



INNOTEC

ISSN: 1688-3691

innotec@latu.org.uy

Laboratorio Tecnológico del Uruguay

Uruguay

Salazar Arzate, Claudia Marcela; Regalado, Laura; Pazos, Alberto; Vivino, Enrique; García, Vania; Pantoja, María Rosa; Rocha, Eliana; Vacaflor, Patricia; Casiano, Rodrigo; Cucatti, Mónica Regina; Miyagushu, Luciana; Sousa, Renata; Uekane, Thais; Gonçalves de Melo, Monique; Acevedo, Xiomara; Jimenez, Elizabeth; Jimenez, Linda Patricia; Rivera, Myriam Jessel; Torres, Pedro Hernán; Larrea, Elena; Navas, Lucía; Silva, Susana; Phillips, Andrene; Random, Dwight; Acco, Steve; Ramos, Ana; Uribe, Christian; Ticona, Galia; Toro, Cristina; Francini, Lorena; Reinares, Rosana

Certificación de un material de referencia de carne en base a un estudio de colaboración

INNOTEC, núm. 7, enero-diciembre, 2012, pp. 5-15

Laboratorio Tecnológico del Uruguay

Montevideo, Uruguay

Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=606166712001>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica

Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal
Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

Certificación de un material de referencia de carne en base a un estudio de colaboración

Certification of a meat reference material based on a collaborative study

Salazar Arzate, Claudia Marcela ⁽⁷⁾, **Regalado, Laura** ⁽⁷⁾, **Pazos, Alberto** ⁽¹⁾, **Vivino, Enrique** ⁽¹⁾, **García, Vania** ⁽²⁾, **Pantoja, María Rosa** ⁽²⁾, **Rocha, Eliana** ⁽²⁾, **Vacaflor, Patricia** ⁽²⁾, **Casiano, Rodrigo** ⁽³⁾, **Cucatti, Mónica Regina** ⁽³⁾, **Miyagushu, Luciana** ⁽³⁾, **Sousa, Renata** ⁽³⁾, **Uekane, Thais** ⁽³⁾, **Gonçalves de Melo, Monique** ⁽³⁾, **Acevedo, Xiomara** ⁽⁴⁾, **Jimenez, Elizabeth** ⁽⁴⁾, **Jimenez, Linda Patricia** ⁽⁴⁾, **Rivera, Myriam Jessel** ⁽⁴⁾, **Torres, Pedro Hernán** ⁽⁴⁾, **Larrea, Elena** ⁽⁵⁾, **Navas, Lucía** ⁽⁵⁾, **Silva, Susana** ⁽⁵⁾, **Phillips, Andrene** ⁽⁶⁾, **Random, Dwight** ⁽⁶⁾, **Acco, Steve** ⁽⁸⁾, **Ramos, Ana** ⁽⁸⁾, **Uribe, Christian** ⁽⁸⁾, **Ticona, Galia** ⁽⁸⁾, **Toro, Cristina** ⁽⁸⁾, **Francini, Lorena** ⁽⁹⁾, **Reinares, Rosana** ⁽⁹⁾

⁽¹⁾ Instituto Nacional de Tecnología Industrial, INTI, Argentina - ⁽²⁾ Instituto Boliviano de Metrología, IBMETRO, Bolivia

⁽³⁾ Instituto Nacional de Metrología, Normalización y Calidad Industrial, INMETRO, Brasil - ⁽⁴⁾ Superintendencia de Industria y Comercio, SIC, Colombia - ⁽⁵⁾ Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, Ecuador - ⁽⁶⁾ Bureau of Standards Jamaica, BSJ, Jamaica - ⁽⁷⁾ Centro Nacional de Metrología, CENAM, México - ⁽⁸⁾ Instituto Nacional de Defensa de la Competencia y de la Protección de la Propiedad Intelectual, Servicio Nacional de Metrología, INDECOPI, Perú

⁽⁹⁾ Laboratorio Tecnológico del Uruguay, LATU, Uruguay.

Contacto: csalazar@cenam.mx

Recibido: 25/1/2011 - Aprobado: 28/9/2012

Resumen

Mediante un proyecto de colaboración, se llevaron a cabo estudios de comparación para mejorar la capacidad de medición de los laboratorios participantes, apoyándolos en la producción, caracterización y distribución de materiales de referencia del sector agroalimentario. El proyecto fue planteado en cuatro etapas anuales (leche, agua, carne y granos). La tercera etapa en específico tuvo el objetivo de cuantificar y certificar el contenido de los parámetros nutrimentales (nitrógeno, grasa, sodio y potasio) de un lote candidato a Material de Referencia Certificado (MRC) de carne bovina enlatada. Dicho estudio fue realizado en colaboración entre varios Institutos Nacionales de Metrología (INM) y/o laboratorios colaboradores, los cuales, una vez que identificaron las posibles causas de variabilidad o de sesgo en las mediciones, así como las oportunidades de mejora, lograron la certificación del material de carne bovina. El MRC fue distribuido entre los participantes para cubrir las necesidades de la industria alimentaria de productos cárnicos y laboratorios de prueba de sus respectivos países.

Palabras clave: Material de referencia, Material de Referencia Certificado, trazabilidad, incertidumbre.

Abstract

Through a collaborative project, comparison studies were carried out to improve measurement capabilities of participating laboratories, supporting them to produce, characterize and distribute reference materials in the food sector. The project was planned in four annual stages (milk, water, meat and grains). The third stage aimed specifically to quantify and certify the nutritional content of the parameters (nitrogen, fat, sodium and potassium) of a batch candidate as Certified Reference Material (CRM) of canned beef. This study was conducted in collaboration between several National Metrology Institutes (NMIs) and/or collaborating laboratories, which, once identified the possible causes of variability or bias in the measurements, as well as the opportunities of improvement, achieved the certification of the material beef. The CRM was distributed among the participants to cover the needs of the food industry of meat products and testing laboratories in their respective countries.

Keywords: Reference material, Certified Reference Material, traceability, uncertainty.

Introducción

Dentro de la industria alimenticia, los parámetros de análisis más comunes en la evaluación de la calidad de los productos son conocidos como proximales y constituyen parámetros de medición rutinaria. Sin embargo, la disponibilidad de Materiales de Referencia Certificados (MRC) afines a estos es aún limitada en el mercado. Atender la necesidad de contar con Materiales de Referencia (MR) que contribuyan a mantener e incluso mejorar la calidad de medición de los laboratorios analíticos es uno de los mayores objetivos de los

Institutos Nacionales de Metrología (INM), los cuales son, además, responsables de establecer la trazabilidad de las mediciones analíticas y su comparabilidad.

Con este antecedente y la finalidad de mejorar la disponibilidad y el desarrollo de MR, así como de fomentar la colaboración entre laboratorios de diferentes regiones, se generó mediante el apoyo de la Organización de Estados Americanos (OEA) un proyecto para producir, certificar y compartir MRC requeridos para asegurar la calidad de alimentos de interés común, en este caso, carne. El proyecto se realizó bajo el esquema de comparación y contó con la

participación y experiencia de instituciones dedicadas a la certificación de materiales.

Para esta tarea, un lote de 1.000 unidades de un candidato a MR de carne tipo paté contenida en latas de aluminio de aproximadamente 90 g fue producido y distribuido por el Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI) de Argentina al resto de los participantes, quienes recibieron sub lotes de 100 unidades cada uno.

El laboratorio coordinador del proyecto estuvo a cargo de evaluar la homogeneidad del contenido de los parámetros a certificar –acordados previamente–, nitrógeno, grasa, potasio y sodio, por tratarse de mediciones de control en los laboratorios de prueba.

Previo al proceso de certificación y con el objetivo de demostrar competencia técnica y obtener a su vez la mayor consistencia en los resultados –sobre todo para los parámetros dependientes del proceso operacional de medición, tales como nitrógeno y grasa– fue necesaria la revisión y “armonización” tanto de métodos como de prácticas de laboratorio llevadas a cabo por cada participante.

Conviene recordar que para los parámetros dependientes del procedimiento operacional una práctica comúnmente aceptada para la certificación de estos analitos son los estudios colaborativos, en los cuales, por medio de una evaluación de la consistencia de los resultados y la aplicación de conceptos estadísticos, es posible determinar los valores representativos de las propiedades del material en cuestión. Por otro lado, para los parámetros independientes del método se aplican directamente los conceptos de trazabilidad hacia los resultados de medición con mayor jerarquía metrológica, cuya incertidumbre sea la más pequeña que se pueda lograr.

Originalmente, se estableció que las incertidumbres máximas esperadas al final de las mediciones de proteína y grasa serían de 5 y 7 %, respectivamente; sin embargo, debido a que en los estudios de comparación realizados durante la etapa de leche los valores de incertidumbre fueron mayores, se estableció que para este ejercicio serían de 7 y 8 %.

En este trabajo se describen las consideraciones hechas por los laboratorios para llegar a definir los valores de certificación obtenidos y expresados para el MR de carne, con base en el estudio de comparación realizado entre los participantes del proyecto.

Materiales y Métodos

En cuanto a los métodos de medición, existen distintas prácticas para la evaluación de la calidad de los productos cárnicos entre los países participantes de este estudio. En la mayoría de los casos, son dictadas por la legislación de cada país, de modo que varían de región a región. Dichas diferencias pueden ser consultadas en las Tablas 11 a 14 del artículo.

En ese sentido, el proyecto para la caracterización del candidato a MR de carne se planteó en las siguientes fases:

1. Medición de muestras de carne y muestras de un MR con métodos habituales.
2. Armonización de métodos y prácticas de laboratorio.
3. Realización de nuevas mediciones de muestras de carne y control utilizando métodos armonizados.
4. Certificación del candidato a MR.

Durante la fase de “armonización”, los participantes se abocaron a la tarea de identificar las variables importantes que se debían controlar durante los procedimientos de cuantificación de cada uno de los parámetros en análisis. Asimismo, acordaron establecer, en la medida

de lo posible, las condiciones de trabajo y realizar cada vez nuevas mediciones con el objetivo de poder certificar el lote de carne bajo el esquema de colaboración original. Para este fin se empleó un MRC proporcionado por el Centro Nacional de Metrología (CENAM), que consistió en una mezcla de pollo con vegetales y que se usó de modo paralelo como control de medición.

Se realizó nuevamente el estudio de homogeneidad de los contenidos de nitrógeno, grasa, sodio y potasio con las mediciones reportadas con los métodos armonizados mediante análisis de varianza (ANOVA). El número de muestras consideradas fue diferente para cada parámetro.

Para las mediciones de sodio y potasio se emplearon los métodos basados en espectrometría de absorción atómica (EAAF), emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-AES) o espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS), y también cromatografía de líquidos de alto desempeño (HPLC).

Para algunos de los parámetros fue necesario que ciertos laboratorios realizaran varias veces las mediciones, ya que las reportadas originalmente presentaban sesgo y/o dispersión y, por lo tanto, no se consideraban adecuadas para incluirlas en el proceso de certificación de los parámetros.

A continuación se muestran los resultados que se obtuvieron para cada parámetro. Para cada uno de los analitos, la asignación del valor certificado y la estimación de su incertidumbre asociada se realizó de forma individual.

Resultados

Nitrógeno

La homogeneidad del lote fue evaluada mediante análisis de varianza (ANOVA). Se consideraron un total de 68 muestras, cada una con tres réplicas. Las muestras fueron seleccionadas de forma aleatoria por los laboratorios participantes. El estudio indicó que el contenido de nitrógeno en el candidato a material de referencia de carne era homogéneo, por lo que se continuó con la certificación en conjunto.

En la Figura 1 se presentan los valores medidos para cada réplica, del lado derecho, el valor promedio y las barras de incertidumbre reportados por cada participante. La línea sólida representa el valor promedio del total de los resultados reportados y las líneas punteadas, dos veces la desviación estándar.

Grasa

Los resultados de grasa están contenidos en la Figura 2. Como se observa, los laboratorios 2 y 4 presentaban valores sesgados que contribuían a una desviación estándar grande, que podía ser disminuida considerablemente si estos eran corregidos o eliminados. Igualmente, los resultados de los laboratorios 7 y 8 afectaron la evaluación de la calidad de las muestras.

La eliminación de los resultados sesgados con respecto al valor medio global afectaba directamente al valor medio del total de valores (Tabla 1), pero sobre todo a la desviación estándar relativa, la cual cambiaba de 2,4 % a 0,6 % (Tabla 5).

Por consiguiente, se recomendó a los laboratorios mencionados repetir sus mediciones y a los identificados con los números 6, 7 y 8 revisar sus resultados a fin de encontrar mejoras que pudieran reducir la desviación estándar.

Los resultados obtenidos finalmente son los presentados en la Figura 3.

	Todos las muestras	Excluyendo a los laboratorios 2 y 4
Media del grupo	20,01 g/100 g	20,25 g/100 g
Desviación estándar de la media	0,49 g/100 g	0,13 g/100 g
DER	2,45 %	0,64 %

Tabla 1. Comparación de valores reportados para grasa.

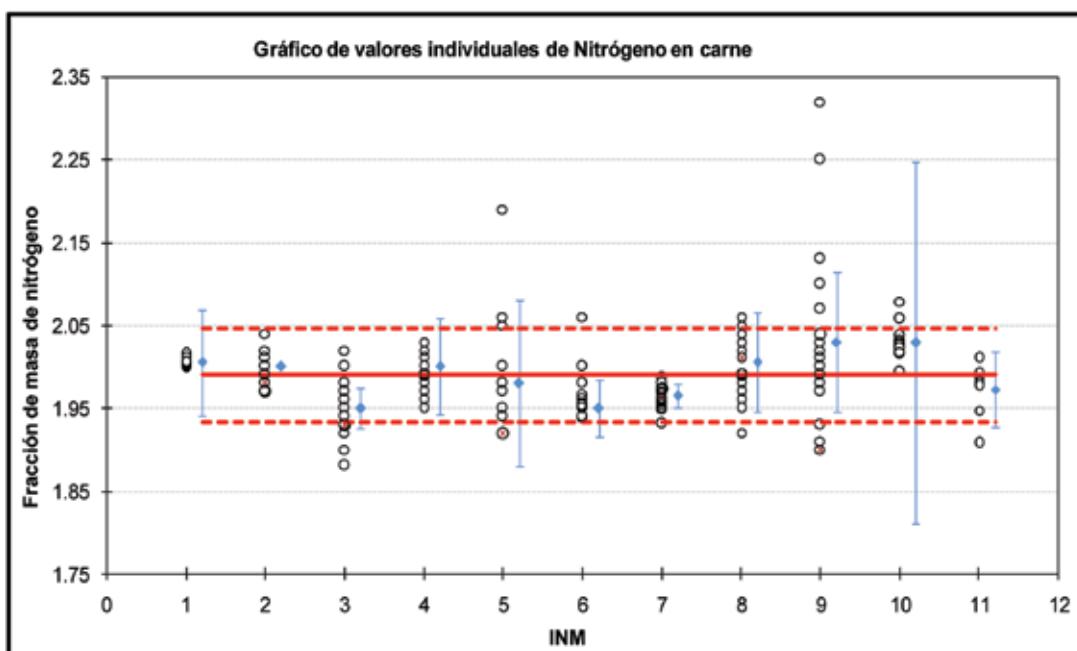


Figura 1. Resultados de la medición de nitrógeno en carne.

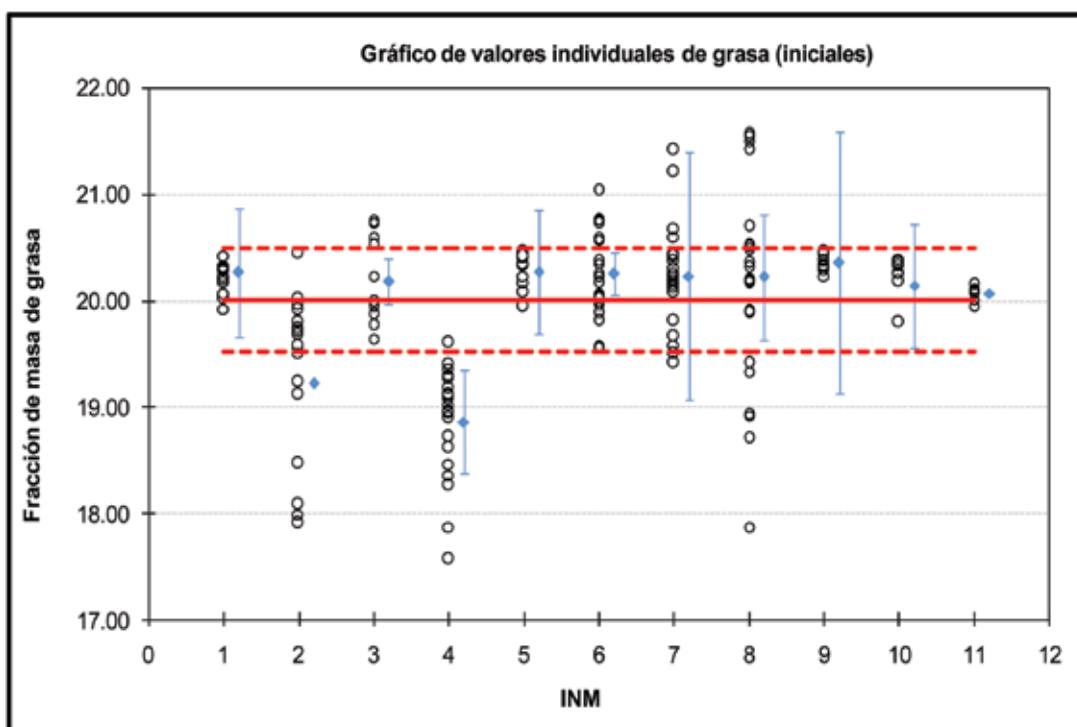


Figura 2. Resultados iniciales de la medición de grasa en carne.

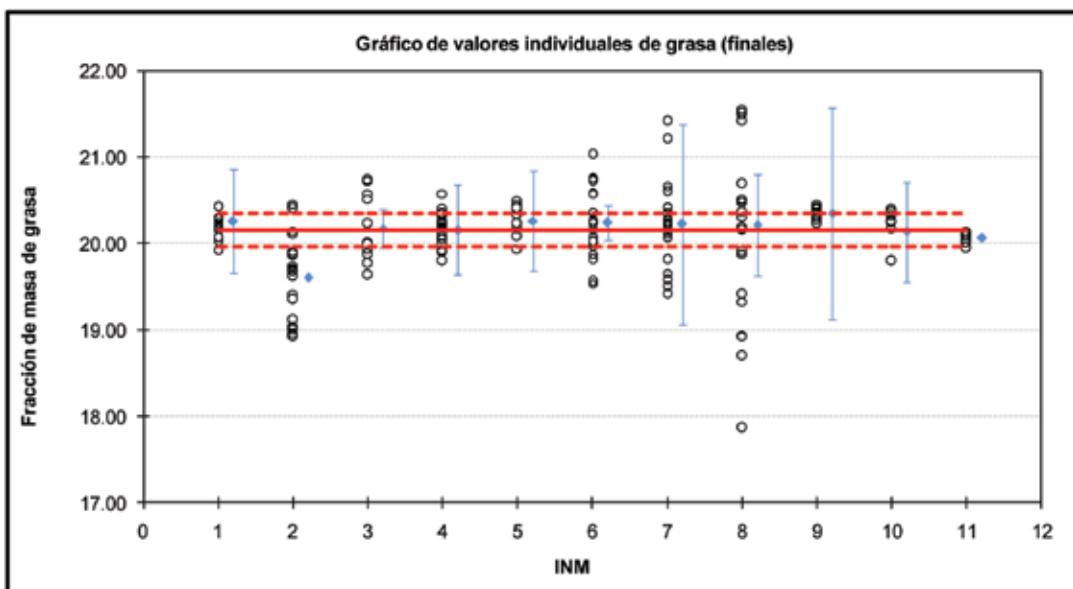


Figura 3. Resultados finales de la medición de grasa en carne.

Sodio

Los resultados de sodio se expresan en la Figura 4. Para dicho analito los resultados de los laboratorios 1, 2, 3, 5, 6 y 7 fueron obtenidos por EAAF, mientras que los resultados de los laboratorios 9 y 11 por ICP-AES, el 10 proviene de ICP-MS y los de los laboratorios 4 y 8 fueron obtenidos por HPLC.

Conforme a los resultados, se les recomendó a los laboratorios 2 y 7 volver a medir para mejorar la dispersión entre sus mediciones y/o el sesgo respecto a la mayoría. Los resultados que fueron reportados se muestran en la Figura 5.

Potasio

Los resultados de potasio se presentan en la Figura 6. Al igual que en el caso de sodio, los resultados de los laboratorios 1, 2, 3, 5, 6, y 7 fueron obtenidos por EAAF, mientras que los resultados de los laboratorios 9 y 11 por ICP-AES, el 10 proviene de ICP-MS y los de los laboratorios 4 y 8 fueron obtenidos por HPLC.

En este caso, se le solicitó al laboratorio 7, entre otros, la revisión de sus resultados. Los finales son presentados en la Figura 7.

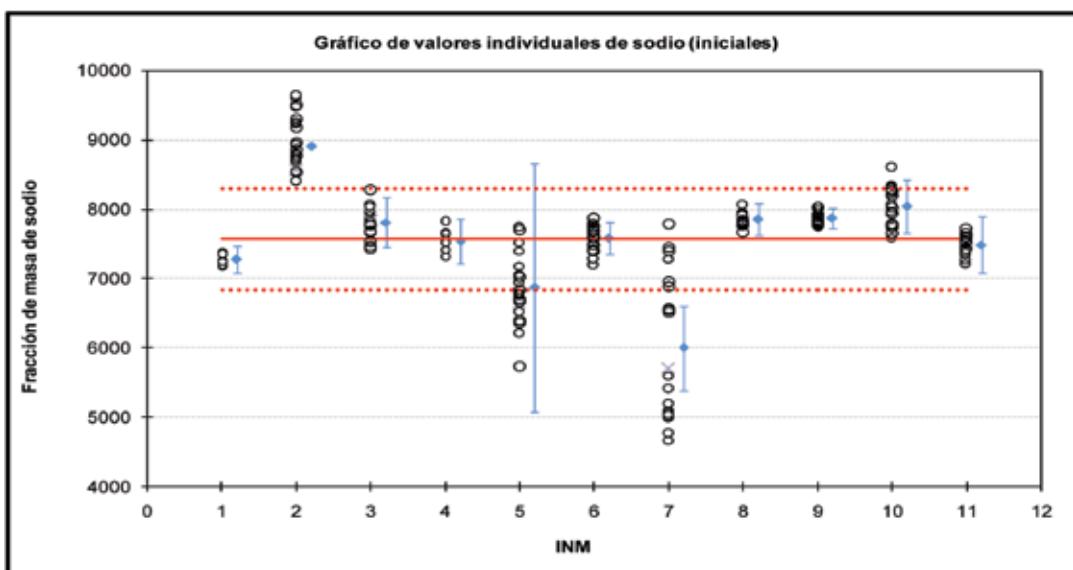


Figura 4. Resultados iniciales de la medición de sodio en carne.

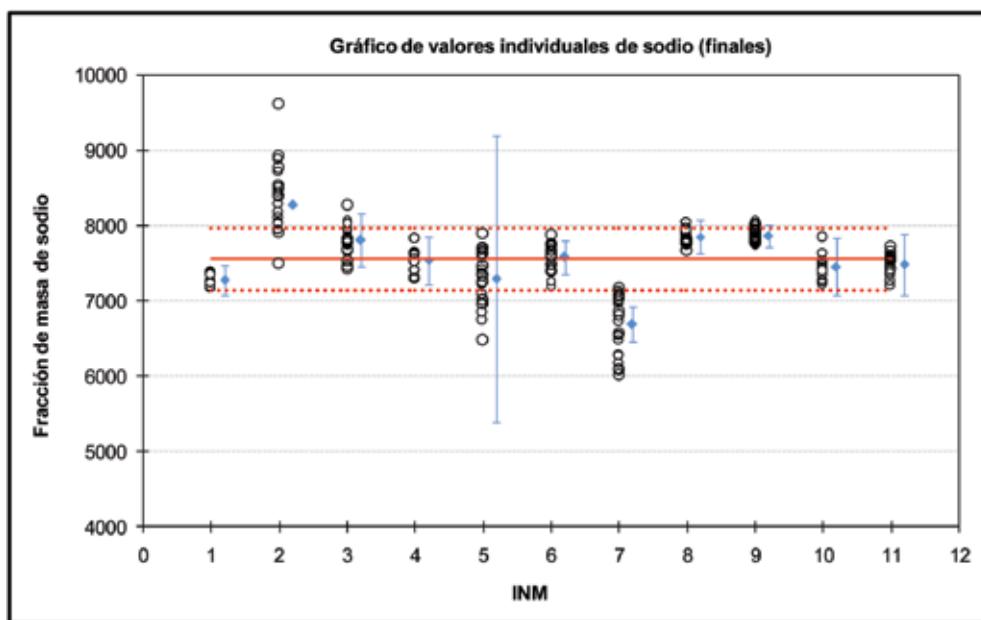


Figura 5. Resultados finales de la medición de sodio en carne.

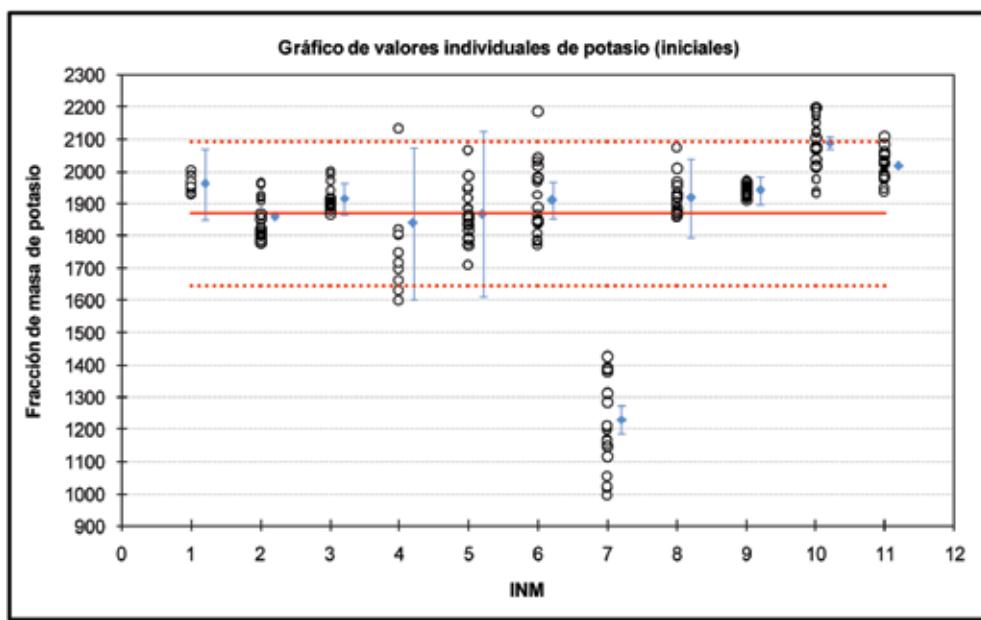


Figura 6. Resultados iniciales de la medición de potasio.

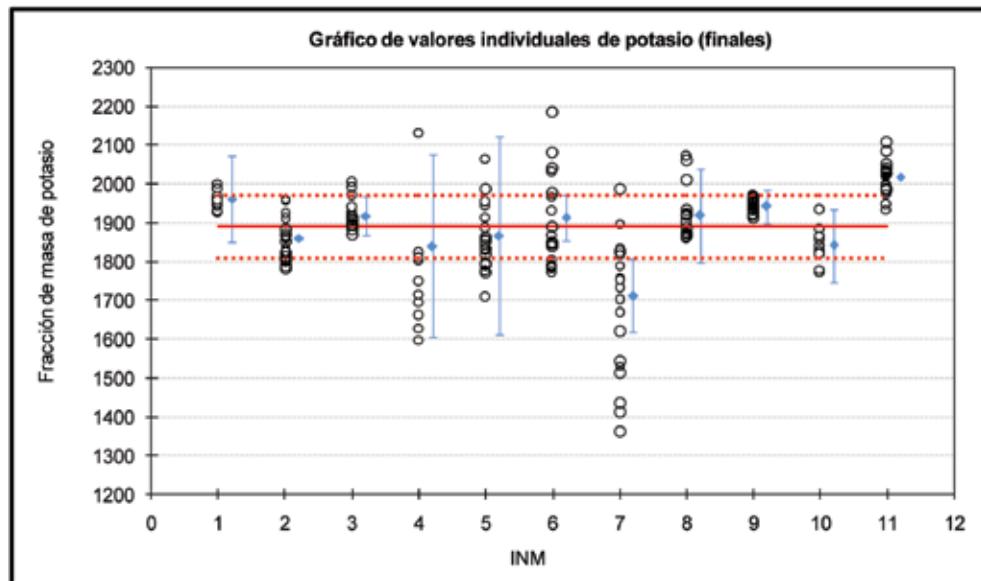


Figura 7. Resultados finales de la medición de potasio en carne.

Discusión

En general, el ejercicio de armonización con un MRC permitió identificar las oportunidades de mejora para cada laboratorio, incrementando la calidad de los resultados para las muestras de candidatos a MR en cuanto a la consistencia, tal y como se observa en la Tabla 2.

Mensurando	Antes de la armonización		Después de la armonización	
	Promedio	Desviación Estándar Relativa (%)	Promedio	Desviación Estándar Relativa (%)
Nitrógeno	1.97 g/100g	4,5	1,99 g/100g	3,0
Grasa	19.83 g/100g	5,6	20,01 g/100g	2,4
Sodio	7456 mg/kg	13,7	7567 mg/kg	9,6
Potasio	1814 mg/kg	17,5	1847 mg/kg	11,5

Tabla 2. Resultados obtenidos antes y después de la fase de armonización.

Los ajustes realizados en la metodología armonizada de Kjeldahl permitieron obtener resultados congruentes. Dichos ajustes consistieron principalmente en la estandarización de la normalidad del ácido utilizado. El valor certificado obtenido fue de $(1,99 \pm 0,078)$ g/100 g con una incertidumbre estándar relativa de 3,9 %, con lo que se logró el objetivo planteado para el esquema de colaboración.

Respecto a la grasa, al comparar las Figuras 2 y 3 puede apreciarse la considerable mejora que tuvo el laboratorio 4 al realizar ajustes en su procedimiento. En cuanto al resultado del laboratorio 2, a pesar de que aumentó el contenido de grasa extraída, se mantuvo un sesgo respecto al resto de los valores, por lo que se consideró pertinente la eliminación de sus datos para el estudio de ANOVA y la emisión del valor de referencia “más cercano al verdadero”. El valor medio de grasa resultó de 20,16 g/100g con una desviación estándar relativa de 1 %.

A la par de la revisión de los resultados de grasa, surgió entre los participantes el cuestionamiento del tipo de grasa cuantificada, debido a los tres procesos utilizados: grasa libre por soxhlet, grasa total por hidrólisis ácida y grasa total por soxhlet e hidrólisis ácida.

Por tal razón, en paralelo al estudio en conjunto y dadas la clasificación de la carne, la normativa oficial de cada región y las experiencias respecto a su determinación, se analizaron los resultados de acuerdo a las metodologías y al “tipo de grasa” extraída. Los valores obtenidos según las clasificaciones se presentan a continuación.

a) Grasa libre, extracción por Soxhlet. Fue determinada por los laboratorios 1, 3, 4, 6, 8 y 10. Para este grupo, el valor promedio fue de 19,97 g/100 g con una desviación estándar de 0,55 g/100g.

Laboratorio	Valor obtenido (g/100g)	Incertidumbre (g/100g)
1	20,27	0,60
3	20,18	0,22
4	18,86	0,49
6	20,25	0,20
8	20,22	0,59
10	20,07	0,11
Promedio	19,97	

Tabla 3. Resultados para grasa libre.

b) Grasa total, extracción con solvente previa hidrólisis ácida. Los resultados reportados por los laboratorios 5, 7 y 9 corresponden a este método.

En este caso, el promedio del grupo fue de 20,28 con una desviación estándar de 0,06 g/100 g.

Laboratorio	Valor obtenido (g/100g)	Incertidumbre (g/100g)
5	20,27	0,58
7	20,23	1,16
9	20,35	1,23
Promedio	20,28	

Tabla 4. Resultados de grasa total por hidrólisis ácida.

c) Grasa total, extraída mediante soxhlet, previa hidrólisis. Los resultados reportados por los laboratorios 2 y 10 corresponden a este método. Para el grupo el promedio fue de 19,68 con una desviación estándar de 0,65 g/100g.

Laboratorio	Valor obtenido (g/100g)	Incertidumbre (g/100g)
2	20,14	0,58
10	19,22	-
Promedio	19,68	

Tabla 5. Resultados de grasa total por método combinado.

De acuerdo a estos resultados, se observó que no existe una clara diferencia entre los valores del contenido de grasa para el tipo de producto en cuestión. Lo anterior es debido posiblemente a que las proteínas presentes en la muestra fueron desnaturalizadas en el proceso de cocción al que fue sometida durante la esterilización para su enlatado.

Respecto al nombre del mensurando, basados en que las definiciones de “grasa” van desde: “mezcla de ésteres resultantes de la combinación de glicerina con los ácidos grasos”, hasta “extracto etéreo que se obtiene cuando la muestra es sometida a extracción, refiriéndose como ‘extracto etéreo’ al conjunto de las sustancias extraídas que incluyen, además de los ésteres de los ácidos grasos con el glicerol, a los fosfolípidos, lecitinas, esteroles, ceras, ácidos grasos libres, etc.” (Egan et al., 1987), y que “grasa” es también el término que se emplea para aquellas “mezclas de lípidos que son sólidas o semisólidas a temperatura ambiente” (Badui, 1981), se acordó reportar en el certificado el contenido de “extracto etéreo” o “grasa”, sin considerar si es el libre o total, o el método de extracción usado.

Con el fin de asignar el valor certificado, se compararon los valores estadísticos de promedio ponderado (Duewer, [s.d.]), el promedio aritmético (EURACHEM, CITAC, 2000; BIPM, 1995) y mediana

(Müller, 2000), con su respectiva incertidumbre asociada.

De acuerdo a los datos de la Tabla 6, tanto los valores como las incertidumbres son comparables, sin embargo se propone emplear como incertidumbre de este ejercicio dos veces la desviación estándar de la media de los participantes. Las incertidumbres evaluadas para estos casos fueron comprobadas mediante el uso de programas estadísticos para cálculo de valores ponderados (Duewer, [s.d.]).

En cuanto a los minerales, las nuevas mediciones reportadas para los analitos de sodio y potasio resultaron más apropiadas para la asignación como valores de referencia, ya que las desviaciones estándar relativas cumplían con los valores meta del proyecto.

No obstante, considerando que la emisión de un valor certificado obtenido mediante el uso de dos métodos de principios diferentes es una práctica aceptada por la Guía ISO 34 (EURACHEM; CITAC, 2000), el laboratorio coordinador propuso que se combinaran los resultados por HPLC e ICP-AES (ambos medidos por el mismo instituto y que corresponden a los resultados de los laboratorios 8 y 9 de las Figuras 4 y 6), y el valor resultante se tomó como valor final. En las Tablas 7 y 8 se detalla cada uno de los valores considerados para generar el valor combinado de sodio y potasio, respectivamente.

Analito		Valor Certificado	(Incertidumbre expandida k=2)	Unidad	Urel (%)
Nitrógeno	Media ponderada	1,994	0,052	g/100g	2,61
	Media aritmética	1,991	0,07		3,51
	Mediana	1,988	0,061		3,07
Grasa	Media ponderada	20,19	0,43	g/100g	2,13
	Media aritmética	20,16	0,53		2,63
	Mediana	20,23	0,43		2,13

Tabla 6. Valores estadísticos y sus respectivas incertidumbres.

Técnica	Fracción de masa	U (k=2)	Unidades	Urel (%)
HPLC	7848	223	mg/kg	2,85
ICP-AES	7868	146	mg/kg	1,86
Combinación	7858	267	mg/kg	3,40

Tabla 7. Valores obtenidos para el contenido de sodio en el candidato a material de referencia de carne.

Técnica	Fracción de masa	U (k=2)	Unidades	Urel (%)
HPLC	1924	121	mg/kg	6,31
ICP-AES	1943	33	mg/kg	1,68
Combinación	1934	63	mg/kg	3,26

Tabla 8. Valores obtenidos para el contenido de potasio en el candidato a material de referencia de carne.

Acciones de mejora

Dentro de las acciones de mejora que se realizaron durante el proceso para poder concluir con éxito la etapa de certificación del material de carne, se encuentran:

- Armonización de métodos. La estandarización de condiciones de medición permitió a los laboratorios implementar y/o eliminar etapas en sus procedimientos, y así se lograron resultados consistentes con los del resto del grupo.
- Para la determinación de nitrógeno los resultados mejoraron considerablemente al fijar y/o establecer la normalidad del ácido clorhídrico que se utilizó durante el procedimiento de titulación. Adicionalmente, se puso énfasis especial en que los participantes tomaran conciencia de que dicho proceso mejora al usar potenciómetros o voltímetros.
- Para la determinación de grasa el análisis de los resultados según la técnica usada permitió enfatizar acciones importantes, como el secado previo de la muestra durante 5-6 h a 95-100 °C, debido a su alto contenido de agua (64%), lo que evitó que los lípidos se liguen de esta forma a proteínas y carbohidratos; la utilización de mezcla de éteres en lugar de uno en particular; el incremento de tiempo de extracción de 4 a 8 horas, etcétera.
- Para minerales la medición de potasio se favoreció al establecer el modo emisión, así como el uso de supresores, lo cual permitió obtener valores menos dispersos. En cuanto a la digestión, fue posible establecer la temperatura de calcinación apropiada para evitar cualquier posible pérdida de los analitos.
- Revisión de resultados. La revisión de resultados, en la que se consideró tanto la dispersión entre muestras como el sesgo de la medición, dio a los laboratorios la pauta para promover programas y cursos de capacitación constantes entre su

personal, y al repetir las mediciones los valores obtenidos se observaron claramente más consistentes.

- Concientización del uso de materiales de referencia usados como controles de medición.
- Programas de capacitación técnica. Incluyen intercambios entre los institutos participantes para aprender y/o complementar los conocimientos en la aplicación de las metodologías utilizadas.

Conclusiones

Se ha mostrado que la calidad de medición bajo el esquema de colaboración es decisiva para el proceso de certificación de materiales de referencia, ya que la contribución de cada participante es crítica para que se puedan lograr los valores certificados con incertidumbres asociadas razonables para la aplicación. Sin embargo, para poder lograrlo, es fundamental demostrar competencia de medición.

Mediante este estudio se comprobó que la utilización de métodos armonizados puede sustentar la emisión de valores congruentes aun entre diferentes regiones y legislaciones. Esto permite lograr la generación de materiales de referencia útiles y al alcance de un mayor sector de la industria alimenticia.

En este caso, para los parámetros dependientes de procedimientos operacionales como nitrógeno y grasa se pueden adoptar los valores de consenso, una vez evaluada la consistencia de los resultados; no obstante, para los parámetros independientes de método es necesario emplear métodos de alta jerarquía metrológica, o varios métodos de principios de medición independientes con la competencia apropiada para asignar valores de referencia confiables.

En las Tablas 9 y 10 se presentan los valores certificados y las incertidumbres que fueron adoptadas por los laboratorios para el lote de carne de res tipo paté.

Analito	Valor de referencia (mediana)	Incertidumbre (2 veces la Desviación estándar de la media)	Unidades	Urel (%)
Nitrógeno	1,988	0,078	g/100 g	3,65
Grasa	20,23	0,58	g/100 g	2,30

Tabla 9. Valores certificados obtenidos para los analitos de nitrógeno y grasa.

Analito	Valor de referencia combinado	Incertidumbre ($k=2$)	Unidades	Urel (%)
Na	7858	267	mg/kg	3,40
K	1934	63	mg/kg	3,26

Tabla 10. Valores certificados obtenidos para los analitos sodio y potasio.

País	Método	Peso muestra	Digestión			Destilación	Titulación	
			Equipo	Tiempo	Temperatura		Instrumento	Determinación del punto de inflexión
Argentina	AOAC 981.10 (2005)	2,0 g	Bucchi	100 min	450 °C	Bucchi (automático)	Bureta	cambio de color
Bolivia	Macro kjeldahl	2,0 g	Digestor macrokjeldahl	De 1,5 a 2 h	Nivel 6	Destilador macrokjeldahl (manual)	Bureta clase A	cambio de color
Brasil	Horwitz, W AOAC, 18 ed	1,5 g	TE 008/50 - 04 TECNAL	150 min	-----	Kjeltec Sistem 1026 Distiling	Bureta BUT 0384	cambio de color
Colombia	AOAC 981.10 (2005)	2 g	Digestor Bucchi 435	3 h	Nivel máximo (10)	Destilador Bucchi 323 (automático)	Titulador Metrohm 702 SM Titriro	automático
Ecuador	AOAC 960.52	0,1 a 0,3 g	Labconco	1,5 h	Nivel máximo	Labconco manual	Bureta 10 ml; 0,04 ml	ph 4,6
Jamaica	Kjeldahl	1 g	Foss 2020 digester	2 h	440 °C	Foss 2020 digester (automático)	Kjeltec 2300	cambio de color
México	Kjeldahl	1 g	Bucchi	2 h	380 - 450 °C	Bucchi (semiautomático)	Bureta clase A	cambio de voltaje
Perú - SENASA	Kjeldahl	0,5 g	Digestor DIGIPREP HT250	2 h	400 °C	Digestor DIGIPREP 200 (automático)	Bureta de 25 mL	cambio de color
Perú - INDECOP	Kjeldahl	0,5 g	Bucchi	2 h	400 °C	Bucchi (automático)	Bureta	cambio de color
Uruguay	ISO 937:1978	1 g	Gerhardt	95 min, previa clarificación	400 °C	Gerhardt (manual)	Bureta	-----

Tabla 11. Diferencias en las metodologías para el análisis de nitrógeno.

País	Método	Peso muestra	Digestión			Evaporación	
			Agitación	Temperatura	Tiempo	Instrumento	Temperatura
Argentina	960.39	5 - 10 g	-----	65 °C	6 h	Twissel estufa	102 °C
Bolivia	Soxhlet con hidrólisis previa	3 g	-----	15 sifoneadas por hora	6 h	Baño María	60 ± 5 °C
Brasil	Horwitz, W AOAC, 18 ed, 2005. (Soxhlet)	10 g	-----	130 °C	8 h	Baño de evaporación	60 °C
Colombia	AOAC 991.36 (2005) (Soxhlet)	3 g	-----	60 °C	6 h	Rotavapor	40 °C por 45 min
Ecuador	*CENAM (hidrólisis ácida)	1,5 g	Vortex, 60 seg	-----	5 extracciones	Estufa Heraus	80 °C
Jamaica	Soxhlet	1 g	-----	155 °C	-----	-----	-----
México	Hidrólisis ácida	1 - 2 g	Manual	70 - 80 °C	40 min	Estufa	80 °C por 8 h
Perú - SENASA	AOAC 2003.06 (Soxhlet con hidrólisis previa)	1 g	-----	180 °C	2 h	Aparato de extracción	180 °C por 1 h
Perú - INDECOP	AOAC 2003.06	1 - 2 g	Manual, 60 seg	-----	3 extracciones	-----	40 °C por 1 h
Uruguay	ISO 1443:1973 (soxhlet)	4 g	----- por 1 h	Adecuada para obtener 20 extracciones por hora	4 h	Buchi	75 °C por 10 min

Tabla 12. Diferencias en las metodologías para el análisis de grasa.

País	Método	Peso muestra	Digestión			Medición	
			Equipo	Tiempo	Temperatura/potencia	Instrumento	Calibrante
Argentina	Emisión	0,5 g	Horno mufla	16 h	550 °C	Espectro AA	Na trazable NIST 1 g/L lote: 735845
Bolivia	AA (Flama)	0,2 - 0,3 g	Anton Paar Microwave	40 min	180 °C	Analyst 700 de Perkin Elmer	Patrones certificados de Na Perkin Elmer
Brasil	AA (Horno de grafito)	0,5 g	Anton Paar Microwave	50 min	1400 W	Perkin Elmer model 800 atomic absorption spectrometry with Zeeman-effect background correction, THGA 800 graphite furnace and an As-800 autosampler	SRM-3152a
Colombia	Journal of Food Science, Vol 56, no. 5, 1991. (EAAF)	0,5 g	Horno de microondas CEM	14 min	1400 W	AA Thermo Elemental	Estándar de sodio de 0,5 mg/L
Ecuador	AOAC 985.35 (EAAF)	1 g	Mufla	Hasta cenizas	500 °C	Perkin Elmer. Atomic absorption spectrometry	Disolución de NaCl
Jamaica	EA (Calibración externa)	0,5 g	Estufa carbolite	4 h	600 °C	Flame atomic emmission spectrometry	Estándar de Na
México - CLAR	CLAR (estándar interno)	3 g	Digestor Buchi	2 h	380 -450 °C	Cromatógrafo de líquidos WATERS	NaCl, disoluciones de 2 a 1000 mg/kg
México - ICP-AES	CLAR (calibración externa)	0,5 g	Horno de microondas MARSx	100 min	1400 W	ICP-AES Iris Intrepid	NaCl, disoluciones de 2 a 1000 mg/kg
Perú - SENASA	USDA CLG-TM 3.00	0,3 - 0,6 g	Microondas	10 min	120 °C	ICP-MS	Estándar multielemental de 1000 ppm
Uruguay	Emisión atómica (estándar interno)	0,5 g	Microondas Anton Paar Multiwave 3000	---	---	ICP-OES/optima 3300	SRM-3141a

Tabla 13. Diferencias en las metodologías para el análisis de sodio.

País	Método	Peso muestra	Digestión			Medición	
			Equipo	Tiempo	Temperatura/potencia	Instrumento	Calibrante K
Argentina	Emisión	0,5 g	Horno mufla	16 h	550 °C	Espectro AA	K trazable NIST 1 g/L
Bolivia	AA (Flama)	0,2 - 0,3 g	Anton Paar Microwave	40 min	180 °C	Analyst 700 de Perkin Elmer	Patrones certificados de K de Perkin Elmer
Brasil	Emisión atómica	0,5 g	Anton Paar Microwave	50 min	1400 W	Perkin Elmer model 800 atomic absorption spectrometry	SRM-3141a
Colombia	Journal of Food Science, Vol 56, no. 5, 1991. (EAAF)	0,5 g	Horno de microondas CEM	14 min	1400 W	AA Thermo Elemental	Estándar de potasio de 0,8 mg/L
Jamaica	EEAF (calibración externa)	0,5 g	Estufa carbolite	4 h	600 °C	Flame atomic emmission spectrometry	Estándar de K
México - CLAR	CLAR (estándar interno)	3 g	Digestor Buchi	2 h	380 -450 °C	Cromatógrafo de líquidos WATERS	KCl, disoluciones de 2 a 1000 mg/kg
México - ICP-AES	ICP-AES (calibración externa)	0,5 g	Horno de microondas MARSx	100 min	1400 W	ICP-AES Iris Intrepid	KCl, disoluciones de 2 a 1000 mg/kg
Perú - SENASA	USDA CLG-TM 3.00	0,3 - 0,6 g	Microondas	10 min	120 °C	ICP-MS	Estándar multielemental de 1000 ppm
Uruguay	ICP-AES (estándar interno)	0,5 g	Microondas Anton Paar Multiwave 3000	---	---	ICP-OES/optima 3300	SRM-3141a

Tabla 14. Diferencias en las metodologías para el análisis de potasio.

Reconocimientos

A la Organización de los Estados Americanos por el apoyo del proyecto SEDI/AICD/AE/033/08 “Colaboración para Soportar con Metrología Química la Evaluación de la Calidad e Inocuidad de los Productos del Sector Agroalimentario”, y a la Dra. Mariana Arce Osuna por su implantación. A la I.Q. Judith García Escalante por su apoyo logístico de coordinación. A los participantes en las mediciones en esta etapa. A los coordinadores de los institutos participantes: Celia Puglisi, Juan Carlos Castillo, Mabel Delgado, Janaina Marques, Carlos Eduardo Porras, Mónica Gualotuña, James Kerr, Dwight Random, Yoshito Mitani, José Dajes, Elizabeth Ferreira, Claudia Santo.

Referencias

- BADUI, Dergal S. *Química de los alimentos*. México: Alhambra Mexicana, 1981.
- BIPM; IEC; IFCC; ISO; IUPAC; IUPAP; OIML. *Guide to the expression of uncertainty in measurement*. Geneva: International Organization for Standardization, 1995.
- DUEWER, D. L. A robust approach for the determination of CCQM key comparison reference values and uncertainties [En línea]. Gaithersburg: NIST, [s.d.]. [Consulta: 25 de octubre de 2010]. Disponible en: <http://www.bipm.net/cc/CCQM/Allowed/10/CCQM04-15.pdf>
- EGAN, H.; KIRK, R.S.; SAWYER, R. *Análisis químico de alimentos de Pearson*. México: Compañía Editorial Continental, 1987.
- EURACHEM; CITAC. *Quantifying uncertainty in analytical measurement*. 2da. ed. [s.l.]: EURACHEM, 2000. ISBN 0 948926 15 5.
- MÜLLER, J. W. Possible advantages of a robust evaluation of comparisons. En: *Journal of Research at the National Institute of Standards and Technology*. 2000, 105:551.
- SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN S.C. (NORMEX). (México). NMX-F-615-NORMEX-2004: *Alimentos – Determinación de extracto etéreo*. México: NORMEX, 2004.