza al densímetro digital.
- El laboratorio debe realizar la medición de la densidad de cada muestra por triplicado, deberá utilizar sus métodos de rutina, utilizando para ello un densímetro digital a 20 °C.
- Realizar el cálculo del contenido alcohólico en base a la NMX-V-13-NORMEX-2019 [2] y de acuerdo con el método por densímetro digital a 20°C.
- Finalmente llenar los formatos correspondientes. Es necesario completar cuidadosamente cada formato.

7. Información que el participante está obligado a entregar.

Al recibir la muestra, el laboratorio debe registrar las condiciones en que la recibió, así como la

información solicitada en el formato No. 1 Custodia de las muestras recibidas, posteriormente enviarlo firmado y escaneado a l correo electrónico vserrano@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. Estos formatos se encuentran en un archivo de Excel **y es importante mencionar que no deben proteger electrónicamente dichos formatos ni hacerles modificaciones, solo las permitidas en ellas.**

Los formatos requeridos se listan en la tabla 2 y el detalle de su llenado se indica en el apartado 8 de este protocolo.

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

Formato	Información solicitada
1	• Custodia de las muestras recibidas
2	• Descripción del equipo de medición
3	• Resultados de medición

Los formatos se encuentran en formato de Excel, se recomienda hacer un respaldo de los archivos correspondientes utilizando cualquier dispositivo periférico para almacenamiento de información (disco duro, USB, etc).

La fecha límite para la recepción de los resultados es el **10 de noviembre de 2023**; en el informe final del ensayo de aptitud **CNM-EA-630-0006/2023** 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 su patrocinio y se autorizó el pago recibió un correo electrónico con el asunto: **Confirmación de participación en el ensayo CNM-EA-630-0006/2023**

En dicho correo está un enlace para subir un archivo (formato en Excel) 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.

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.

9. Criterio de evaluación de desempeño.

9.1. Evaluación de resultados.

- **Zeta griega (ζ) [1]:**

Para la comparación de los resultados de los laboratorios se utilizará el estadístico de zeta. De acuerdo con 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

- **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 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 de ζ , se usará una gráfica donde el CENAM reportará la ζ en el que se mostrarán los niveles de desempeño de los laboratorios participantes, considerando que entre menor sea la zeta (ζ) su desempeño es mejor.

10. Descripción del informe a entregar a los participantes.

10.1. Informe preliminar.

El 24 de noviembre del 2023, los participantes podrán descargar el 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 códigos 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 de este.
- 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 coordinador del 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. Referencias.

- [1] **NMX-EC-17043-IMNC-2010.** Evaluación de la conformidad- Requisitos generales para los ensayos de aptitud.
- [2] **NMX-V-013-NORMEX-2019.** 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