

CERTIFICACIÓN DEL PRIMER MATERIAL DE REFERENCIA DE HARINA DE TRIGO DE PRODUCCIÓN NACIONAL A TRAVÉS DE ENSAYOS DE APTITUD

R. Blasco⁽¹⁾, G. Costamagna⁽¹⁾, Patricia Gatti⁽²⁾, G. Mastromónaco⁽³⁾, S. Forastieri⁽³⁾, S. Aued⁽³⁾, F. Kornblit⁽³⁾, M. Puelles⁽⁴⁾

rblasco@inti.gob.ar

⁽¹⁾ Departamento de Materiales de Referencia-DT Metrología Química-SOMCel-GOMyC-INTI

⁽²⁾ SOMCel-GOMyC-INTI

⁽³⁾ Departamento de Calidad en las Mediciones-DT Calidad-GOMyC-INTI

⁽⁴⁾ Departamento de Metrología en Ambiente y Salud-GOMyC-INTI

Palabras Clave: material de referencia; harina de trigo; valor de referencia

INTRODUCCIÓN

Los laboratorios necesitan con mayor frecuencia disponer de Materiales de Referencia que representen a las matrices de análisis. Es así que el INTI ha desarrollado el primer Material de Referencia de producción nacional y regional en harina de trigo cuyos parámetros fueron certificados a través del último de una serie de ensayos de aptitud [1].

Se utilizó para la caracterización uno de los criterios propuestos por la norma ISO/IEC 17034 [2]: mensurados definidos operacionalmente usando una red de laboratorios competentes.

El presente trabajo detalla los criterios de evaluación para seleccionar los laboratorios competentes, responsables de la asignación del valor y la metodología aplicada para acordar dicho valor, a partir de los requisitos establecidos por las normas ISO/IEC 17025 [3] e ISO/IEC 17043 [4].

Una particularidad importante en el caso de la harina es que, al ser una matriz formada por partículas de tejido con actividad metabólica, es primordial reducir los tiempos en los que se realizan las mediciones, a fin de ofrecer a los usuarios el máximo período de vida útil posible, pero con una incertidumbre razonable, que les sea de utilidad para sus mediciones.

OBJETIVOS

-Seleccionar laboratorios competentes para asignar el valor de referencia a los parámetros incluidos en la asignación de valor del Material de Referencia.

-Establecer la metodología utilizada para asignar los valores de referencia.

DESARROLLO

El lote de harina se homogeneizó y fraccionó en frascos conteniendo 1 kg de harina de trigo, recubiertos con un envase trilaminado sellado por calor. Se realizaron los estudios de homogeneidad y estabilidad los que reflejaron resultados satisfactorios. La homogeneidad se estudió en los parámetros de Humedad, Cenizas a 910 °C, Número de caída (Falling number), Gluten húmedo, Gluten seco, Nitrógeno, Grasa total, Alveograma (P, o Tenacidad; L, o Longitud; P/L; Ie, o Índice de Elasticidad; G, o Hinchamiento; W, o Trabajo de Deformación) y Farinograma (Absorción, Tiempo de Desarrollo, Estabilidad y Aflojamiento). Específicamente se ensayaron tres condiciones de estabilidad: en freezer, rango de -16 °C a -21 °C (estabilidad a largo plazo), en estufa de temperatura (40 °C) y humedades controladas (80 % HR) y en condiciones de humedad y temperatura ambiente existentes en el interior del Edificio 40 de PTM (condición finalmente adoptada como estabilidad de transporte, o estabilidad a corto plazo). El estudio a temperatura y humedad controladas fue suspendido al obtenerse resultados indicativos de cambios sustanciales en la matriz. El Servicio Argentino de Interlaboratorios INTI realizó el seguimiento de los laboratorios que participaron en los ensayos de aptitud de los años 2016 (ronda I y II); 2017, 2018 y 2019 [5].

Se establecieron una serie de criterios en orden de importancia: a) participación satisfactoria en tres ejercicios consecutivos durante el periodo analizado con Z-score ≤ 2 ; b) ensayos bajo sistema o acreditados según ISO/IEC 17025: 2017 (versión anterior vigente para las rondas de 2016); c) resultados expresados con su incertidumbre; todos ellos con el objetivo de asegurar

la competencia en los sucesivos ejercicios inter-laboratorio.

para contribuir en la asignación del valor del material de referencia certificado.

Las tablas 1, 2 y 3 indican los valores asignados para cada parámetro con sus incertidumbres y el número de laboratorios que contribuyeron al valor.

RESULTADOS

Considerando los criterios establecidos se identificó un número limitado de 10 laboratorios. Se los notificó e invitó a ser parte de este proyecto

	Humedad (g/100g) C	Cenizas 910°C (g/100g) (BS) C	Cenizas 550°C (g/100g) (BS) I	Grasa total (g/100g) (BS) R	Nitrógeno (g/100g) (BS) I	Gluten Húmedo (g/100g) (B: 14,0 %) C	Gluten Seco (g/100g) (B: 14,0 %) I
<i>n</i>	10	8	3	7	5	7	4
Promedio	13,36	0,703	0,740	26,4	2,184	26,4	9,7
<i>U</i> (k = 2)	0,45	0,058	0,031	2,5	0,073	2,5	0,6

Tabla 1. Valores asignados con sus incertidumbres expandidas-Fisicoquímicos y reológicos (*U*: incertidumbre expandida; C: parámetro certificado; I: parámetro indicativo; R: parámetro referencial; BS: base seca; B: 14,0 %, base 14,0 % de humedad).

	Gluten Húmedo SS (g/100g) (B: 14,0 %) I	Gluten Seco SS (g/100g) (B: 14,0 %) I	Número de caída (s) C	Absorción (ml/100g) (B:14,0 %) I	Desarrollo (min) R	Estabilidad (min) R	Aflojamiento (U.F.) R
<i>n</i>	5	5	9	10	10	10	9
Promedio	27,1	9,5	464	57,4	9,0	15,1	48
<i>U</i> (k = 2)	2,8	0,2	50	1,2	0,9	0,9	5

Tabla 2. Valores asignados con sus incertidumbres expandidas-Reológicos incluyendo Farinograma (*U*: incertidumbre expandida; C: parámetro certificado; I: parámetro indicativo; R: parámetro referencial; BS: base seca; B: 14,0 %, base 14,0 % de humedad; SS: solución salina; U.F.: unidades farinográficas).

	P (mm H ₂ O) R	L (mm) R	W (10 ⁻⁴ joule) R	G (ml ^{0,5}) I	P/L (mm H ₂ O/mm) R	le (mm H ₂ O/100 mm H ₂ O) I
<i>n</i>	6	5	4	4	6	6
Promedio	78	102	264	22,7	0,74	57,0
<i>U</i> (k = 2)	5	13	28	2,6	0,14	3,0

Tabla 3. Valores asignados con sus incertidumbres expandidas-Reológicos de Alvegrama (*U*: incertidumbre expandida; I: parámetro indicativo; R: parámetro referencial).

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

El ensayo de aptitud en harina se organiza en INTI SAI desde el año 2004 en forma anual. Con esta experiencia y datos históricos es que se pudo avanzar en la caracterización de este Material de Referencia Certificado (MRC). La participación continua en los ensayos de aptitud permite al laboratorio mejorar año a año su desempeño.

A partir del presente desarrollo, el MRC de harina (INTI – MRC 017 – 001) tuvo demanda permanente hasta la fecha.

Este trabajo permitió consolidar el grupo de laboratorios expertos que están en condiciones de asignar valor en futuras producciones de Materiales de Referencia bajo las condiciones de selección establecidas.

Desarrollar este Material de Referencia Certificado es uno de los roles principales del INTI para diseminar la trazabilidad y contribuir al aseguramiento de la calidad en las mediciones.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ISO 13528:2015. "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons".
- [2] ISO/IEC 17034:2016. "Requisitos generales para evaluar a los proveedores de materiales de referencia".
- [3] ISO/IEC 17025:2017. "Evaluación de la conformidad – requisitos generales para evaluar la competencia técnica".
- [4] ISO/IEC 17043:2010. "Evaluación de la conformidad - Requisitos generales para los ensayos de aptitud".
- [5] PRA-04/2019 "Suplemento Informe Final Ensayo de Aptitud Parámetros de Calidad en Harina de Trigo", 2020.



Figura 1: envases secundario (izq.) y primario (der.) del INTI – MRC 017 – 001.