

Elaboración de un material de referencia certificado de aceite de oliva virgen extra

L. Soria⁽¹⁾, S. Etelechea⁽¹⁾, M. Simón⁽¹⁾, M. Cirio⁽¹⁾, G. Mastromónaco⁽²⁾,
I. Palacios⁽²⁾, A. Castro⁽²⁾, S. Forastieri⁽²⁾, A. Santi⁽³⁾, M. Spath⁽⁴⁾, F. Raco⁽⁵⁾, R. Blasco⁽⁵⁾
F. Kornblit⁽²⁾, E. Kneeteman⁽⁶⁾, P. Gatti⁽⁷⁾

oleaginosas@inti.gob.ar

⁽¹⁾ Dependencia del Autor, Dto. Análisis Instrumental - DT de Servicios Analíticos - SOA-GOSI-INTI

⁽²⁾ Dependencia del Autor, Dto. Calidad en las Mediciones - DT Calidad SOMCel-GOMyC-INTI

⁽³⁾ Dependencia del Autor, Dto. Servicios Analíticos Cuyo - DT Alimentos Cuyo-SORCuyo-GOAR-INTI

⁽⁴⁾ Dependencia del Autor, Dto. Servicios Analíticos Pampeana -DT Regional Buenos Aires - SOR Pampeana-GOAR-INTI

⁽⁵⁾ Dto. Materiales de Referencia-DT Metrología Química-SOMCel-GOMyC-INTI

⁽⁶⁾ DT de Servicios Analíticos - SOA-GOSI-INTI

⁽⁷⁾ SOMCel-GOMyC-INTI

Palabras Clave: material de referencia certificado 1; aceite de oliva 2; valor certificado 3.

INTRODUCCIÓN

Un Material de Referencia Certificado (MRC) es un material caracterizado mediante un procedimiento metrológico válido para una o más propiedades específicas, acompañado por un certificado que proporciona el valor de la propiedad especificada, su incertidumbre asociada y una declaración de la trazabilidad metrológica, según GUIA ISO 30:2015^[6].

Los MRC son utilizados para calibrar, asegurar los métodos de medición o para asignar valor a otros materiales.

Es importante contar con un MRC de aceite de oliva en la región para asegurar la calidad de las mediciones en el sector olivícola y contribuir a la calidad de la producción a nivel nacional.

OBJETIVOS

Elaborar un MRC de aceite de oliva, con valores certificados para las propiedades de acidez volumétrica y perfil de ácidos grasos, siguiendo la norma ISO /IEC 17034:2017^[6].

DESARROLLO

El candidato a material de referencia de aceite de oliva virgen extra se preparó a partir de un aceite comercial, utilizando envases de un mismo lote de producción.

Las propiedades certificadas fueron acidez (g de ácido oleico/100 g) y perfil de ácidos grasos (g/100 g de ésteres metílicos).

El material se preparó en un recipiente de volumen suficiente, de manera que el total del aceite no supere los 2/3 del total de la

capacidad de éste, a fin de que se homogenice correctamente. Se mezcló durante 5 minutos con agitación mecánica, sin generar burbujas de aire para disminuir el contacto con el oxígeno y evitar la oxidación. El aceite se fraccionó en botellas dejando la menor cantidad de aire posible, procediendo a su posterior cierre. Se utilizaron botellas de plástico color caramelo de aproximadamente 125 ml de capacidad, con tapa a rosca inviolable.

Se verificó la homogeneidad sobre las propiedades acidez y perfil de ácidos grasos siguiendo la guía ISO 35:2017^[7].

Se evaluó la estabilidad de las propiedades certificadas a corto y a largo plazo, se realizó la estabilidad a corto plazo mediante un estudio isócrono en estufa a 30°C durante dos semanas. La estabilidad a largo plazo continúa en evaluación ensayando los parámetros certificados trimestralmente durante 24 meses desde la fecha de elaboración del MRC y teniendo en cuenta la vida útil del material.

Método de ensayo.

Para el análisis de acidez volumétrica se utilizó la norma ISO 660:2020^[3] Método 9.1 "Método con solvente frío usando indicador".

Para el análisis de composición en ácidos grasos se utilizaron las normas ISO 12966-2:2017^[1] e ISO 12966-4:2015^[2].

La asignación de valor de los distintos parámetros, así como sus incertidumbres fueron determinados por consenso entre laboratorios expertos de INTI correspondientes a los siguientes Departamentos: Análisis Instrumental (SOA); Red de Laboratorios Lácteos (REDELAC); Servicios Analíticos

Región Pampeana (Mar del Plata) y Servicios Analíticos Cuyo (Mendoza).

Con el objetivo de asegurar la calidad de las mediciones, los sistemas de medición se verificaron con una muestra testigo proveniente de un ensayo de aptitud COI CHEM/2021 organizado por el Consejo Oleícola Internacional, en el que INTI participa anualmente.

RESULTADOS

El MRC se considera apto para el uso previsto. EL MRC elaborado resultó homogéneo y estable hasta el momento. Aún se continua con la evaluación de la estabilidad a largo plazo. La Tabla 1 y 2 muestran los valores de referencia asignados por INTI, con sus respectivas incertidumbres expandidas, calculadas multiplicando la incertidumbre estándar combinada por un factor de cobertura $k = 2$, que corresponde a un nivel aproximado de confianza del 95% bajo distribución normal.

Valores certificados	
Mensurando expresado como gramos de éster metílico del ácido graso listado cada 100 gramos de esteres metílicos totales (g/100g)	
	Valor e incertidumbre
Ácido hexadecanoico (ácido palmítico, C16:0)	14,55 ± 0,30
Ácido cis-9-hexadecenoico (ácido palmitoleico, C16:1, n-7) + isómeros posicionales y geométricos: ácido cis-7-hexadecenoico.	1,45 ± 0,03
Ácido heptadecanoico (ácido margárico, C17:0)	0,09 ± 0,01
Ácido cis-10- heptadecenoico (ácido margaroleico, C17:1, n-7)	0,21 ± 0,01
Ácido octadecanoico (ácido esteárico, C18:0)	1,95 ± 0,02
Ácido cis-9- octadecenoico (ácido oleico, C18:1, n-9) + isómeros posicionales y geométricos: Ácido trans-9- octadecenoico (elaídico), Ácido cis-11- octadecenoico (cis-vaccenico)	68,55 ± 0,44
Ácido cis, cis-9,12- octadecadienoico (ácido linoleico, C18:2, n-6) + isómeros posicionales y geométricos: Ácido trans, cis-9,12- octadecadienoico, Ácido cis, trans-9,12- octadecadienoico, Ácido trans, trans-9,12- octadecadienoico	11,68 ± 0,10
Ácido cis, cis, cis-9,12,15- octadecatrienoico (ácido linolénico, C18:3, n-3) + isómeros posicionales y geométricos: Ácido trans, cis, cis-9,12,15- octadecatrienoico, Ácido cis, trans, cis-9,12,15- octadecatrienoico, Ácido cis, cis, trans-9,12,15- octadecatrienoico,	0,64 ± 0,02

Ácido cis, trans, trans-9,12,15- octadecatrienoico, Ácido trans, cis, trans-9,12,15- octadecatrienoico, Ácido trans, trans, cis-9,12,15- octadecatrienoico, Ácido trans, trans, trans-9,12,15- octadecatrienoico	
Ácido eicosanoico (ácido araquídico, C20:0)	0,35 ± 0,02
Ácido cis-11- eicosanoico (ácido gondoico, C20:1, n-9)	0,31 ± 0,02
Ácido docosanoico (ácido behénico, C22:0)	0,10 ± 0,01
Ácido tetracosanoico (ácido lignocérico, C24:0)	0,05 ± 0,01

Tabla 1. Valores de acidos grasos asignados por INTI con sus incertidumbres expandidas (U exp).

Valor certificado	
Propiedad	Valor e incertidumbre
Acidez libre (expresado como g de ácido oleico/100g)	0,34 ± 0,02

Tabla 2. Valores de acidez asignados por INTI con sus incertidumbres expandidas (U exp).

CONCLUSIONES

Se realizó el primer lote del MRC según lo planificado, se obtuvieron valores certificados de los ácidos grasos y de acidez volumétrica los cuales cuentan con información de su trazabilidad metrológica y con sus respectivas incertidumbres. Dichos parámetros son importantes para evaluación de la calidad y genuinidad en los aceites de oliva. Este desarrollo aporta al fortalecimiento de la calidad de las mediciones en aceite de oliva.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ISO 12966-2:2017 Animal and vegetable fats and oils Gas chromatography of fatty acid methyl esters Part 2: Preparation of methyl esters of fatty acids.
- [2] ISO 12966-4:2015 Animal and vegetable fats and oils Gas chromatography of fatty acid methyl esters Part 4: Determination by capillary gas chromatography.
- [3] ISO 660:2020 Animal and vegetable fats and oils.
- [4] Evaluación de la homogeneidad y estabilidad de los ítems de ensayo – IT02 PS 02.
- [5] ISO/IEC 17025:2017 Evaluación de la conformidad – requisitos generales para evaluar la competencia técnica.
- [6] ISO/IEC 17034 Requisitos generales para evaluar a los proveedores de materiales de referencia.
- [7] ISO 35:2017 Reference Materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- [8] GUIA ISO 30:2015 Reference materials – Selected terms and definitions.