

SISTEMA DE PREPARACIÓN Y CERTIFICACIÓN DE MATERIALES DE REFERENCIA EN MATRICES LÁCTEAS Y SU EXPANSIÓN A LOS PAÍSES DE SUDAMÉRICA

Horacio Milanesio, Mabel Fabro, Jorge Speranza, Pedro Fornero, Nicolás Schamne, Mónica Demaría, Omar Junges, Ivana Nieto

Instituto Nacional de Tecnología Industrial
Ruta 34 Km 227,6
0054-3492-440607 – sicecal@inti.gov.ar

Resumen:

INTI Lácteos produce en Argentina desde hace más de una década materiales de referencia certificados en leche y productos lácteos, garantizando trazabilidad en las mediciones lácteas a laboratorios de referencia internacional y diseminándola hacia el interior del sector industrial de ese país. La preparación y certificación se hace siguiendo los lineamientos de las Guías ISO 31 a 35. Los materiales de referencia son generados y distribuidos a través de lo que se denomina Sistema Centralizado de Calibración (SICECAL). Este sistema, herramienta fundamental para lograr calidad y competitividad en los productos lácteos, se encuentra actualmente en un proceso de fortalecimiento y expansión.

1. INTRODUCCIÓN

En el marco de gestión y gerenciamiento de la calidad en el que están incluidas la gran mayoría de las empresas y laboratorios del sector lácteo es necesario el control de la materia prima, de los procesos y la verificación de la calidad de los productos.

Para estas operaciones se hace uso de equipamiento de inspección, medición y ensayo cada vez más difundido: contadores de células somáticas, contadores de bacterias, crióscopos, equipos infrarrojos y de ultrasonido para el análisis composicional.

Tal como lo recomienda toda la normativa sobre gestión de calidad, los instrumentos de inspección, medición y ensayo deben ser confirmados metrológicamente (calibrados y controlados) a intervalos regulares contra equipos o patrones trazables a patrones nacionales o internacionales con incertidumbre determinada.

INTI Lácteos, en su sede Rafaela, ubicada en el centro de la principal cuenca láctea de Sudamérica y rodeada de las más importantes plantas elaboradoras del país, percibió la necesidad del sector y decidió desarrollar un proyecto que le

permitiera proveer material de referencia para la calibración y control de los equipos de medición usados en las industrias y laboratorios lácteos. Este servicio que comenzó a desarrollarse en el año 1990, constituye hoy un sistema único de preparación, análisis y envío de Materiales de Referencia en diferentes matrices lácteas, que es una herramienta y una ventaja competitiva para los laboratorios lácteos del país.

Los objetivos que el sistema pretende lograr son:

- Poner a disposición de los laboratorios lácteos un sistema de materiales de referencia certificados, simple y práctico que posibilite el aseguramiento de la calidad de sus mediciones y calibración de equipos con costos relativamente bajos.
- Calibración cubriendo los rangos requeridos
- Trazabilidad nacional e internacional
- Actualización de los métodos al actualizarse la metodología de referencia
- Comparabilidad de resultados entre empresas

Actualmente el sistema se encuentra en un proceso de fortalecimiento de lo ya logrado y de expansión.

2- DETALLES DEL SISTEMA

2-1- Características y detalles del material generado:

Los Materiales de Referencia son producidos en el Laboratorio de Materiales de Referencia de INTI Lácteos, en su sede Rafaela, de acuerdo a un sistema de calidad según los requisitos de las guías ISO 31 a 35. [1]

Estos materiales pueden ser utilizados tanto para evaluar métodos analíticos como instrumentales.

La preparación de los candidatos a materiales de referencia se efectúa de modo de lograr para cada componente un rango de valores acordado con los usuarios del sistema. Para ello se utilizan materias primas lácteas seleccionadas especialmente para el uso previsto, a través de una sistemática de selección inicial y otra final.

Los estudios de homogeneidad y estabilidad se realizan de acuerdo a los requisitos estadísticos descriptos en la guía ISO 35 y el documento: "Statistical Aspects of the Certification of Chemical Batch SRMs" del NIST. [1], [2]

Para los análisis que llevan a la asignación de valor se emplean metodologías de referencia a nivel internacional (de la Federación Internacional de Lechería: FIL-IDF y de la Asociación de Química Analítica: AOAC). El laboratorio se encuentra acreditado en estos ensayos según ISO 17025, en sus comienzos ante ENAC (Ente Nacional de Acreditación de España) y actualmente ante el OAA (Organismo Argentino de Acreditación).

Para la realización de los ensayos de referencia el laboratorio cuenta con el siguiente equipamiento:

- Balanza Mettler Toledo XP 205
- Balanza Analítica Mettler Toledo AT 201
- Digestor y Destilador Kjeltex 2300 de Foss
- Unidad de Digestión y Unidad de Destilación TECATOR 1035

- NucleoCounter SCC - 100 ChemoMetec
- Analizador Infrarrojo MILKOSCAN 50S de Foss
- Crioscopio ADVANCED
- Juego de Pesas Patrón
- Espectrofotómetro uv-vis
- Centrifuga Multipropósito GERBER
- Centrifuga GERBER UNIVERSAL
- Mufla Eléctrica TERMOQUAR
- Freezer
- Microbureta 10 ml
- Baños María, pHmetros, termocuplas, estufas de aire forzado, estufas de secado, calefactores eléctricos, campanas de extracción, heladeras, termómetros de trabajo, pesas para verificaciones, pipetas automáticas, cronómetros, termohigrómetros, etc.

Todos ellos controlados y confirmados metrológicamente según procedimientos específicos.

La estimación de la incertidumbre se realiza de acuerdo a los lineamientos de la GUM: Guía para la Expresión de la Incertidumbre en la Medición [3], preparada y avalada por las principales organizaciones internacionales relacionadas con la metrología: IEC, ISO, OIML, etc. La incertidumbre se expresa con una constante de expansión $k = 2$ correspondiente a una confianza del 95 % aproximadamente.

Los valores de referencia asignados a cada Material de Referencia son válidos, con la incertidumbre asociada, hasta 30 días de la fecha de elaboración del material para productos líquidos, y hasta 120 días para materiales en polvo, siempre que el Material de Referencia sea manipulado y mantenido de acuerdo a las instrucciones dadas en el informe que acompaña las muestras. Si la muestra es dañada, contaminada o modificada, los valores asignados se anulan.

La trazabilidad de los valores asignados es asegurada a través del cumplimiento de las directivas de las guías ISO 34, Guía ILAC G-12 [4] y el Documento de Trazabilidad EURACHEM 2003. [5]

INTI Lácteos participa en interlaboratorios internacionales (CECALAIT, MUVA, QM) y utiliza materiales de referencia internacionales (MUVA) analizados a la par de cada lote nuevo de materiales generados.

El certificado o Protocolo del Material acompaña a cada material de referencia entregado y cumple los requisitos de información que indica la guía ISO 31.

En relación con la distribución, existe un calendario o cronograma de envíos que se hace llegar al comienzo de cada año a los participantes. Cada solicitante puede optar por una asociación anual asegurándose así la recepción de los Materiales de Referencia (MR) en las fechas predeterminadas. El grupo de MR se envía en las condiciones necesarias para mantener sus características metrológicas acompañadas del informe correspondiente.

2-2- Destinatarios del sistema

Los destinatarios principales a los que se dirige este sistema son:

- Laboratorios de industrias lácteas de Argentina y Latinoamérica, incluyendo las PYMES lácteas.
- Laboratorios de servicios de análisis a la industria lácteas y de Investigación (Universidades, etc)
- Empresas proveedoras de equipos de análisis de leche y productos lácteos

3. RESULTADOS

3-1- Laboratorios asistidos

La preparación de materiales de control y calibración comenzó en el año 1990 asistiendo a sólo dos laboratorios de empresas de la región.

El sistema tuvo un ritmo constante de crecimiento desde esos inicios, aumentando en número de unidades de cada lote y en variedad de materiales.

El número de laboratorios que comenzaron a utilizar y requerir estos materiales, fundamentalmente el de macro componentes en leche fluida entera, fue aumentando cada año. Así hacia 1998 eran ya veinte y hacia 2004 el número se duplicó.

En la actualidad más de 65 usuarios, muchos de ellos de Argentina y algunos pocos de los países limítrofes (Uruguay, Paraguay, Bolivia), como así también de Venezuela participan del sistema.

Por ejemplo en el año 2009 se asistieron a 66 laboratorios lácteos del país y 4 extranjeros entregando aproximadamente 780 grupos de Materiales de Referencia.

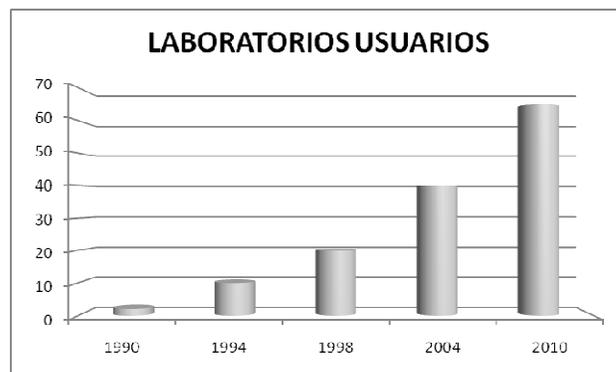


Fig. 1 Evolución del número de laboratorios asistidos.

3-2- Materiales generados

El Laboratorio de Materiales de Referencia de INTI Lácteos prepara, analiza, asigna valor y distribuye los siguientes materiales de referencia en matrices lácteas:

- ~ Leche fluida entera
- ~ Leche fluida descremada
- ~ Leche en polvo entera
- ~ Leche en polvo descremada
- ~ Leche UAT
- ~ Suero de quesería
- ~ Recuento de células somáticas
- ~ Soluciones de Cloruro de Sodio
- ~ Leche control de crioscopia
- ~ Crema
- ~ Dulce de Leche
- ~ Vitaminas A y D
- ~ Recuento de Microorganismos a 30°C



Fig. 2 Imagen de algunos de los Materiales de Referencia generados.

3-3-Sistema de Calidad

El sistema de calidad ISO 34 implementado incluye actividades tan distintas como la preparación, asignación de valor hasta el control de envío y recepción correcta del material.

Es un sistema muy robusto y experimentado.

Entre las principales sistemáticas documentadas del sistema de calidad se incluyen entre otras:

- Procedimiento para la selección del material inicial para la generación de Material de Referencia
- Procedimiento de identificación del material generado en diferentes matrices
- Procedimiento para la preparación del Material de Referencia
- Procedimiento de manipuleo, empaque, almacenamiento y envío de Material de Referencia
- Procedimiento para el estudio de homogeneidad
- Procedimiento para el estudio de estabilidad
- Procedimiento para la determinación del valor asignado y para la estimación de su incertidumbre

- Procedimiento para la elaboración del certificado del Material de Referencia

3-4- Laboratorios Colaboradores

Para el caso de materiales de referencia en leche fluida INTI Lácteos Rafaela, envía a por lo menos tres laboratorios colaboradores muestras candidatas a material de referencia para que sean analizadas por métodos instrumentales. Estos resultados se utilizan para evaluar el comportamiento de la muestra cuando se mide en los distintos equipos automáticos frente a posibles interferencias de matriz u otro inconveniente.



Fig. 3 Proceso automático de envasado.

4. FORTALECIMIENTO Y EXPANSIÓN, FUTURO, DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

El sistema tiene su fortaleza en la experiencia de años con la que cuenta.

Pero en la actualidad aparecen oportunidades que requieren una revisión para la mejora y la expansión como lo son:

- La creciente demanda de las empresas lácteas del sector PYME que están ingresando a una etapa de mejora en su control de calidad
- La aparición de nuevos parámetros de interés (urea, citrato, caseína) o equipos de uso más masivo que requieren también más controles y

calibraciones.

- La necesidad de los laboratorios lácteos que se encuentran implementando Sistemas de Calidad según ISO / IEC 17025,
- La necesidad de laboratorios lácteos de países vecinos de asegurar trazabilidad y comparabilidad en el análisis de leche

Para dar respuesta a estos nuevos desafíos INTI Lácteos generó un proyecto denominado:

“Fortalecimiento del Sistema de Preparación y Certificación de Materiales de Referencia en Matrices Lácteas y Expansión a los países de Sudamérica y/o América Latina”

El proyecto cuenta con los siguientes objetivos:

- Ampliación en la capacidad operativa en los materiales ya existentes de modo de responder a la demanda creciente actual (fundamentalmente del sector PYME y los laboratorios de servicios)
- Transferencia a las PYMES y Micro empresas del uso e importancia de los materiales de referencia en las mediciones.
- Desarrollo de nuevos materiales de referencia
- Posicionamiento de INTI Lácteos como referencia en Sudamérica y/o América Latina como productor y proveedor de materiales de referencia en matrices lácteas
- Certificación o Evaluación de pares del sistema de calidad según ISO 34

4-1- Ampliación de la capacidad operativa

En relación al cumplimiento de este objetivo, durante el año 2009 INTI Lácteos ha adquirido un Equipo para Recuento de Células Somáticas (NucleoCounter SCC-100) y aumentado los recursos humanos del Laboratorio de Materiales de Referencia. La demanda creciente de ese año, aunque aún con esfuerzo, se ha cubierto adecuadamente.

4-2-Transferencia a las PYMES y Micro empresas del uso e importancia de los materiales de referencia en las mediciones

El INTI también intenta transferir a las PYMES la importancia del uso de los materiales de referencia en las mediciones. Para esto, con la asistencia del sector de Trabajo y Educación a distancia de INTI, ha preparado un curso en formato informático para entregar a los usuarios del sistema, con el objetivo de llegar a través de este material a más de cincuenta (50) laboratorios y/ o empresas lácteas del país.

Además SICECAL, en busca de la mejora continua reúne anualmente a sus usuarios en uno o varios talleres, donde además de ver oportunidades de mejora y hacer puestas en común para definir el desarrollo de un sistema útil, robusto y compacto, invita a proveedores de equipamiento automático para que dicten una pequeña charla técnica. De esta manera se busca incentivar a las empresas y laboratorios a buscar su propia mejora continua a través de un mejor uso de sus equipos y de los Materiales de Referencia.

4-3-Desarrollo de nuevos materiales de referencia

Durante el año 2010 se realizó la compra de un nuevo equipo, Analizador Diferencial de PH (System CL-10 PLUS), para responder a la necesidad de los usuarios del sistema de materiales con valor asignado en urea en leche.

Se encuentran en desarrollo patrones sensoriales en leche en polvo para que los evaluadores puedan ser entrenados en la percepción de estímulos, en la estandarización de criterios y en la utilización de vocabulario. La evaluación sensorial es una herramienta fundamental para poder chequear la calidad de los productos destinados a consumo interno o externo y lo es para el control de calidad de la leche en polvo, pero dicha determinación no siempre puede ser correctamente medida.

4-4- Posicionamiento de INTI Lácteos como referencia en Sudamérica y/o América Latina como productor y proveedor de materiales de referencia en matrices lácteas

INTI Lácteos intenta llevar su experiencia y asistir para la mejora en este tema a toda Sudamérica y/o América Latina. Para ello ha enviado material de difusión del sistema iniciándose los contactos con los representantes tecnológicos del INTI en

Venezuela, Chile, Paraguay y Uruguay. A su vez por otros contactos establecidos, se recibieron nuevas solicitudes de laboratorios extranjeros: de Paraguay, Uruguay, Venezuela y Bolivia.

Las actividades a desarrollar serán contactos personales, telefónicos y por e-mail con laboratorios de referencia en por lo menos 10 países de Sudamérica y/o América Latina para acordar plan de visita y capacitación en el uso, difusión de los materiales y estudio de posibles puntos de distribución en cada país.

4-5-Certificación o Evaluación de pares del sistema de calidad según ISO 34

En este sentido durante este año INTI Lácteos mantiene contactos con laboratorios europeos para la búsqueda de alternativas de evaluación de pares.

A través de la participación en las reuniones de la Federación Internacional de Lechería, del ICAR (International Committee for Animal Recording) y de la representante del INTI en las reuniones de la CCQM (Consultative Committee for Amount of Substance – Metrology in Chemistry), se está solicitando la posibilidad de participar u organizar una “key comparison” de modo de iniciar un camino de declaración de las CMCs (Calibration and Measurement Capabilities) en concentración de macro componentes en leche, dentro del marco del Acuerdo de Reconocimiento Mutuo entre Institutos Nacionales de Metrología (CIPM-MRA)

REFERENCIAS

- [1] ISO Guide 31:2000 (2000): Reference Materials- Contents of certificates and labels
ISO Guide 32:1997(1997):Calibration in analytical chemistry and use of certified reference materials, ISO Guide 33:2000 (2000):Uses of certified reference materials, ISO Guide 34:2009 (2009):General requirements for the competence of reference material producers, ISO Guide 35:2006 (2006) Reference materials -- General and statistical principles for certification. International Organization for Standardization, Switzerland.
- [2] Susannah B. Schiller. Standard Reference Materials: Statistical Aspects of the Certification of Chemical Batch SRMs. NIST SPECIAL Publication. 1996. p. 260-5.
- [3] Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM100:2008
- [4] ILAC-G12:2000, “Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Materials Producers”.
- [5] EURACHEM/CITAC Guide: 2003 Traceability in Chemical Measurement.