

 <p>República de Colombia Gobernación de Santander</p>	MANUAL DE ANÁLISIS DE GRADO ALCOHOLIMÉTRICO LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-20
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	1 de 8

República de Colombia



Gobernación de Santander

MANUAL DE ANÁLISIS DE GRADO ALCOHOLIMÉTRICO EN BEBIDAS EMBRIAGANTES Y ALCOHÓLICAS

	MANUAL DE ANÁLISIS DE GRADO ALCOHOLIMÉTRICO LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-20
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	2 de 8

CONTENIDO

1. OBJETIVO	2
2. ALCANCE.....	3
3. RESPONSABILIDAD.....	3
4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS.....	3
5. CONDICIONES GENERALES.....	3
6. FUNDAMENTOS DEL MÉTODO	4
7. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS.....	4
8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA	4
9. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA.....	4
10. RECURSOS.....	4
10.1 Materiales.....	4
10.2 Equipos	4
11. REACTIVOS Y CONTROLES DE REFERENCIA.....	5
12. DESCRIPCION DEL PROCEDIMIENTO	5
12.1 Acondicionamiento del equipo y de la muestra	5
12.2 Determinación del grado Alcohólico.....	5
12.3 Criterios de aceptación o rechazo	6
13. ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS.....	6
14. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS	6
15. EMISIÓN DE INFORME DE RESULTADOS	6
16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS	7
17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA.....	7
18. REGISTROS Y DOCUMENTOS ASOCIADOS.....	7
19. CONTROL DE CAMBIOS	7

1. OBJETIVO

Establecer la guía de análisis en la aplicación de la metodología analítica para la

	MANUAL DE ANÁLISIS DE GRADO ALCOHOLIMÉTRICO LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-20
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	3 de 8

determinación del grado alcoholimétrico en una bebida embriagante y/o alcohólica según el método AOAC 982.10 Alcohol by Volume in Distilled Liquors – Densitometric Method.

2. ALCANCE

Este procedimiento se aplica a las muestras de bebidas alcohólicas destiladas que se analizan en el Laboratorio Físicoquímico de Bebidas Alcohólicas del Laboratorio Departamental de Salud Pública de Santander

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad del profesional del Laboratorio Físicoquímico de bebidas alcohólicas aplicar lo anterior con calidad y oportunidad, así como garantizar los resultados que se generen del mismo.

4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

Bebida Alcohólica: Producto apto para consumo humano que contiene una concentración no inferior a 2.5 grados alcoholimétricos y no tiene indicaciones terapéuticas.

Bebida Destilada: Son todas las obtenidas por destilación, previa fermentación alcohólica de productos naturales, que conservan el aroma y el sabor de las materias primas utilizadas; dentro de este grupo se encuentran, entre otros, el aguardiente, el vodka, el whisky, el brandy, la ginebra, el tequila y el ron.

Duplicado de muestra: es otra alícuota de la misma muestra, tomada cuando la muestra ha sido homogenizada convenientemente. Seleccione aleatoriamente muestras de rutina para ser analizadas dos veces. Independientemente prepare y analice muestras duplicadas. Incluya al menos un duplicado para cada tipo de matriz diariamente o con cada lote de 20 muestras o menos.

Estándar primario: es una sustancia utilizada como referencia al momento de hacer una valoración o estandarización de soluciones mediante el procedimiento de titulación.

Grado Alcoholimétrico: Porcentaje en volumen de alcohol etílico a 20 °C.

Solución estándar: es una solución que contiene una concentración conocida de un elemento o sustancia específica, llamada patrón primario.

5. CONDICIONES GENERALES

Antes de comenzar a trabajar con las muestras, asegúrese de la limpieza de su lugar de trabajo y de que lo mencionado en materiales, insumos y reactivos esté disponible.

Revisar el Manual del Sistema de Seguridad y Salud en el Trabajo y las hojas (fichas) de Seguridad correspondientes a los reactivos utilizados.

Utilizar los elementos de protección personal (EPP) adecuados para la realización de la marcha analítica, (bata de laboratorio, zapatos antideslizantes, gafas protectoras y guantes de nitrilo) y registrar en el formato de verificación de uso de elementos de protección: MI-GS-RG-378.

La técnica analítica no requiere condiciones ambientales controladas, sin embargo, las condiciones ambientales del área donde se realiza la técnica son vigiladas a través del termo higrómetro y son registradas en el formato de condiciones ambientales Formato MI-GS-RG-37. Los equipos deben mantenerse entre Temperatura y humedad relativa controladas respectivamente +10°C a +40°C y la humedad relativa no debe pasar de 80%.

Si se va a trabajar con ácidos concentrados se debe realizar en la cabina extractora de gases y utilizar mascarilla de gases.

	MANUAL DE ANÁLISIS DE GRADO ALCOHOLIMÉTRICO LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-20
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	4 de 8

Los residuos de las muestras, patrones titulados y soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado rotulado de acuerdo a lo establecido en el laboratorio y manipularse correctamente según lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

6. FUNDAMENTOS DEL MÉTODO

La destilación de una bebida alcohólica puede aproximarse a la destilación de una mezcla etanol-agua a presión constante en la que hay formación de un azeótropo.

El contenido Alcohólico, se entiende como el porcentaje de etanol, en volumen, determinado a la temperatura de 20°C, en el producto que se analiza. Se expresa en grados Alcohólicos. Se lleva cabo con el fin de verificar el valor indicado en la etiqueta se encuentre dentro de los valores establecidos dentro de la normativa vigente.

El método AOAC 982.10 Alcohol by Volume in Distilled Liquors – Densitometric Method, usado para la determinación del grado Alcohólico en bebidas alcohólicas, en el Laboratorio de Salud Pública de Santander, consta de dos partes, la primera de destilación en condiciones específicas y la segunda donde se estima el grado alcohólico por el método densímetro mediante la evaluación de la densidad relativa, mediante la lectura directa de la densidad o en °G (Alcoholímetro) donde los grados se refieren al porcentaje en volumen de etanol en agua.

7. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

No aplica en este procedimiento.

8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA

Remitirse a los siguientes documentos publicados en la intranet de la Gobernación de Santander Manual de procedimientos para remisión, transporte, almacenamiento y conservación de muestras. (MI-GS-MA-11)

9. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

La muestra debe ser almacenada y conservada en las condiciones que el fabricante recomiende en el empaque del alimento. La muestra debe conservarse en su empaque original y debe embalarse en un empaque secundario que proteja la muestra de deterioro y de rupturas o daño de la muestra.

10. RECURSOS

10.1 Materiales

- Vasos de precipitado de 200 o 300 ml.
- Pipetas aforadas tipo A de 4, 20, 50 y 100 ml.
- Baño termostadado a 20°C
- Baño con hielo
- Tubos Buchi
- Balones aforados tipo A, de 25, 50 y 100 ml.
- Jeringa de 5 ml, para inyectar muestra al densímetro DMA 4500M Anton Paar

10.2 Equipos

Antes de operar los equipos verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de manejo del equipo.

- Destilador Buchi

	MANUAL DE ANÁLISIS DE GRADO ALCOHOLIMÉTRICO LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-20
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	5 de 8

- Densímetro DMA 4500M Anton Para
- Purificador de agua destilada tipo I
- Baño serológico Julabo a 20°C
- pH-metro
- Plancha de agitación

11. REACTIVOS Y CONTROLES DE REFERENCIA

Los reactivos deben ser de grado analítico y contar con el respectivo certificado de análisis de trazabilidad. Cuando se preparen las soluciones se debe diligenciar los formatos de Preparación de reactivos MI-GS-RG-101, Formato valoración de reactivos MI-GS-RG-107, Formato Verificación de balanza MI-GS-RG-102, Formato de verificación de agua destilada MI-GS-RG-106.

- **Agua desionizada ultrapura**
- **Material de referencia etanol 5%, etanol 15%, etanol 40%**, certificado NIST
- **Solución patrón etanol 4%:** Con una pipeta aforada, tome 4 ml de etanol absoluto, diluir y aforar a 100 ml
- **Solución patrón etanol 15%:** Con una pipeta aforada, tome 15 ml de etanol absoluto, diluir y aforar a 100 ml
- **Solución patrón etanol 40%:** Con una pipeta aforada, tome 40 ml de etanol absoluto, diluir y aforar a 100 ml

12. DESCRIPCION DEL PROCEDIMIENTO

12.1 Acondicionamiento del equipo y de la muestra

- Enchufar los equipos, oprimir el botón encendido y esperar a que calienten por aproximadamente 30 minutos antes de su uso
- Realizar verificación de uso de equipos y registrar en los respectivos formatos.
- Realizar verificación del empaque, rótulo y características generales, registre en la hoja de trabajo de bebidas alcohólicas MI-GS-RG-479
- Rotule el material a utilizar durante el montaje, con el código asignado por el laboratorio, se rotula material por duplicado.
- Si su muestra es de alguna bebida espumosa, mida aproximadamente 300 mL de la bebida alcohólica y vierta su contenido dentro de un matraz. Con ayuda de un agitador magnético mantenga la solución con agitación constante aproximadamente a 400 rpm durante 20 minutos.

12.2 Determinación del grado Alcohólico

- La muestra debe ser cuidadosamente destapada y dispensada en un vaso de precipitado en condiciones ambientales.
- A las bebidas alcohólicas fermentadas, realizar agitación constante y suave, hasta eliminar el contenido de gas.
- Tomar un volumen de 50 mL con una pipeta aforada y llevarlo a un tubo Buchi de 300 ml o de 500mL, según la naturaleza de la muestra.
- Realizar un lavado o purga del equipo destilador con agua destilada, por un tiempo de 2 a 4 minutos.
- Destilar la muestra en el destilador Buchi y recoger en un balón de 100 ml (que se encuentra en cama de hielo), se obtienen aproximadamente 98 ml (varía dependiendo de la muestra), llevar a una temperatura de 20 °C y aforar con agua destilada.
- En el Densímetro Anton Parr, seleccionar el método "Ethanol N°11"
- Tomar la muestra destilada, en una jeringa e inyectarla en el densímetro DMA 4500M

	MANUAL DE ANÁLISIS DE GRADO ALCOHOLIMÉTRICO LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-20
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	6 de 8

Anton Paar, el equipo automáticamente arranca la medición y arroja el resultado en g/cm³ y el % (v/v) de alcohol que equivale a mL/ 100 mL

- Hacer la medición por duplicado y registrar los resultados

12.3 Criterios de aceptación o rechazo

Realizar muestras por duplicado y tomar como resultado el promedio aritmético de los valores, siempre que los criterios de repetibilidad se hayan cumplido.

CRITERIO	RANGO DE ACEPTACIÓN	ACCIÓN ANTE INCUMPLIMIENTO DE CRITERIOS
Diferencia Porcentual Relativa	CV menor a 5 % Aplicada a los duplicados	Realizar Trabajo no conforme y repetir análisis

Se aceptan máximo dos (2) desviaciones en un lote de 20 muestras analizadas. Si se exceden se debe proceder con plan de acción correctiva

13. ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS

- Antes de hacer las mediciones de la muestra hacer el chequeo de limpieza de la celda pasando agua destilada a 20°C, la lectura debe ser 0.9982. Diligenciar el formato Verificación del densímetro.
- espectrofotómetro según cronograma del laboratorio (una vez a la semana).
- Utilice siempre material limpio, siguiendo el ítem lavado de material en el Instructivo de limpieza y desinfección del laboratorio
- Analizar las soluciones estándar de control, antes de cada montaje
- Verificar el resultado en la carta de control del método y debe encontrarse en los límites de control/alarma. La solución estándar de control puede ser de concentración baja, media o alta, ósea 4, 15 y 40%. Estos patrones se preparan a partir de una solución de referencia etanol absoluto. El resultado de esta prueba debe quedar en los registros de verificación de equipos y la respectiva carta de control.
- Realizar duplicado de cada muestra.
- Diligenciar el formato de captura de datos del método registrando todas las casillas que se indiquen.
- En caso de que los criterios mencionados no cumplan (estándar de control, verificación del equipo), se debe parar el análisis y seguir el procedimiento de trabajo no conforme.

14. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Promediar los valores obtenidos de los duplicados y expresar el resultado de estos con dos cifras decimales.

Los resultados deben expresarse en Grado Alcohólico (ml etanol/100 ml de muestra) equivalente a Grado Alcohólico

15. EMISIÓN DE INFORME DE RESULTADOS

La identificación única del Informe de Análisis es el número de radicado arrojado por la base de datos de muestras y debe figurar en todas las páginas en la parte inferior derecha para asegurar que cada una de ellas sea reconocida como parte del informe.

Cada Informe de Análisis incluye al final del mismo una declaración que indica: “Los resultados son válidos únicamente para la muestra y ensayos analizados. El contenido de este informe no puede ser reproducido parcial ni totalmente sin autorización del laboratorio”

	MANUAL DE ANÁLISIS DE GRADO ALCOHOLIMÉTRICO LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-20
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	7 de 8

Muestra insuficiente: Cuando la muestra recibida para análisis sea insuficiente se priorizarán los ensayos solicitados por el solicitante, si no se encuentran especificados los ensayos, el líder técnico definirá cuales son prioritarios.

El informe de resultados y el informe de evaluación documental, es elaborado por los analistas que ejecutan los ensayos y son revisados por el Líder Técnico quien a través de las hojas de trabajo y soportes de resultados verifica que lo consignado en el informe de análisis corresponda con las hojas de trabajo y los soportes de resultados, El Líder Técnico realiza las observaciones al analista y este realiza los ajustes correspondientes. Cuando solo haya una persona en el área, esta revisa los informes antes de liberarlos y realiza el registro correspondiente.

Las modificaciones a un informe de análisis se elaboran de tal manera que cumplan los mismos requisitos de los informes. Se sigue el mismo procedimiento de elaboración, revisión y autorización que el establecido para los informes originales.

- En el caso de requerir modificar un informe enviado al cliente, se recupera totalmente y se elabora un nuevo informe teniendo en cuenta las correcciones del caso; el nuevo informe llevará la declaración en mayúscula sostenida, fácilmente visible, “ESTE INFORME SUSTITUYE AL INFORME DE ANÁLISIS CON RADICADO VAC0000-AAAA EMITIDO EN DD/MM/AAA” identificado con el número de radicación de la muestra seguido de un guion y el número 1.
- Se almacena una copia de ambos documentos como constancia del cambio realizado.
- Se realiza la investigación de la causa del error en el informe de acuerdo al procedimiento Control de Trabajo de Ensayo No Conforme y se documentan las acciones tomadas al respecto.

16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

No aplica

17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

AOAC INTERNATIONAL. OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS. AOAC Official Method 982.10. 21st Ed., Rockville, MD, USA, AOAC INTERNATIONAL, 2019

18. REGISTROS Y DOCUMENTOS ASOCIADOS

Formato MI-GS-RG-708: Carta control de temperatura y humedad
Formato MI-GS-RG-37: Control de Temperatura y Humedad.
Formato MI-GS-RG-815: Entrega de residuos químicos para disposición final.
Formato EX-GS-RG-52: Acta de toma de muestra
Formato MI-GS-RG-101: Preparación de reactivos.
Formato MI-GS-RG-102: Verificación de agua destilada.
Formato MI-GS-RG-103: formato verificación de conductímetro
Formato MI-GS-RG-104: formato verificación potenciómetro
Formato MI-GS-RG-593: formato verificación de densímetro
Formato MI-GS-RG-364 Formato de uso de equipos
Formato MI-GS-GI-114 Guía operativa densímetro DMA 4500M Anton Parr
Formato MI-GS-GI-113 Guía operativa del destilador BUCHI K355
Formato MI-GS-RG-479: hoja de trabajo bebidas embriagantes y alcohólicas
Formato MI-GS-RG-627: Carta control laboratorio fisicoquímico
Formato MI-GS-RG-816: Formato informe de resultados de análisis de alimentos y bebidas
Formato MI-GS-RG-360
Formato seguimiento a duplicados
Hoja de cálculos

19. CONTROL DE CAMBIOS

	MANUAL DE ANÁLISIS DE GRADO ALCOHOLIMÉTRICO LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA	CÓDIGO	MI-GS-MA-20
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	22/04/2024
		PÁGINA	8 de 8

CONTROL DE CAMBIOS				
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	REVISÓ	APROBÓ
0	01/11/2020	Emisión inicial del documento	Fredy Blanco Ríos Líder Grupo LDSP Germán Eduardo Marín Cárdenas Director de Salud Integral Cesar Ernesto Sáenz Director de Planeación y Mejoramiento en Salud	Javier Alonso Villamizar Suarez Secretario de Salud de Santander
1	22/04/2024	Inclusión de definiciones, fundamento del método, reactivos usados y aseguramiento de la calidad	Alba Rocío Orduz Amézquita Líder Grupo LDSP Zulema Rosalba Villarreal Directora de Salud Integral Director de Planeación y Mejoramiento en Salud	Edwin Antonio Prada Ramírez Secretario de Salud de Santander