

INTI Lácteos – Laboratorio de Referencia Nacional – rumbo a la declaración de capacidad de medición y calibración (CMC) en metrología química

G. Rodriguez
INTI Lácteos
gabirod@inti.gob.ar

Introducción

La fracción másica de nitrógeno en alimentos lácteos, obtenida como resultado de una medición química, para la determinación del contenido de proteínas totales, constituye un indicador de relevancia en la calidad de la mayoría de los productos alimenticios y materias primas, y, en particular, de la leche en polvo. Las proteínas-enzimas catalizan las reacciones químicas, y, además, junto con las grasas e hidratos de carbono conforman el conjunto de macrocomponentes que caracterizan el valor energético de los alimentos, por lo que su definición es obligatoria para todos los productos alimenticios.

Objetivo

El objetivo de este proyecto, realizado en el marco del CCQM (Comité Consultivo de Cantidad de Materia) del BIPM (Bureau Internacional de Pesas y Medidas) fue la realización de una Comparación Clave - CCQM-K130 - entre Institutos Nacionales de Metrología, Calidad y Tecnología de diferentes países del mundo, para demostrar la validez de los procedimientos analíticos empleados en la determinación de la fracción másica de nitrógeno en glicina, como sustancia pura, en una primera etapa.

El Laboratorio de Ensayos Físicos y Químicos (LEFQ) del INTI LACTEOS Buenos Aires fue elegido e invitado a participar en estos estudios intercomparativos, que se concretaron con resultados conformes en el año 2016.

Descripción

Por decisión de la Sesión 1.8 del Technical Committee “Físico Química”, el UNIIM - Ural Scientific Research Institute for Metrology de Rusia organizó la siguiente intercomparación: CCQM-K130 - “Key comparisons in the field of measurements of mass fraction of nitrogen in glycine-amino acetic acid, as the representative of high purity substances”, es decir, “Comparaciones clave en el campo de las mediciones de la fracción másica de nitrógeno en glicina-ácido aminoacético, como representante de las sustancias de alta pureza”.

El Ural Scientific Research Institute for Metrology (UNIIM) actuó como laboratorio coordinador de esta comparación, en la que participaron ocho Institutos Nacionales de Metrología, Calidad y Tecnología: INACAL (Perú), SP (Suecia), INTI-1 (Bs As; Argentina); LATU (Uruguay), UNIIM (Rusia), UkrCSM (Ucrania), MSL (Nueva Zelanda), INMETRO (Brasil).

El material de estudio para esta comparación clave se eligió considerando la unidad más simple de la estructura proteica, es decir, un aminoácido: la glicina. Dicho compuesto no presenta isomería y algunas de sus propiedades físicas y químicas son: punto de fusión: 290 ° C, calor específico de evaporación: 528,6 J / kg, calor específico de fusión: 981,1 J / kg, pKa: 2,34, Masa molar: 75,07 g / mol, densidad: 1,607 g / cm³.



Figura 1: Material de referencia en estudio: Glicina, grado analítico, pureza 99,7 g/100g.

Al ser la fracción másica de nitrógeno y de proteínas, indicadores relevantes para los productos alimenticios y las materias primas alimentarias, se utilizan numerosos métodos analíticos para su cuantificación tales como el método titrimétrico de Kjeldahl, el método de Dumas, la espectroscopía infrarroja, la cromatografía, entre otros. Sin embargo, el método Kjeldahl sigue siendo el más preciso y

fiable, por lo cual, es considerado el método de referencia por varias organizaciones como la Federación Internacional de Lechería (FIL), la Organización Internacional de Normalización (ISO), la AOAC Internacional, entre otras. Cada participante eligió libremente la metodología analítica para la determinación de nitrógeno en glicina en la comparación clave CCQM-K130. El LEFQ utilizó el principio de análisis por Kjeldahl, a través de la Norma ISO 8968-1 IDF 20-1:2014. Dicho análisis se llevó a cabo considerando el cumplimiento de los siguientes requisitos de trazabilidad: uso de reactivos de concentración certificada con su incertidumbre y con trazabilidad a patrones primarios, por ejemplo ácido clorhídrico 0,1N $f=1$; el análisis de un material de referencia – Infant-Adult Nutritional Formula NIST 1849a – con sus valores de referencia de fracción másica certificados como control metrológico interno del método; análisis de recuperación con sustancias de pureza certificada como L-triptofano, sulfato de amonio y glicina para el control de la digestión, titulación y del proceso completo; análisis de blancos con sacarosa de pureza certificada; así como también la trazabilidad vinculada con la calibración de una balanza analítica Sartorius con certificado de calibración y verificación interna; y de una bureta Brand con su tolerancia y desviación standard certificadas, con certificado de verificación interna.

Cabe destacar que en la base de datos del BIPM no figuran CMCs para la medición de la fracción másica de nitrógeno en glicina.

Resultados

Los resultados de la CCQM-K130 fueron publicados en la KCDB (Key Comparison Database) en diciembre 2016.

Los valores de la fracción másica de nitrógeno en glicina con sus incertidumbres se observan en la Tabla 1.

Comparación Clave CCQM-K130	
NMI	INTI-1 BUENOS AIRES
Nitrogen mass fraction, %	18,606
Combined standard uncertainty, uc, %	0,05
Expanded uncertainty, U(k=2), %	0,10
d_i , % (Grado de equivalencia entre el resultado del INTI-1 y el valor de referencia de la KC)	0,05
U(di), % (Incertidumbre expandida de d_i (k=2))	0,12
Veredict	+

Tabla 1: Fracción másica de nitrógeno con sus incertidumbres

Las estimaciones de los candidatos a valor de referencia de la key comparison (KCRV) se obtuvieron por cálculo de la media aritmética, la media ponderada, y la mediana, por consenso de los resultados de los ocho Institutos Nacionales de Metrología, Calidad y Tecnología participantes (Tabla 2).

Comparación Clave CCQM-K130			
KCRV			
	Median	Mean	Weighted Mean
Nitrogen mass fraction, %	18,560	18,564	18,588
Combined standard uncertainty, uc, %	0,03	0,02	0,01
Expanded uncertainty, U(k=2), %	0,05	0,04	0,03

Tabla 2: Fracción másica de nitrógeno de los candidatos a KCRV con sus incertidumbres

Los resultados de las Tablas 1 y 2 se muestran gráficamente en el Gráfico 1.

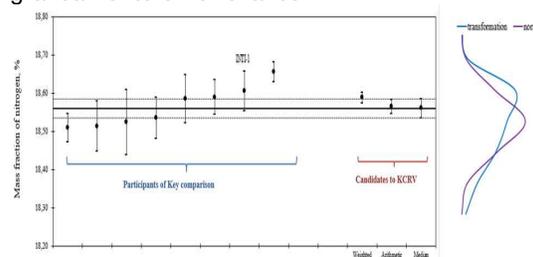


Gráfico 1: Resultados de la Fracción másica de nitrógeno con sus incertidumbres y KCRV

Conclusiones

El Laboratorio de Ensayos Físicos y Químicos (LEFQ) completó este estudio intercomparativo con excelente performance analítica.

Actualmente, el LEFQ ha sido convocado por el Instituto de Metrología –UNIIM- de Rusia, en el marco del CCQM del BIPM, para la participación en una nueva Key Comparison sobre la determinación de nitrógeno en leche en polvo.

De esta forma, INTI LACTEOS como Laboratorio de Referencia Nacional se orienta a la declaración de sus capacidades de medición y asume la responsabilidad de armonizar y disseminar trazabilidad de las mediciones analíticas, al máximo nivel metrológico internacional.

Bibliografía

Maria Krasheninina. Report of the CCQM-K130. Nitrogen mass fraction measurements in glycine. Ural Scientific Research Institute for Metrology, ROSSTANDART, RUSSIA. 2016.