



## ■ Química

# Prueba interlaboratorio de aptitud: control de calidad del dato analítico en el laboratorio de Físicoquímica de la Sección Química de la EEAOC

Romina Torres\*; Edgardo Figueroa\*\*; Orlando Gutiérrez\*\*\*; Silvia Zossi\*\*\*\*; Marcelo Ruiz\*\*\*\*\*.

\*Lic. en Qca., \*\*Pto. Sac., \*\*\*Tco. Az., \*\*\*\*Dra. en Alimentos., \*\*\*\*\*Ing. Qco. Sección Química - EEAOC

## ■ Introducción

Un factor fundamental para la eficiente aplicación del análisis químico es el conocimiento y la capacidad científico-técnica del personal del laboratorio de ensayo, que es el que define y diseña el proceso analítico a resolver y ajusta los elementos principales o los más característicos.

Los resultados producidos cumplen así con los objetivos de la

información requerida respecto a las especificaciones de calidad de productos y sistemas.

Hoy en día, una de las herramientas más eficaces para detectar y corregir fuentes de error debidas a una técnica particular de análisis, o a una deficiencia en el control de calidad analítico, la constituye la participación en pruebas de aptitud entre laboratorios.

En estos programas, organizaciones externas a los laboratorios

(organismos de arbitraje) son los encargados de distribuir las muestras para su análisis. Las pruebas de aptitud son programas de participación voluntaria, usados como parte de un sistema de certificación de los laboratorios, para evaluar su competencia técnica, o para elevar la calidad total del desempeño del laboratorio, además de proporcionar un medio para comparar el trabajo entre laboratorios.

A fin de satisfacer las exigencias de calidad que requieren sus clientes,

el Laboratorio de Físicoquímica de la Sección Química de la Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombes (EEAOC) participa en pruebas de aptitud, combinado con otros controles internos de calidad del proceso, que permiten incrementar la confiabilidad analítica de sus determinaciones.

Otro ítem cuyas características de calidad están sujetas a variabilidad tanto aleatoria como sistemática son los equipos a utilizar. Con esta mención se pretende resaltar el papel importante que cumple la metrología en el trabajo diario del laboratorio. Mediante el uso de patrones trazables se realiza la verificación y/o calibración de los equipos, cumpliendo los requisitos que exige la Guía ISO/IEC 17025.

Con lo mencionado anteriormente no se debe interpretar que se quiere reducir a la metrología todos los requisitos para alcanzar los objetivos de calidad propuestos, ni la eliminación de todas las barreras técnicas, ni la mejora en la gestión, sino simplemente expresar que la metrología es un aspecto más que junto a otros técnicos merece ser mencionado.

## Objetivo

Este trabajo tiene como objetivo mostrar la participación satisfactoria del Laboratorio de Físicoquímica de la Sección Química de la EEAOC en pruebas de aptitud de azúcar y subproductos (melaza), organizadas por LGC proveniente del Reino Unido desde el año 2005.

## ¿Qué es LGC?

LGC significa "Laboratory of the Government Chemist - U.K" (Laboratorio Químico del Gobierno - Reino Unido) y desde el año 2010 es propiedad de la empresa "Bridgepoint". Es un Instituto de mediciones químicas y bio-analíticas del Reino Unido que ofrece expertos en cada materia y patrones certificados.

Ha obtenido la acreditación de la Guía ISO 34 que proporciona materiales de referencia certificados de alta calidad, la acreditación de la Guía ISO 43 en los ensayos de aptitud, y la certificación ISO/IEC 17025 para laboratorios de ensayo y calibración.

Es un proveedor clave para las industrias alimenticias que participan de este tipo de pruebas, ya que tiene como clientes a las principales empresas productoras de diversos alimentos en todo el mundo.

Participan en los ensayos más de 2000 laboratorios, permitiendo a los participantes comparar su rendimiento en una escala verdaderamente global.

## Pruebas de interlaboratorio

El modo de trabajar en estas pruebas es el siguiente:

El ente coordinador prepara las muestras de azúcar de remolacha y/o caña de manera homogénea y distribuye porciones similares para su análisis a los laboratorios participantes. La muestra está acompañada por la indicación de un método oficial dado por "International Commission Uniform Methods of Sugar Analysis" (ICUMSA) para cada determinación.

El laboratorio debe examinar las muestras dentro de un tiempo determinado y enviar los resultados a la organización patrocinadora.

El coordinador del ensayo efectúa la evaluación estadística de los resultados y para asegurar la confidencialidad del sistema, el ente le asigna a cada participante un código.

## Desarrollo operativo

Desde el año 2005 el laboratorio participa principalmente en diferentes metodologías analíticas oficiales, analizando muestras de azúcar refinado, todas ellas realizadas según el método ICUMSA

correspondiente. Posteriormente, en los años 2009 y 2012 se incorporan nuevos parámetros de análisis: color, empleando solo agua para la dilución de la muestra, y dos buffers diferentes (TEA y MOPS) para ajustar su pH a 7,00, turbidez y cenizas conductimétricas.

A partir del año 2009 el laboratorio incorpora en su evaluación los ensayos de sólidos insolubles, sulfito y azúcares reductores.

En el año 2012 se inicia la participación en el análisis físicoquímico en muestras de melaza, analizando cuatro parámetros: sacarosa, azúcares reductores (A. R.), pH y brix refractométrico.

## Análisis estadístico:

Los resultados, que son evaluados por el ente coordinador, analizan el desempeño de los laboratorios participantes calculando el parámetro z, el cual compara la diferencia entre el resultado de cada uno de los participantes y el valor asignado.

$$z = (x - X) / SDPA$$

**X** = valor asignado.  
**x** = valor del laboratorio participante.  
**SDPA** = desviación estándar obtenida en la evaluación de competencia.

Según la definición de z, los resultados obtenidos se clasifican de la siguiente manera:

**| z | ≤ 2** satisfactorio  
**2 < | z | < 3** cuestionable  
**| z | ≥ 3** no satisfactorio

## Resultados:

El Laboratorio de Físicoquímica de la Sección Química de la EEAOC obtuvo resultados altamente satisfactorios en sus participaciones en pruebas de aptitud en las distintas matrices a lo largo de estos años.

• **Muestras de azúcar refinado:**

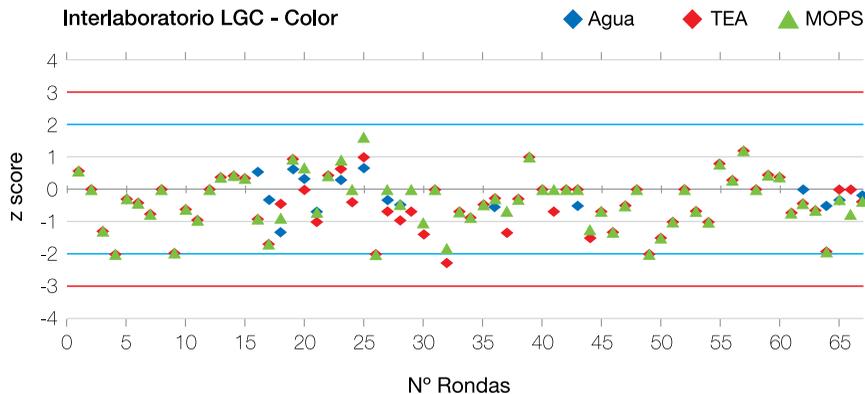
En las figuras que se muestran a continuación puede observarse el trabajo del laboratorio desde el año 2005 en muestras de azúcar refinado.

La Figura 1 muestra los resultados obtenidos para las tres determinaciones de color ICUMSA, con agua, con TEA y MOPS, los cuales muestran valores altamente satisfactorios del parámetro z score. LGC e ICUMSA consideran que para muestras de azúcar refinado que presenten valores de color  $\leq 50$  UI estas tres metodologías no difieren estadísticamente entre sí.

El Laboratorio de Físicoquímica, para corroborar esta afirmación, realizó el análisis de color por las tres metodologías mencionadas en once muestras de azúcar de caña refinado, y mediante el análisis de la varianza (ANAVA) con el programa Infostat comparó las respuestas obtenidas bajo cada tratamiento.

En la Tabla 1 se detallan los resultados obtenidos.

Los resultados obtenidos mediante el análisis de la varianza confirmaron que no existen diferencias estadísticamente significativas entre las tres metodologías, por lo que puede emplearse cualquiera de ellas para determinar color en azúcar blanco refinado, siempre y cuando



**Figura 1.** Valores de z score obtenidos en las metodologías de color ICUMSA con agua, TEA y MOPS desde 2005 a 2015.

éste sea menor o igual a 50 UI.

En las Figuras 2 y 3 se observa el desempeño satisfactorio del laboratorio en las rondas de interlaboratorio para las diferentes metodologías evaluadas.

**Muestras de Melaza:**

En la Tabla 3 se indican los resultados de z score obtenidos en las rondas correspondientes a los años 2012, 2013, 2014 y 2015 respectivamente, para las muestras de melaza, donde se analizaron el contenido de sacarosa por el método de Clerget, azúcares reductores, pH y brix refractométrico de acuerdo a las metodologías dadas por ICUMSA.

En la Figura 4, que se muestra a

**Tabla 1.** Valores de color expresado en UI para 11 muestras de azúcar refinado analizadas por las tres metodologías dadas por ICUMSA.

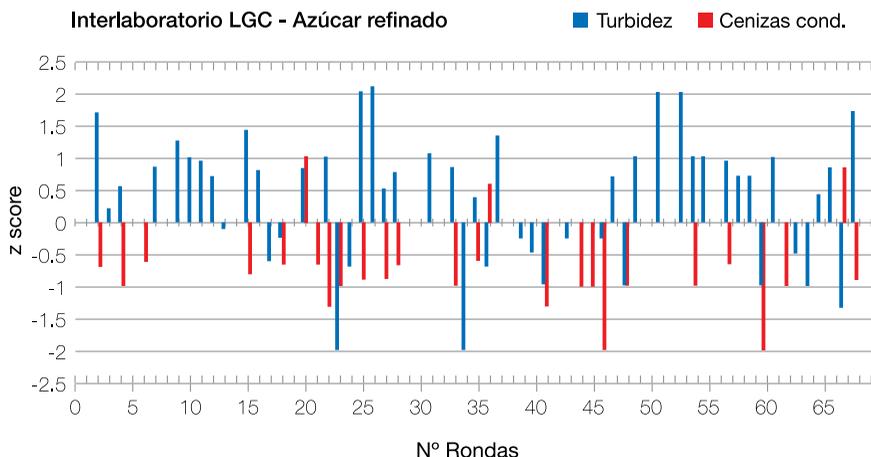
Muestra	ICUMSA GS2/3-10 (AGUA)	ICUMSA GS2/3-9 (TEA)	ICUMSA GS9/1/2/3-8 (MOPS)
1	48	48	49
2	50	50	54
3	30	30	32
4	3	3	3
5	35	35	35
6	20	20	22
7	22	22	23
8	10	10	11
9	23	23	25
10	24	24	25
11	12	12	13

continuación, puede observarse el desempeño altamente satisfactorio del laboratorio en las pruebas de aptitud en todos los parámetros analizados.

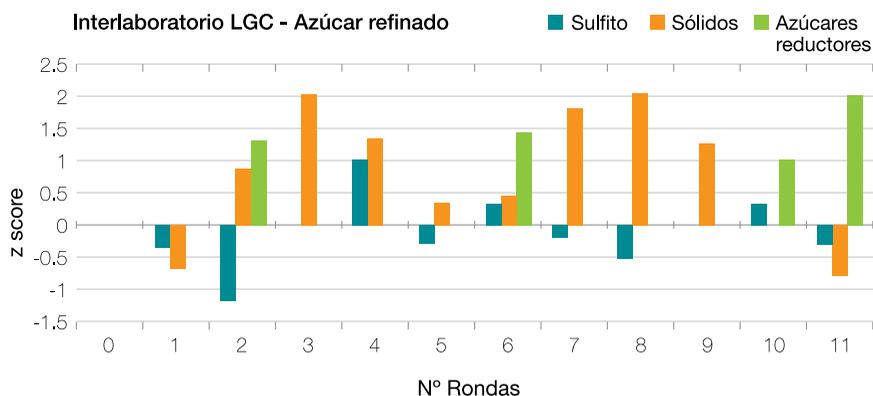
Como puede observarse tanto en la Tabla 2 como en la Figura 4, los valores de Z score siempre estuvieron comprendidos entre  $\pm 1$ , significando resultados altamente satisfactorios para todos los parámetros analizados en cada una de las rondas en que se participó.

**Consideraciones finales**

Los resultados obtenidos en todas las rondas de ensayos de aptitud, altamente satisfactorios tanto en muestras



**Figura 2.** Valores de z score obtenidos en la determinación de turbidez y cenizas conductimétricas en muestras de azúcar refinado.



**Figura 3.** Valores de z score obtenidos en las determinaciones de sulfito, sólidos insolubles y azucars reductores.

**Tabla 2.** Valores de z score obtenidos en las cuatro determinaciones fisicoquímicas evaluadas en muestras de melaza durante cuatro años.

Nº Rondas	% sacarosa	A.R.	pH	Brix refract
117	-0.54	0.20	0.30	0.42
135	-0.48	0.00	-0.80	0.06
147	0.77	-0.29	-0.18	0.13
159	-0.95	0.43	-0.20	0.19

de América Latina e importantes empresas multinacionales de bebidas analcohólicas.

La participación en estas pruebas de aptitud, además, ayudó a identificar problemas y tomar acciones correctivas tales como mejorar la verificación de equipos, capacitar al personal, modificar

los procedimientos del laboratorio y optimizar globalmente su desempeño.

Cabe mencionar que estos ensayos no son tomados como pruebas absolutas de rendimiento, sino como una forma de evaluarse a sí mismos y corroborar si realmente los resultados

de azúcar blanco refinado como de melaza, permitieron que el Laboratorio de Fisicoquímica de la Sección Química de la EEAOC sea considerado laboratorio de referencia en análisis de azúcares y subproductos, no solo para las industrias del medio sino también para ingenios azucareros de países

emitidos son válidos, entendiendo que esos valores a veces no pueden ser detectados únicamente por una evaluación interna.

También, a partir del año 2005, el Laboratorio de Fisicoquímica organiza pruebas de aptitud interlaboratorios en el que participan laboratorios provenientes de los ingenios de la provincia de Tucumán, Salta y Jujuy para determinaciones de azúcares blancos y crudos. Esto se traduce en beneficio para los participantes, ya que pueden evaluar y corregir su confiabilidad analítica y por lo tanto las especificaciones de calidad de sus productos.

Es importante destacar que a partir del año 2014 este laboratorio comenzó a participar en pruebas de aptitud LGC en los ensayos correspondientes a muestras de azúcar crudo con resultados altamente satisfactorios.



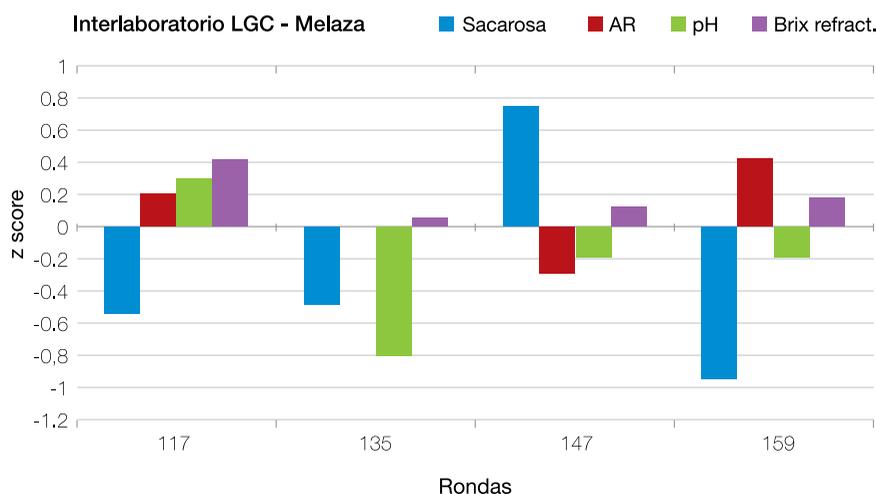
#### Bibliografía citada

**ICUMSA. 2011.** (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis) Methods Book 2011. Editorial Bartens, Berlin, Germany.

**ISO/IEC 17025. 2005.** Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración. [En línea] Disponible en <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso-iec:17025:ed-2:v1:es>

**ISO/IEC Guide 43. 1997.** Proficiency testing by interlaboratory comparisons. [En línea] Disponible en [http://www.iso.org/iso/iso\\_catalogue/catalogue\\_ics/catalogue\\_detail\\_ics.htm?csnumber=27216](http://www.iso.org/iso/iso_catalogue/catalogue_ics/catalogue_detail_ics.htm?csnumber=27216)

**ISO Guide 34. 2000.** General requirements for the competence of reference material producers. [En línea] Disponible en [http://www.iso.org/iso/catalogue\\_detail.htm?csnumber=50174](http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber=50174)



**Figura 4.** Valores de z score obtenidos en las determinaciones evaluadas en muestras de melaza.