

## *Informe Final de Ensayo de Aptitud*

### PROFICIENCY TEST REPORT

Hoja [Page] : 1 / 9

CNM-EA-630-0014/2022

#### Ensayo de aptitud para la identificación de origen de bebidas de agave

2022-09-07

Este informe sustituye al emitido en la fecha: 2022-08-30

Firma electrónica / Signature

**Coordinador:** / Coordinator

Marco Antonio Ávila Calderón  
aavila@cenam.mx

N0534-28-34-954341

**Autorizado por:** / Authorized by

Mariana Arce Osuna  
DIRECTOR DE ANALISIS ORGANICO.

N0087-438-34-954380

#### Notas: [Notes]

- Los resultados de los participantes no serán transmitidos a terceras personas sin su autorización por escrito.

[Participants' results will not be disclosed to third parties without their written consent.]

## Tabla de contenido

1. RESUMEN.....	2
2. INTRODUCCION.....	2
3. DESCRIPCIÓN DEL OBJETO DE ENSAYO UTILIZADO .....	3
3.1. Preparación del ítem de ensayo .....	3
3.2. Evaluación de la estabilidad y homogeneidad .....	3
4. PROCEDIMIENTO USADO PARA ESTABLECER EL VALOR DE REFERENCIA.....	3
5. TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE DEL VALOR DE REFERENCIA.....	3
6. PROGRAMA DE ACTIVIDADES REALIZADO .....	3
7. LABORATORIOS PARTICIPANTES.....	4
7.1. Confidencialidad del EA.....	4
8. CRITERIO DE EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO .....	4
9. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS.....	4
10. DECLARACIÓN DE LA APTITUD, O FALTA DE ELLA, DEL LABORATORIO PARTICIPANTE DE ACUERDO A LOS CRITERIOS DE DESEMPEÑO.....	5
11. COMENTARIOS SOBRE EL DESEMPEÑO DEL LABORATORIO.....	5
12. RECOMENDACIONES.....	6
13. ANEXO .....	7

## 1. RESUMEN

El presente ensayo de aptitud (EA), tiene la finalidad de evaluar el desempeño del laboratorio participante con el método Resonancia Magnética Nuclear SNIF-NMR, utilizando  $^{13}\text{C}$ -SNIFNMR, para identificar la procedencia de bebidas alcohólicas destiladas, esto es, si son un destilado de 100% agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila", un destilado de agave a concentración menor a 100% agave o un destilado de no agaváceas.

Para este EA, realizado a solicitud del laboratorio participante en el periodo de mayo de 2022 a agosto de 2022, la denominación de Origen "Tequila" es de conformidad con la Declaración General de Protección a la Denominación de Origen "Tequila" vigente, la Ley de la Infraestructura de la Calidad y su reglamento, la Ley de la Propiedad Industrial, la Ley Federal de Protección al Consumidor y demás disposiciones legales relacionadas vigentes en México

Los resultados del EA demuestran que la aptitud del laboratorio con código 63221401 para identificar de forma cualitativa si una bebida alcohólica destilada **es un destilado de 100% agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila" es satisfactoria**. Así mismo, la aptitud de este método para identificar **cualitativamente bebidas destiladas no agaváceas es satisfactoria**.

## 2. INTRODUCCION

El Centro Nacional de Metrología (CENAM), perteneciente a la Secretaría de Economía (SE), organiza a solicitud del laboratorio, este ensayo de aptitud para evaluar la capacidad del laboratorio para la identificación de Tequila, así mismo para que el laboratorio cuente con evidencia de su capacidad técnica del método aplicado para la identificación de bebidas destiladas de agave.

En el presente informe, Tequila se refiere a la bebida alcohólica regional obtenida por destilación de mostos, preparados directa y originalmente del material extraído, en las instalaciones de la fábrica de un Productor Autorizado la cual debe estar ubicada en el territorio comprendido en la Declaración, derivados de las cabezas de Agave de la especie tequilana weber variedad azul, previa o posteriormente hidrolizadas o cocidas, y sometidos a fermentación alcohólica con levaduras, cultivadas o no, siendo susceptibles los mostos de ser enriquecidos y mezclados conjuntamente en la formulación con otros azúcares hasta en una proporción no mayor de 49% de azúcares reductores totales expresados en unidades de masa, en los términos establecidos en la NOM-006-SCFI-2012, Bebidas alcohólicas-Tequila-Especificaciones, y en la inteligencia que no están permitidas las mezclas en frío. El Tequila es un líquido que puede tener color, cuando sea madurado, abocado, o añadido de un color específico. El Tequila puede ser añadido de edulcorantes, colorantes, aromatizantes y/o saborizantes permitidos por la Secretaría de Salud, con objeto de proporcionar o intensificar su color, aroma y/o sabor. Cuando se hace referencia al término "Tequila", se entiende que aplica a las dos categorías de tequila, salvo que exista mención expresa al Tequila "100% de agave".

Este ensayo de aptitud se realiza utilizando diferentes bebidas, unas procedentes de agave y otras de otros destilados para identificar cuál de ellas es un destilado de 100% agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila" o un destilado de agave.

El presente ensayo de aptitud (EA), se organiza siguiendo los lineamientos de la norma **NMX-EC-17043-IMNC-2010<sup>[1]</sup>**, y tienen la finalidad de evaluar el desempeño de los participantes para efectuar

ensayos o mediciones específicas bajo criterios previamente establecidos, resolver controversias de comercio internacional y promover el incremento de mercados tanto de destinos como de productos.

### **3. DESCRIPCIÓN DEL OBJETO DE ENSAYO UTILIZADO**

#### **3.1. Preparación del ítem de ensayo**

Bebidas alcohólicas destiladas de diferente procedencia, las cuales fueron envasadas y caracterizadas con el método de referencia para identificación de origen de bebidas alcohólicas de agave desarrollado en CENAM. Estas fueron identificadas y enviadas al laboratorio participante como muestras ciegas.

#### **3.2. Evaluación de la estabilidad y homogeneidad**

No aplica

### **4. PROCEDIMIENTO USADO PARA ESTABLECER EL VALOR DE REFERENCIA.**

Los materiales de ensayo fueron caracterizados cualitativa y cuantitativamente en CENAM, e identificados como bebidas alcohólicas destiladas. Se caracterizaron través de la identificación de la presencia o no de un compuesto presente en la planta de agave, que a su vez fue identificado y cuantificado previamente para establecer la relación de la presencia o no de este compuesto, y en su caso, la cantidad de sustancia presente con la que se estableció la relación que identifica a un Tequila, a un destilado de agave, y a bebidas destiladas no agaváceas.

### **5. TRAZABILIDAD E INCERTIDUMBRE DEL VALOR DE REFERENCIA.**

Los valores certificados son trazables a las unidades del Sistema Internacional mediante el uso de patrones de disoluciones del compuesto identificado y presente en el agave, preparadas gravimétricamente provenientes de sustancias químicas de pureza conocida, mismas que se determinaron en CENAM por el método de balance de masas, mediante las mediciones de las impurezas, asignando los valores de sus incertidumbres correspondientes.

Todas las disoluciones de calibración se prepararon gravimétricamente en balanzas analíticas calibradas con trazabilidad al patrón nacional de masa Número 21, el cual a su vez tiene su valor trazable a el valor de la constante de Plank.

En todas las mediciones el valor de incertidumbre fue estimado como  $U= k.u_c$ , en donde  $u_c$ , es la incertidumbre típica combinada estimada y  $k$  es el factor de cobertura. La incertidumbre expandida,  $U$ , con un factor de cobertura  $k=2$  define un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %. Esta estimación fue realizada de acuerdo con la "Guide to Expression of Uncertainty in Measurement, BIMP, JCGM-100:2008".

### **6. PROGRAMA DE ACTIVIDADES REALIZADO.**

Para la realización del ensayo de aptitud, se estableció el siguiente cronograma de actividades:

**Tabla 6.1 Cronograma de actividades**

ACTIVIDAD	FECHA
Envío de muestras	2022-05-09
Recepción de los resultados en el CENAM	2022-06-17
Envío de borrador de informe	2022-07-22
Envío y publicación de informe final	2022-08-30

Este ensayo consistió en analizar cuatro frascos de bebidas destiladas para que se realizara la identificación de tequila, de agave y destiladas de no agaváceas aplicando el método e instrumento de medición establecida por el participante.

## 7. LABORATORIOS PARTICIPANTES

### 7.1. Confidencialidad del EA

Para mantener la confidencialidad respecto a la identificación del laboratorio participante, el CENAM asignó un código 63221401 que sólo será conocido por el laboratorio y el CENAM. El laboratorio participante o el CENAM, no podrán dar a conocer información sobre el código de identificación ni sobre los resultados obtenidos a personal o instituciones ajenas a este ensayo. El CENAM se reserva el derecho a mantener la información codificada del participante, relacionada en el tiempo. En caso de requerirlo se solicitará al laboratorio su autorización para publicar los resultados del ensayo en publicaciones técnicas, conservando la confidencialidad del laboratorio mediante el uso de códigos.

El CENAM se obliga a garantizar la confidencialidad de los resultados y resguardar la identidad del laboratorio participante.

Los eventos que lleguen a presentarse y que no estén contemplados en este informe serán evaluados por el CENAM para realizar la acción que mejor corresponda, en beneficio de la confiabilidad del ensayo.

## 8. CRITERIO DE EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

Con base a lo establecido en la guía NMX-EC-17043-IMNC-2010, la evaluación del desempeño del laboratorio participante en determinación cualitativa se realizó dando una puntuación binaria, otorgando **1** al resultado de cada bebida **identificada correctamente** y **0** al resultado de cada bebida **no identificada correctamente**. Sobre el total de las 4 muestras a identificar, se consideró un resultado satisfactorio o no satisfactorio por muestra.

## 9. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS.

En la Tabla 9.1 se presentan los resultados de la identificación de las 4 bebidas recibidas por el laboratorio participante, que incluye la calificación obtenida de 1 (satisfactorio) o 0 (no satisfactorio).

**Tabla 9.1** Resultados de la calificación del laboratorio con código 63221401, donde 1 es satisfactorio y 0 es no satisfactorio.

Código	Identificación de la muestra	Resultado del laboratorio	Calificación
1B	Destilado de agave menor al 100%	No es un destilado de agave	0
1C	Vodka	No es un destilado de agave	1
1D	Tequila 100% agave	Es un destilado de agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila"	1
1F	Ginebra	No es un destilado de agave	1

## 10. DECLARACIÓN DE LA APTITUD, O FALTA DE ELLA, DEL LABORATORIO PARTICIPANTE DE ACUERDO A LOS CRITERIOS DE DESEMPEÑO.

**Tabla 10.1** Declaración de la aptitud del laboratorio con código 63221401, la cual puede ser satisfactoria o no satisfactoria. satisfactorio.

Código	Identificación de la muestra	Resultado del laboratorio	Aptitud
1B	Destilado de agave menor al 100%	No es un destilado de agave	No satisfactoria
1C	Vodka	No es un destilado de agave	Satisfactoria
1D	Tequila 100% agave	Es un destilado de agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila"	Satisfactoria
1F	Ginebra	No es un destilado de agave	Satisfactoria

## 11. COMENTARIOS SOBRE EL DESEMPEÑO DEL LABORATORIO.

En el formato de resultados que se le envió al cliente, se le solicitó que reportara el resultado obtenido de las siguientes opciones:

- a) Es un destilado de agave, no un tequila,
- b) Es un destilado de agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila"
- c) No es un destilado de agave.

No obstante, el laboratorio con código 63221401 informó que evaluó las bebidas con la técnica de Resonancia Magnética Nuclear SNIF-NMR, utilizando <sup>13</sup>C-SNIFNMR que permite detectar la adulteración de productos a base de 100% Agave (CAM metabolismo), con otras fuentes de etanol o azúcares (C3 (uva-arroz-trigo...) o C4 (maíz-caña) metabolismo). Sin embargo, este método no permite detectar el tipo de variedad de agave.

En atención a los comentarios recibidos del laboratorio 63221401 y para dar mayor claridad al significado del inciso a), se especifica que se trata de un destilado de agave, pero no es 100% agave; al mismo tiempo, como no se trata de un destilado de agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila", se dejó el texto que dice "No es un tequila".

- a) Es un destilado de agave, pero no es 100% agave. No un tequila
- b) Es un destilado de agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila"
- c) No es un destilado de agave.

Los resultados del laboratorio con código 63221401 hacen evidente, que el proceso de medición con la técnica de Resonancia Magnética Nuclear SNIF-NMR, utilizando  $^{13}\text{C}$ -SNIFNMR, puede identificar un destilado 100% agave, como lo demostró con el resultado satisfactorio de la muestra 1D-tequila 100% agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila". Al mismo tiempo es capaz de identificar las bebidas de alcohol procedente de otras fuentes diferentes al agave, como se observa con los resultados satisfactorios de las muestras 1C-Vodka y 1F-Ginebra. Finalmente, el resultado no satisfactorio de la muestra 1B- Destilado de agave menor al 100%, demuestra que es capaz de distinguir claramente un destilado de agave 100% de una mezcla con menor contenido de agave (mostos enriquecidos).

## 12. RECOMENDACIONES.

La metodología utilizada es de carácter semicuantitativo, por lo que se recomienda que se establezcan cuáles son los límites que indican cuando una bebida es adulterada o no, ya que en su reporte solo indica, que está o no dentro de dicho límite.

Para una **identificación definitiva de un “Tequila”**, conforme a la NOM-006-SCFI-2012, Bebidas alcohólicas-Tequila-Especificaciones, en donde la bebida destilada con denominación de Origen "Tequila", que incluye tanto los destilados de 100% agave tequilana weber, como los hechos con mostos enriquecidos y mezclados conjuntamente en la formulación con otros azúcares hasta en una proporción no mayor de 49% de azúcares reductores totales, es recomendable aplicar el método Resonancia Magnética Nuclear SNIF-NMR, **utilizando  $^{13}\text{C}$ -SNIFNMR evaluado en este EA, paralelamente con otras metodologías** con capacidad de diferenciar si la bebida proviene o no de agave tequila weber en su totalidad (Tequila 100% agave) o si la bebida proviene de una mezcla, esto es, mostos enriquecidos con otros azúcares en proporción no mayor de 49% (Tequila menor de 100% agave).

## 13. ANEXO

### 13.1. Formato 63221401

Ensayo de aptitud No.: CNM-EA-630-0014/2022 Identificación de origen de bebidas de agave				
<b>Formato 1</b>				
Fecha de envío de resultados:	07-jun-22			
Número único de identificación del laboratorio participante	1			
Número único de identificación de frascos recibidos	1-B	1-C	1-D	1-F
<b>Medición</b>				
I. Instrumento o sistemas de medición utilizados	Sistema ADCS para la destilación Modulo Eurodens para la validación de la destilación Preparación del tubo con PrepSamp Equipamiento 13C-SNIF-NMR para la medida de los parámetros individuales Equipamiento 13C-IRMS para la medida del 13C global Software Eurospectrum para la calculación de los parámetros internal banco de datos para la interpretación			
II. Materiales de calibración				
<i>Si utilizó un material de referencia o material de referencia certificado para la preparación de disoluciones de calibración, llene los siguientes espacios.</i>				
Fuente:	IRMM Belgium <a href="https://crm.jrc.ec.europa.eu/p/40456/40484/By-analyte-group/ERM-AE003-TE TRAMETHYLUREA-D-H-ratio/ERM-AE003">https://crm.jrc.ec.europa.eu/p/40456/40484/By-analyte-group/ERM-AE003-TE TRAMETHYLUREA-D-H-ratio/ERM-AE003</a>			
Descripción	Tetramethylurea (TMU)			
III. Método de preparación				
Método de preparación de muestra, INDICAR EN FORMA DE SÍNTESIS LA METODOLOGÍA REALIZADA <b>en acuerdo con el método OIV-MA-AS311-05 :</b>				
<ul style="list-style-type: none"><li>-destilación del etanol con el module ADCS,</li><li>-medida del grado alcohólico del destilado para validar la destilación con Eurodens,</li><li>-preparación del tubo NMR con PrepSamp,</li><li>-medida las valores por 13C-SNIFNMR (Site Specific Natural Isotope Fractionation Nuclear Magnetic Resonance)</li><li>-integración et calcul de los parámetros delta <math>^{13}\text{C}_{\text{CH}_2}</math> y delta <math>^{13}\text{C}_{\text{CH}_3}</math> con Eurospectrum</li><li>-interpretación</li></ul>				
<b>Observaciones</b>				
<i>Indicar alguna observación adicional acerca de la preparación de sus patrones de calibración o procedimiento de cuantificación</i>				
<b>el laboratorio es acreditó según ISO-17025 para esta medida</b> <a href="https://tools.cofrac.fr/annexes/sect1/1-0287.pdf">https://tools.cofrac.fr/annexes/sect1/1-0287.pdf</a>				
<b>La técnica 13C-SNIFNMR es un método que permite de detectar la adulteración de productos a base de Agave (CAM metabolismo) con otras fuentes de etanol o azucares (C3 (uva-arroz-trigo...) o C4 (maíz-caña) metabolismo). No permite detectar el tipo de variedad de Agave</b>				
	delta $^{13}\text{C}_{\text{global}}$	delta $^{13}\text{C}_{\text{CH}_2}$	delta $^{13}\text{C}_{\text{CH}_3}$	
1-B	-12.2	-12.4	-12.0	outside limit of Agave tequila
1-C	-27.2	-27.0	-27.4	outside limit of Agave tequila
1-D	-13.0	-8.1	-17.9	in accordance with Agave tequila
1-F	-10.6	-11.7	-9.5	outside limit of Agave tequila

Ensayo de aptitud No.: CNM-EA-630-0014/2022 Identificación de origen de bebidas de agave						
Formato 2						
RESULTADOS						
	No. de frasco	1-B				Indicar el resultado con una X
a) Es un destilado de agave, no un tequila,						
b) Es un destilado de agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila"						
c) No es un destilado de agave						x
	No. de frasco	1-C				Indicar el resultado con una X
a) Es un destilado de agave, no un tequila,						
b) Es un destilado de agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila"						
c) No es un destilado de agave						x
	No. de frasco	1-D			Agave 100%. La técnica <sup>13</sup> C-SNIFNMR es un método que permite de detectar la adulteración de productos a base de Agave (CAM metabolismo) con otras fuentes de etanol o azucares (C3 (uva-arroz-trigo...) o C4 (maíz-caña) metabolismo). No permite detectar el tipo de variedad de Agave	
a) Es un destilado de agave, no un tequila,						Indicar el resultado con una X
b) Es un destilado de agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila"						x
c) No es un destilado de agave						
	No. de frasco	1-F				Indicar el resultado con una X
a) Es un destilado de agave, no un tequila,						
b) Es un destilado de agave tequilana weber con denominación de Origen "Tequila"						
c) No es un destilado de agave						x