

CALIDAD DE GRANO DE ARROZ

EN EL CAMINO HACIA LA UNIFORMIDAD EN EL CRITERIO ANALÍTICO.

Perito Recibidor de Granos, Prof. de Química Gabriela Dotta
Departamento de Cereales, Oleaginosos y Productos Derivados
Docente de la Gerencia de Capacitación.
(Laboratorio Tecnológico del Uruguay) LATU

Los laboratorios de análisis de calidad físico-química y rendimiento industrial de grano de arroz, son fuentes de información y origen de datos que impactan de manera fundamental en la cadena de este cereal.

Las determinaciones analíticas que en ellos se realizan, comprenden aquellas que acompañan la evaluación de cultivares, el recibo a productor, la calidad de elaboración, el control de secadoras, la verificación de calidad en el almacenamiento y transporte, así como la determinación de resultados analíticos que demuestren el cumplimiento con especificaciones de exportación y determinen el rendimiento industrial del grano.

Los resultados que un laboratorio de calidad de grano entrega, tienen en su gran mayoría la forma de un número, acompañado de la unidad correspondiente y en los casos en que es evaluada, también la incertidumbre con que es realizada la medida.

Se entiende, entonces, la importancia que tiene el poder obtener resultados que cumplan dos condiciones básicas: que sean confiables y entregados en tiempos adecuados.

Muchos son los factores que confluyen para que un resultado de ensayo sea considerado confiable. El presente artículo se centra en uno de ellos: la evaluación de la exactitud.

¿Qué entendemos por exactitud de un resultado analítico?

El término exactitud, puede ser entendido como la proximidad de una medida al valor aceptado como “verdadero”.

El valor “verdadero” no es un concepto que se maneje en ciencia como una realidad terminante, sino que somos concientes, que la puesta en práctica de una determinada técnica de análisis, no nos permite dar con este valor, debido, entre otros factores, a las imperfecciones de los instrumentos con los que trabajamos así como la utilización de nuestros sentidos a la hora de hacer el análisis.

Sin embargo a partir de la implementación de determinadas formas de trabajo y el uso de herramientas específicas, es posible acercarnos a ese valor verdadero, es posible determinar un intervalo de valores dentro del cual se encuentra, con un nivel de confianza determinado.

Los ensayos interlaboratorio, una herramienta para evaluar la exactitud

¿Cuál es la realidad de los laboratorios de análisis de calidad de grano de arroz en Uruguay?

¿Una misma muestra da resultados comparables independientemente del laboratorio en la cual se lleven a cabo las determinaciones? ¿Qué significa comparables?

¿Son utilizados los mismos criterios analíticos por todos los laboratorios? ¿Trabajamos todos con instrumentos calibrados y chequeados sistemáticamente? ¿Los analistas tienen vigente su entrenamiento?

En estos últimos meses nos hemos reunidos diferentes actores del procesos analítico del arroz, para intercambiar ideas con respecto a este tema y hemos estado juntos, empresas industrializadoras , ACA, INIA y LATU, en actividades de difusión de Buenas Prácticas de Laboratorio.

Vemos importante trabajar para la uniformización de nuestros criterios de análisis y es entonces en ese camino que desde el Departamento de Cereales ,Oleaginosos y Productos Derivados del LATU se organiza el Primer Interlaboratorio de Calidad de Grano de Arroz.

Un interlaboratorio es una actividad de la cual participan diferentes laboratorios, y en la cual una misma muestra es analizada por cada uno de los participantes.

A partir de esta actividad se evalúa el grado de concordancia entre los resultados de las mediciones sobre una misma muestra pero efectuados en diferentes condiciones de medición, (distintos analistas, distintos instrumentos, distintas condiciones de laboratorio).

Objetivos del interlaboratorio de calidad de grano de arroz.

- Contribuir a la mejora de la calidad técnica de las determinaciones analíticas**
- Contribuir al logro de la unificación de los criterios analíticos**
- Profundizar vínculos entre los participantes de una misma cadena.**

Participantes (orden alfabético)

ACA (Asociación de cultivadores de arroz)
Arrozal “33” S.A.
Casarone Agroindustrial S.A.
COOPAR S.A.
INIA
SAMAN
LATU

Ensayos intercomparados

- Humedad en arroz blanco.
- Granos quebrados
- Granos yesados
- Granos con mancha/ámbar.

Criterios de análisis :

Los indicados en el decreto de comercialización de arroz del MGAP del Uruguay
Humedad : EL LATU utilizó el método oficial de secado en estufa, basado en boletín n° 1375 del Departamento de Agricultura de U.S.A y AACC 44-15 A

Preparación de la muestra interlaboratorio

- Se partió de una muestra de producción que fue homogeneizada y dividida por cuarteo manual.
- Se realizaron estudios de homogeneidad y estabilidad que demostraron que todas las muestras utilizadas en el interlaboratorio eran aptas para su utilización con ese fin.

Pautas de análisis

- Se consideraron granos quebrados a aquellos con una medida inferior a 5mm
- Para la mancha no se consideró el “peck “ a menos que presentara aureola a su alrededor.
- La determinación de humedad se podía hacer por el método que el participante deseara. (Estufa, Brown-Duvel, medidores rápidos) indicando siempre el método utilizado.
- Quebrados y yesados se determinaron sobre muestra de 25 g.
- Mancha se determinó sobre muestra de 50 g.

Tratamiento de datos

La actuación de cada laboratorio participante, se evaluó calculándose para cada uno el Z- score:

$$Z_{score} = \frac{E}{S}$$

E =Error = Valor informado por el laboratorio – Valor de referencia

S = Desvío estándar obtenido tomando en cuenta todos los valores de los laboratorios informantes, una vez descartados los que estadísticamente se consideran fuera.

Valor de referencia:

- En el caso de Humedad y % quebrados, al ser métodos considerados no subjetivos y en los que el LATU se encuentra acreditado según la norma ISO 17025 por UKAS (United Kingdom Accreditation Service), se tomó como valor de referencia la media de los resultados obtenidos por el LATU para todas las muestras ensayadas.
 - En el caso de % de manchados y % de yesados, y debido a que su determinación tiene un alto contenido de subjetividad, se seleccionó como valor de referencia la mediana de todos los laboratorios , una vez eliminados los valores que estadísticamente se consideraron fuera.
- Un Z score de valor absoluto:
- Inferior a 2 : implica que el valor del laboratorio es estadísticamente comparable con la referencia teniendo en cuenta los supuestos realizados en la evaluación.
 - Entre 2 y 3: significa un estado de alerta sobre el valor obtenido. Amerita un estudio de los resultados en el caso que esta situación se repita.
 - Superior a 3: implica que el error en la medición es significativo y hay que estudiar las posibles fuentes para corregirlo.

Se muestran a continuación ,en tablas, los resultados obtenidos para cada ítem de ensayo así como también una representación de los mismos, en gráficos. Las líneas azules señalan , el llamado límite de advertencia (valor de referencia más 2 veces la desviación estándar., valor de referencia menos 2 veces la desviación estándar) .Las líneas rojas señalan el llamado límite de aceptación (valor de referencia más tres veces la desviación estandar, valor de referencia menos tres veces la desviación estándar)

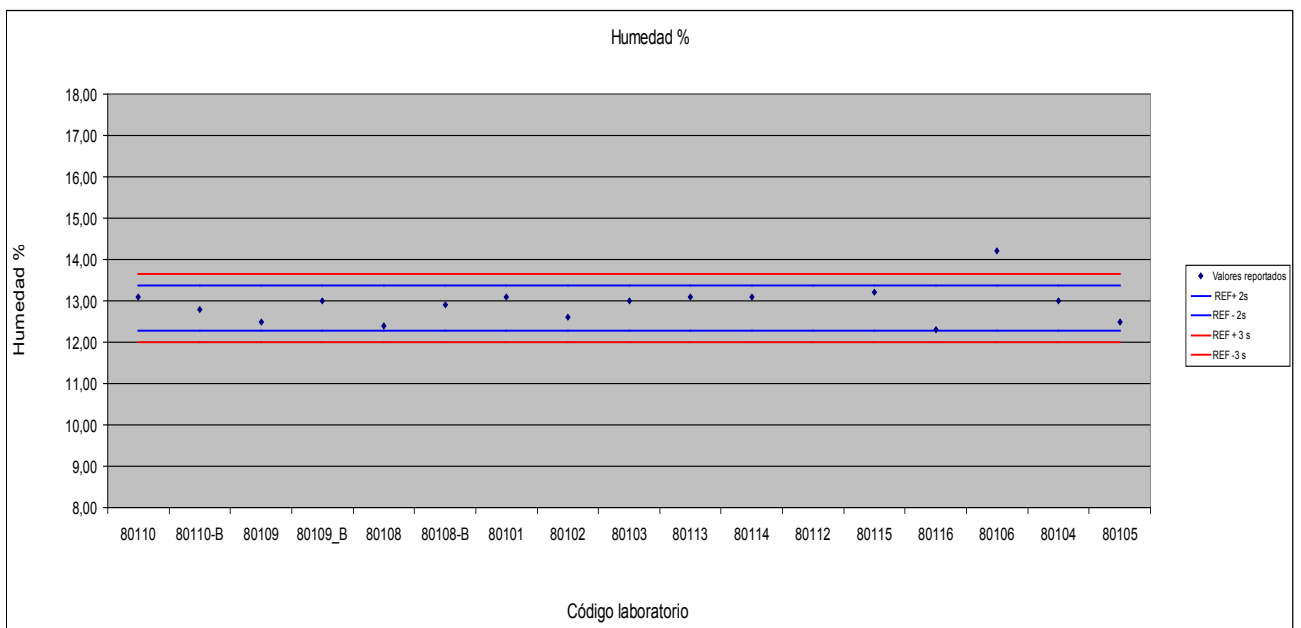
Valores obtenidos en el estudio interlaboratorio

HUMEDAD : Expresada como : g de agua en 100 g de muestra

Valor de referencia (LATU): 12, 83 (g/100g)

Desvío estándar entre laboratorios que utilizaron métodos de referencia: 0,27 (g/100g)

LABORATORIO	HUMEDAD (g/100 g)	ERROR (g/100g)	Zscore
80110	13,10	0,27	0,99
80110-B	12,80	-0,03	-0,10
80109	12,50	-0,33	-1,20
80109 B	13,00	0,17	0,63
80108	12,40	-0,43	-1,56
80108-B	12,90	0,07	0,26
80101	13,10	0,27	0,99
80102	12,60	-0,23	-0,83
80103	13,00	0,17	0,63
80113	13,10	0,27	0,99
80114	13,10	0,27	0,99
80112			
80115	13,20	0,37	1,36
80116	12,30	-0,53	-1,93
80106	14,20	1,37	5,01
80104	13,00	0,17	0,63
80105	12,50	-0,33	-1,20

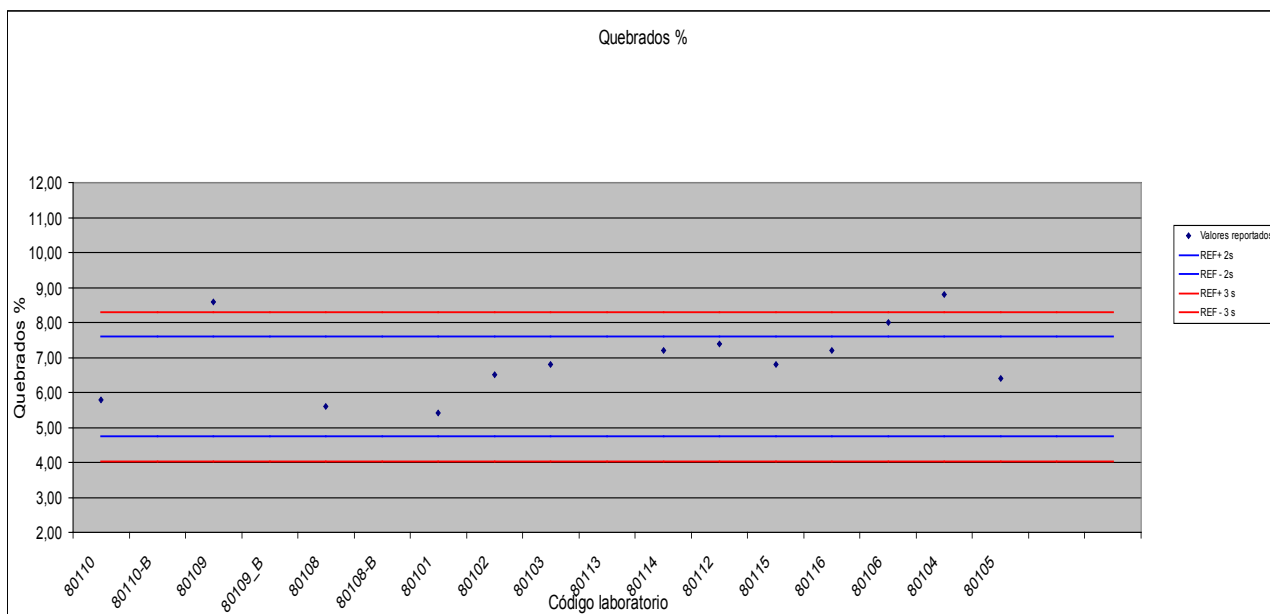


QUEBRADOS : Expresados como g de granos quebrados en 100g de muestra

Valor de referencia (LATU): 6,17 (g/100g)

Desvío estándar entre laboratorios: 0,71 (g/100 g)

LABORATORIO	QUEBRADOS (g/100g)	ERROR (g/100g)	Zscore
80110	5,80	-0,37	-0,52
80110-B			
80109	8,60	2,43	3,43
80109 B			
80108	5,60	-0,57	-0,80
80108-B			
80101	5,40	-0,77	-1,08
80102	6,50	0,33	0,47
80103	6,80	0,63	0,89
80113			
80114	7,20	1,03	1,46
80112	7,40	1,23	1,74
80115	6,80	0,63	0,89
80116	7,20	1,03	1,46
80106	8,00	1,83	2,58
80104	8,80	2,63	3,71
80105	6,40	0,23	0,33

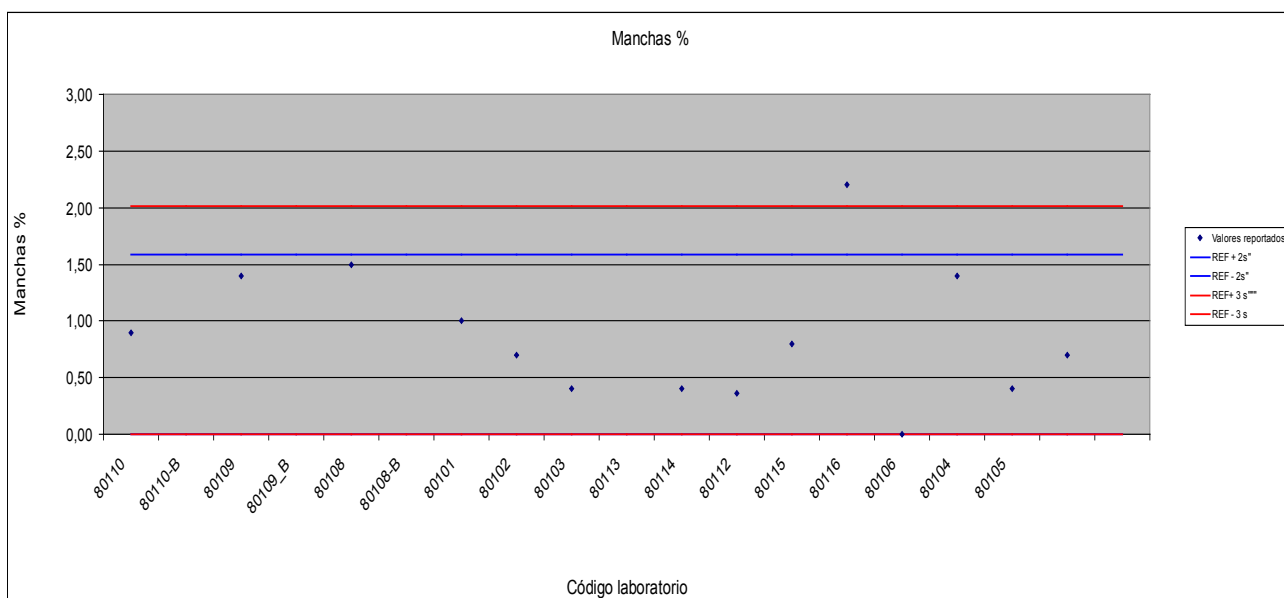


MANCHADOS: Expresados como g de granos con mancha / ámbar en 100g de muestra

Valor de referencia (mediana de los laboratorios): 0,75 (g/100g)

Desvío estándar entre laboratorios: 0,42 (g/100 g)

LABORATORIO	MANCHADOS (g/100g)	ERROR (g/100 g)	Zscore
80110	0,90	0,15	0,36
80110-B			
80109	1,40	0,65	1,55
80109 B			
80108	1,50	0,75	1,79
80108-B			
80101	1,00	0,25	0,60
80102	0,70	-0,05	-0,12
80103	0,40	-0,35	-0,83
80113			
80114	0,40	-0,35	-0,83
80112	0,36	-0,39	-0,93
80115	0,80	0,05	0,12
80116	2,20	1,45	3,45
80106	0,00	-0,75	-1,79
80104	1,40	0,65	1,55
80105	0,40	-0,35	-0,83
LATU	0,70	-0,05	-0,12

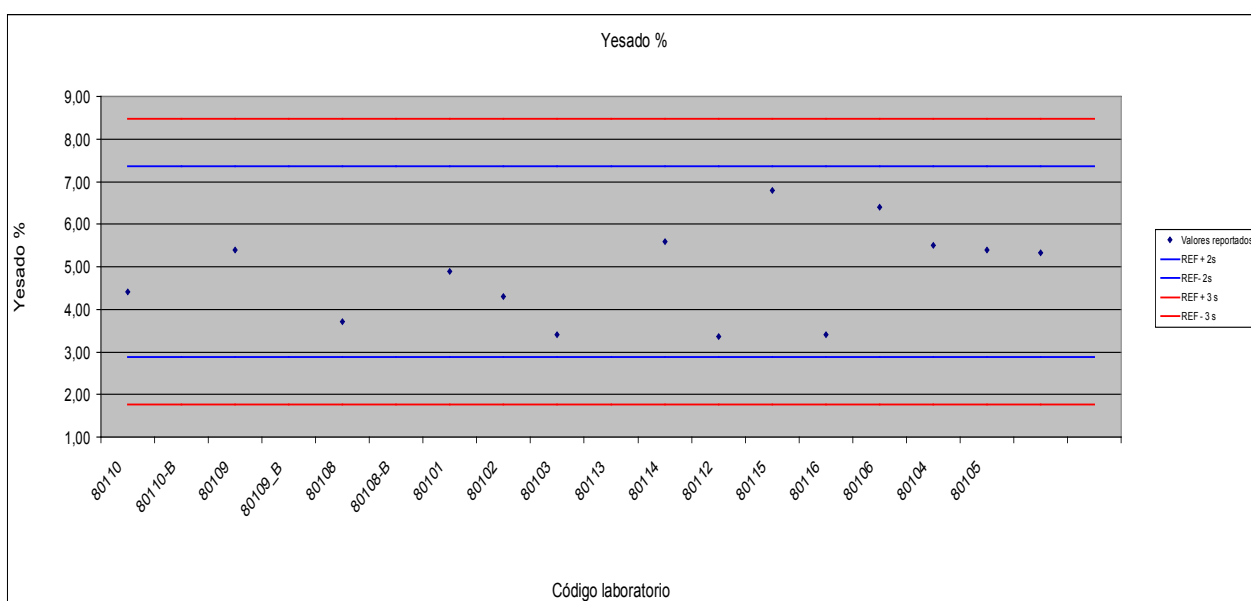


YESADOS: Expresados como g de granos yesados en 100g de muestra

Valor de referencia (mediana de los laboratorios): 5,1 (g/100g)

Desvío estándar entre laboratorios: 1,0 (g/100g)

LABORATORIO	YESADOS (g/100g)	ERROR (g/100g)	Zscore
80110	4,40	-0,72	-0,64
80110-B			
80109	5,40	0,28	0,25
80109 B			
80108	3,70	-1,42	-1,27
80108-B			
80101	4,90	-0,22	-0,20
80102	4,30	-0,82	-0,73
80103	3,40	-1,72	-1,54
80113			
80114	5,60	0,48	0,43
80112	3,36	-1,76	-1,57
80115	6,80	1,68	1,50
80116	3,40	-1,72	-1,54
80106	6,40	1,28	1,14
80104	5,50	0,38	0,34
80105	5,40	0,28	0,25
LATU	5,33	0,21	0,19



CONCLUSIONES

Los resultados de este primer interlaboratorio en ensayos de calidad de grano de arroz, muestran por primera vez en que punto se encuentra nuestro país en cuanto a criterios analíticos se refiere.

Consideramos como bueno el resultado obtenido en humedad, (la diferencia aceptada entre dos valores obtenidos por el mismo analista en su laboratorio sobre idéntica muestra es según el método AACCC 44-15 A de 0,2 g/100 g.)

Por más que estadísticamente puedan ser aceptados muchos valores, es necesario trabajar para disminuir las desviaciones estándar en quebrados, yeso y mancha, esta alta desviación puede explicar también, valores de Z score que aparecen como aceptables.

Se realizó en las instalaciones del Centro del Conocimiento del LATU, luego de la devolución de los resultados del interlaboratorio, un taller de calibración de criterios, al que asistieron analistas, técnicos y encargados de calidad, de las empresas e instituciones participantes del interlaboratorio, al que se sumaron analistas y técnicos del INASE (Instituto Nacional de Semillas), y Arrozur S.A. a los cuales les damos la bienvenida.

En este taller se vieron pautas de trabajo que nos ayudan en la actividades de unificación de criterios. Se pudo bajar la desviación estándar de mancha ($s = 0,28$ g/100g) pero no en esta instancia la de yesados ($s = 0,95$ g/100g).

Seguiremos con un nuevo interlaboratorio en el mes de noviembre y la idea es establecer una frecuencia de dos por año, así como ir agregando nuevos ítems de ensayo.

Estamos comenzando a andar un camino nuevo, en el que se está trabajando con gran entusiasmo, con gran disposición al intercambio de ideas, a aprender uno de los otros y con conciencia de que estas actividades contribuyen a un mejor conocimiento de nuestros procesos analíticos, del impacto que nuestros resultados tienen, y una muestra del interés que cada empresa e institución tienen en ofrecer una mejor calidad de servicio a sus clientes.

Agradecimientos :

Al Ing. Carlos Battello, de ACA, por invitarnos a compartir esta experiencia de todos a través de la revista Arroz.

A la Q.F. Gabriela Suburú, jefe del Departamento de Cereales, Oleaginosos y P. derivados del LATU, por sus valiosas sugerencias.

A Giancarla Tresso, estudiante de la carrera de Tecnólogo Químico, pasante del Departamento de Cereales que colaboró con todo su entusiasmo en preparación de la muestra de interlaboratorio, análisis de muestras y preparación del taller de calibración.

Al Departamento de Metrología Química del LATU, en la figura de la Ing. Quím. Claudia Santo, por el tratamiento estadístico de los datos del interlaboratorio y su participación en la devolución de resultados.

A Glencore S.A. que suministró el arroz para la preparación de la muestra de interlaboratorio.