

Estudio de estabilidad de parámetros en materiales de referencia de matriz leche fluida

Fabro, M.⁽¹⁾; Milanesio, H.⁽¹⁾; Ottino, P.⁽¹⁾; Scarafía, D.⁽¹⁾, Speranza, J.⁽¹⁾

⁽¹⁾INTI-Lácteos División Rafaela

Introducción

En el marco de gestión y gerenciamiento para garantizar la calidad en el cual ya está incluida una gran mayoría de empresas del sector lácteo y otra gran parte está ingresando, es necesario el control de la materia prima, de los procesos y la verificación de los productos. Para todas estas operaciones se hace uso de equipamiento de inspección, medición y ensayo cada vez más completo y difundido: contadores de células somáticas, de mesófilos, crióscopos, equipos infrarrojos para el análisis composicional de casi todos los productos lácteos.

Todos estos equipos, tal como lo recomienda la normativa sobre gestión de la calidad, deben ser confirmados metrológicamente (calibrado y controlado) a intervalos regulares contra equipos o patrones trazables a patrones nacionales o internacionales con incertidumbre determinada.

INTI-Lácteos División Rafaela percibió la necesidad del sector y desarrolló desde hace algo más de una década, un sistema (Sistema Centralizado de Calibración) que pone a disposición a intervalos adecuados, materiales de referencia para la calibración y control de los aparatos a las industrias y laboratorios lácteos.

El Sistema mantuvo un ritmo de crecimiento constante y en el año 2000 logró ampliar en forma notable la cobertura de sus servicios.

Estos materiales son los patrones que tiene el país en su clase. Desde el año 2001, INTI Lácteos, desde su división Rafaela consideró como una oportunidad única y una responsabilidad ineludible, el hecho de darle a las muestras patrones desarrolladas, el carácter de Material de Referencia con trazabilidad al SI (Sistema Internacional) a través de una serie de acciones como el aumento de las comparaciones internacionales, la implementación de un Sistema de Calidad acorde a la Norma ISO /IEC 17025 y a las guías Guía ISO

34 e ILAC 12, y la certificación por parte del Organismo Certificador del INTI.

Dentro de los requisitos de los Sistemas de Calidad mencionados para los laboratorios proveedores de materiales de referencia se encuentra el estudio de la estabilidad del material producido.

El objetivo del presente trabajo es realizar un estudio de estabilidad del material de referencia: macrocomponentes en matriz leche fluida entera, que permita evidenciar la estabilidad del material preparado para los usos previstos y definir la contribución de la estabilidad a la incertidumbre del valor asignado.

Metodología / Descripción Experimental

Para la definición del diseño experimental se tuvieron en cuenta algunos requisitos estadísticos descriptos en la guía ISO 35 y el documento: "Statistical Aspects of the Certification of Chemical Batch SRMs" del NIST.

Para la comprobación del cumplimiento de la condición de estabilidad en el tiempo de cada lote preparado, se tomaron a intervalos regulares hasta su fecha de vencimiento, para analizar, 3 envases del lote cada día elegido (n veces).

Se analizó por el método de referencia cada envase por simplificado obteniéndose para cada día tres datos. Con los valores de los n x 3 análisis, se realiza un análisis de varianza de un solo factor al final de la vida útil. Por ejemplo:

Por ejemplo para N = 80 envases de 1 misma muestra con una fecha de vencimiento de 30 días, se toman 10 x 3 = 30 envases, comenzando la selección de los primeros 3 envases el tercer o cuarto día desde el análisis inicial de asignación del valor, y continuando con esa frecuencia aproximada de modo de completar en los 30 días, 10 x 3 envases.

Resultados

Los valores obtenidos por ejemplo para materia grasa en leche fluida se encuentran en la Tabla I:

Tabla I: resultados de los análisis de materia gras

Día	Promedio de los 3 envases del día
1	3,78
3	3,79
7	3,76
10	3,75
14	3,77
17	3,76
21	3,75
25	3,77
28	3,76
30	3,77

Aplicado un Análisis de varianza de un solo factor, se obtuvo un $F_o = 1,92$ menor al F crítico = 2,39281661 (de tabla) para un nivel de confianza del 95%.

Se concluyó entonces que la variabilidad entre grupos (es decir distintos días) es menor a la variabilidad entre envases pero para un mismo día por lo que se considera conforme el resultado del test de estabilidad, ya que el $F_o < F$ crítico para 95% de confianza.

Para la estimación de la incertidumbre debida a la estabilidad o inestabilidad en el tiempo, se toma la desviación estándar de los promedios de los análisis realizados a intervalos regulares hasta su fecha de vencimiento. Para el caso de la materia grasa es de 0,01265.

Referencias

- [1] ISO Guía 35: "Certification of Referencia Materials. General and Statistical Principles", 1989
- [2] J.C. Miller y J.N. Miller, "Statistics for Analytical Chemistry", Ellis Horwood, Chichester, 1988
- [3] Statistical aspects of the certification of chemical batch SRMs NIST Special publication, July 1996.