

Interlaboratorio mediciones refractométricas 2001 – Implicancias comerciales de la comparabilidad de los resultados

Gutierrez, A.⁽ⁱ⁾; Puglisi, C.⁽ⁱⁱ⁾; Cappa, M.⁽ⁱ⁾; Castro, L.⁽ⁱⁱ⁾, Flores S.⁽ⁱⁱ⁾

⁽ⁱ⁾ Centro de Investigación en Tecnología de Industrialización de Alimentos (CEIAL)

⁽ⁱⁱ⁾ Departamento de Patrones Nacionales de Medida (DPNM)

OBJETIVO

Para garantizar la calidad de las mediciones es necesario prestar especial atención a los equipos de medición. Para ello conviene realizar verificaciones periódicas de su funcionamiento, como lo aconsejan las buenas prácticas de laboratorio, la Norma ISO 17025 o sus equivalentes.

El uso correcto, el mantenimiento periódico, la limpieza y la calibración no necesariamente aseguran que el funcionamiento sea adecuado, por lo cual es conveniente realizar frecuentes verificaciones del comportamiento. Una manera sencilla de realizarlo es midiendo una muestra conocida y comprobando que se obtiene el resultado esperado.

El objetivo fundamental de este estudio fue el de ofrecer a los laboratorios interesados la posibilidad de controlar los resultados de sus mediciones refractométricas, sus procedimientos de medición y el funcionamiento de sus equipos.

INTRODUCCIÓN

El índice de refracción es una propiedad que se mide muy frecuentemente con distintos propósitos en distintas ramas de la industria química. Depende, entre otras variables, de la longitud de onda del haz luminoso, de la temperatura, de la composición y concentración del medio donde se produce la propagación del haz.

La dependencia con la composición y con la concentración permite utilizar esta medición para determinar concentraciones en forma cuantitativa. Los equipos que se ofrecen comercialmente, *si bien en principio miden índice de refracción*, pueden tener escalas graduadas en otras magnitudes que están relacionadas con el índice de refracción.

En el área de alimentos es de especial interés la equivalencia entre índice de refracción y grados Brix ($^{\circ}$ Brix), que indican el contenido de sacarosa y que por extensión se aplica también a otros azúcares.

MUESTRAS

Para la realización del interlaboratorio se enviaron dos muestras, un jarabe de sorbitol comercial, que por su elevada concentración no requiere estabilización química adicional y una muestra preparada por dilución del anterior con estabilizantes químicos.

TRATAMIENTO DE LOS RESULTADOS

El valor nominal de las muestras no se conoce. Para la muestra concentrada M2, el tratamiento estadístico mostró una buena concordancia entre los laboratorios participantes, por lo cual se consideró aceptable utilizar el dato del valor medio interlaboratorio para estimar la concentración de esta muestra.

A partir de este valor se estimó el valor de $^{\circ}$ Brix de la solución diluida por cálculo a partir de la dilución realizada sobre el concentrado, utilizando la metodología propuesta en ^[1]. El valor calculado es 20,4 $^{\circ}$ Brix.

Por este motivo se descartaron como datos discordantes, previo al análisis estadístico, los datos de $^{\circ}$ Brix que diferían en más de una unidad de este valor.

Para el índice de refracción se procedió de la siguiente manera: se convirtieron los índices de refracción informados a $^{\circ}$ Brix, utilizando valores de tablas^[2] y se descartaron aquellos que diferían en más de una unidad en $^{\circ}$ Brix del valor promedio.

RESULTADOS

Luego de seleccionar los datos aceptables según los criterios descriptos anteriormente, se calculó a partir ellos el valor medio y la desviación estándar interlaboratorio. El resumen de estos resultados se encuentra en la siguiente tabla:

Muestra	Valor medio Interlaboratorio		Desviación estándar S_L	
	Índice de refracción	°Brix	Índice de refracción	°Brix
1	1,3652	0,8	0,0001	0,1
2	1,4598	7,7	0,0004	0,2

La evaluación del desempeño de los laboratorios participantes se realizó de acuerdo con los procedimientos aceptados internacionalmente [3] - [4].

A fin de evaluar el efecto que produce la incertidumbre de medición del índice de refracción en el valor de °Brix correspondiente, se realizaron gráficos de °Brix en función del índice de refracción, tomando valores encontrados en la literatura [2].

En la bibliografía [2] puede verse cómo afecta una determinada variación de °Brix en el índice de refracción. Como ejemplo se muestran algunos resultados en la siguiente tabla:

Variación en °Brix	Variación en índice de refracción *
Entre 20,7 y 20,8	0,0002
Entre 20 y 21	0,0016
Entre 67,6 y 67,7	0,0002
Entre 67 y 68	0,0024

* NOTA: Según la fuente consultada estos valores pueden tener algunas variaciones poco significativas.

Se incluye también en las referencias bibliografía de interés relacionada con el tema [5] - [14].

CONCLUSIONES

De lo anterior se deduce que:

- Para poder asegurar una incertidumbre en la décima de °Brix, deberá medirse el índice de refracción con una incertidumbre que afecte la cuarta cifra decimal. Del mismo modo, si se asegura la tercer cifra decimal en el índice de refracción, se obtendrán valores de °Brix al grado.
- Esta consideración es válida para todo el intervalo de valores de ° Brix medidos en este ejercicio
- El número de cifras significativas con las que se requiera expresar los °Brix, debe

ser estimado a partir de criterios comerciales, en función del producto que se está evaluando.

- Como ejemplo: Si se comercializa un jarabe que va a ser utilizado como edulcorante, con un valor de 67 ± 1 °Brix, esto implica una variación de ± 1 g de azúcar por cada 100 g de dicho jarabe. Las partes deberán evaluar cuánto influye económicamente esta fluctuación en el contenido de azúcar, considerando el total comercializado. Si este valor es económicamente significativo, deberá requerirse menor incertidumbre en la medición del valor de °Brix del jarabe.

REFERENCIAS

- [1] Norma IRAM 15724: 1981. "Conservas de vegetales. Método de determinación de sólidos solubles totales por refractometría".
- [2] Handbook of Chemistry and Physics, HODGMAN, Weast, Selby, 40 th Ed. 1958 – 1959
- [3] ISO - CASCO 322 . Proficiency testing by interlaboratory comparisons. Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes. Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies.
- [4] Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for standard test method by inter - laboratory tests. International standard ISO 5725.
- [5] Refractometers for the measurement of the sugar content of fruit juices.
- [6] International Recommendation. Organization International de Métrologie Légale OIML R 108 (1993).
- [7] Refractometers for the measurement of the sugar content of grape must. International Recommendation. Organisation Internationale de Métrologie Légale. OIML R 124 (1997).
- [8] Recommended Reference Materials for Realization of Physico-chemical Properties. International Union of Pure and Applied Chemistry (1974).
- [9] ASTM E 691 - 79. Standard practice for conducting an interlaboratory test program to determine the precision of test methods.
- [10] Protocol for the design, conduct and interpretation of method - performance studies. Pure & Appl. Chem. , Vol. 67, 2, 331 - 343 (1995).
- [11] The international harmonized protocol for the proficiency testing of (chemical) analytical laboratories. Pure & Appl. Chem., Vol. 65, 9, 2123 - 2144 (1993).
- [12] Análisis instrumental, D. A. Skoog y D. M. West, Ed. Mc. Graw-Hill, 2° edic., 1989.
- [13] Manual del azúcar de caña, James C. P. Chen, Noriega Ediciones, 1° edic., 1991.
- [14] Physical and chemical methods of sugar analysis, C. A. Browne, F. W. Zerban, Ed. John Wiley & Sons, Inc.

Para mayor información conectarse con:

Alicia Gutierrez aligucea@inti.gov.ar y Celia Puglisi cpuglisi@inti.gov.ar

[Volver a página principal](#) ◀