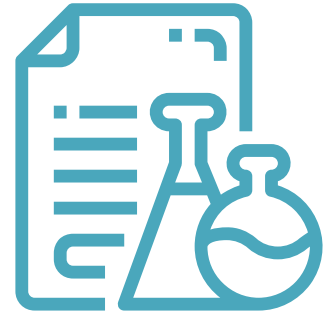


## INVESTIGACIÓN



# Buenas prácticas en la determinación de humedad de arroz por método gravimétrico

G. Tresso  
D. Córdova  
N. Martínez  
G. Suburú

Departamento de Cereales,  
Oleaginosos y Productos  
derivados - LATU

L. Flores  
Coordinación de  
Calidad - LATU

J. Vázquez  
Departamento de  
Metrología Física-  
Procesos Térmicos - LATU

**LA DETERMINACIÓN DE HUMEDAD DE ARROZ PRESENTA GRAN IMPORTANCIA DESDE EL PUNTO DE VISTA COMERCIAL, YA QUE EL PRECIO VARÍA EN FUNCIÓN DE LA HUMEDAD DEL GRANO.**

**EN NUESTRO PAÍS SE COMERCIALIZA BAJO EL DECRETO N° 321/988 DEL MGAP (URUGUAY, 1988) EL CUAL HACE REFERENCIA AL MÉTODO AACC 44-15 A (CEREALS & GRAINS ASSOCIATION, 2000). ESTE ES UN MÉTODO GRAVIMÉTRICO, MÁS COMÚNMENTE CONOCIDO COMO “MÉTODO POR ESTUFA” Y EN DONDE EL PRINCIPIO CONSISTE EN DESHIDRATAR UNA PORCIÓN DE MUESTRA A UNA TEMPERATURA DE 130°C DURANTE 60 MINUTOS.**

No obstante, a pesar de tener un método acordado, se requiere estandarizar las condiciones de laboratorio para obtener resultados reproducibles y comparables entre los laboratorios de la cadena arrocerá.

En esta publicación podrán encontrar datos útiles sobre las variables que afectan al resultado analítico y el impacto que estas tienen en la medición.

Para obtener resultados confiables en la determinación de humedad se requiere como mínimo contar con: el método normalizado, equipos veri-

ficados/calibrados y adecuados para su propósito, personal capacitado para la tarea, evaluación de la exactitud del método e incertidumbre y control del proceso en el tiempo a través de gráficos de control internos e interlaboratorios.

## INTRODUCCIÓN

La determinación de humedad de arroz se realiza en todas las etapas de su producción, empezando por la cosecha, recibo en planta, control de procesos (por ejemplo, el secado) hasta el control previo a la salida de nuestro país.

Esta determinación presenta una gran importancia desde el punto de vista comercial, ya que el precio varía en función de la humedad del grano y es determinante en:

- El recibo en planta para liquidar la mercadería al productor
- El almacenamiento, de forma de asegurar la calidad del producto

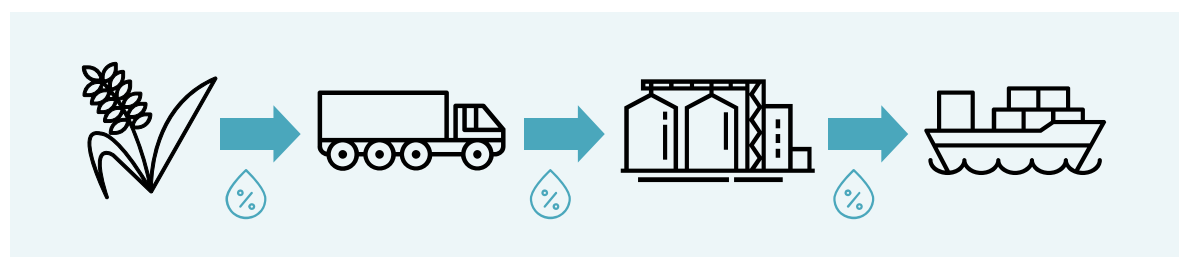


Figura 1 ▶  
Ilustración del proceso comercial

- Los procesos de elaboración, como forma de establecer control sobre ellos y el cumplimiento de especificaciones
- El proceso de exportación del grano, como forma de verificar el cumplimiento de especificaciones exigidas por el cliente

Como se mencionó anteriormente, el método utilizado en Uruguay para determinar el contenido de humedad de arroz es el AACC 44-15 (Cereals & Grains Association, 2000) que es el referenciado en el Decreto N° 321/988 del MGAP (Uruguay, 1988).

### ¿Cuáles son los parámetros que podemos controlar para obtener resultados confiables?

Los requisitos y parámetros para controlar para obtener resultados confiables se encuentran internacionalmente acordados y descritos en la ISO/IEC 17025 (International Organization for Standardization, 2017), lo que asegura sistemas de mediciones consistentes entre los laboratorios a nivel mundial.

Entre ellos se destacan los siguientes:



◀ **Figura 2**  
Esquema de parámetros a controlar para obtener resultados confiables.

## 1. MÉTODO NORMALIZADO

La descripción de la técnica de ensayo se encuentra documentada en la Norma Internacional Method 44-15 A (Cereals & Grains Association, 2000).

## 2. REPRESENTATIVIDAD DE MUESTRA

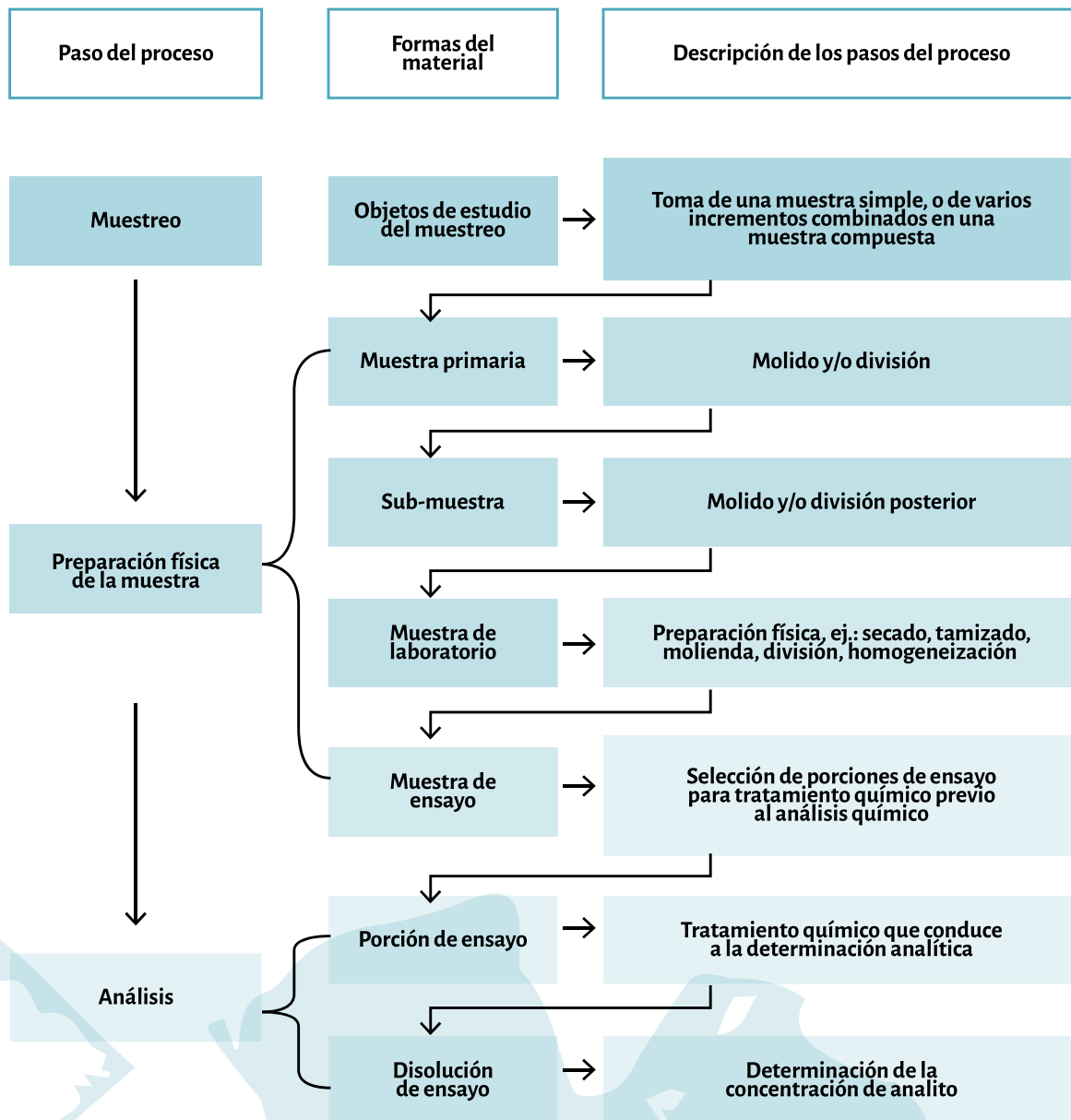
Al momento de realizar una medición analítica, una etapa crítica es asegurar la representatividad de la muestra de ensayo. Una muestra es representativa del lote cuando los análisis de calidad brindan resultados equivalentes a la calidad del lote del cual ha sido tomada.

La extracción de muestras representativas en las operaciones de recibo de arroz o en cualquiera de las etapas de comercialización presenta particular importancia, por cuanto los resultados de los análisis de calidad y la posterior liquidación del lote entregado dependen necesariamente de la forma en que las muestras sean obtenidas.

Independientemente del cuidado que se tenga al efectuar el análisis de la muestra, este no reflejará la calidad del lote entregado si la muestra no ha sido extraída en la forma apropiada. Por ello se aplican las especificaciones y/o procedimientos de muestreo de forma de obtener una muestra de laboratorio representativa del lote en cuestión. Para la determinación de humedad se debe homogeneizar y dividir la muestra de laboratorio de forma tal de obtener una porción representativa y adecuada para el ensayo.

Finalmente se procede a la operación de molienda para reducir el tamaño de partícula y su posterior análisis.

**Figura 3 ▶**  
 Diagrama genérico de un proceso de medición típico (Ramsey, et al., 2021, pp.5).



#### 4. CONFIRMACIÓN METROLÓGICA DEL EQUIPAMIENTO

Otro aspecto fundamental al momento de lograr mediciones confiables y comparables entre diferentes laboratorios es contar con equipamiento e instrumentos calificados/calibrados/verificados periódicamente de manera que demuestre que estos puedan ser utilizados para su fin previsto. Para ello los principales controles a realizar son:

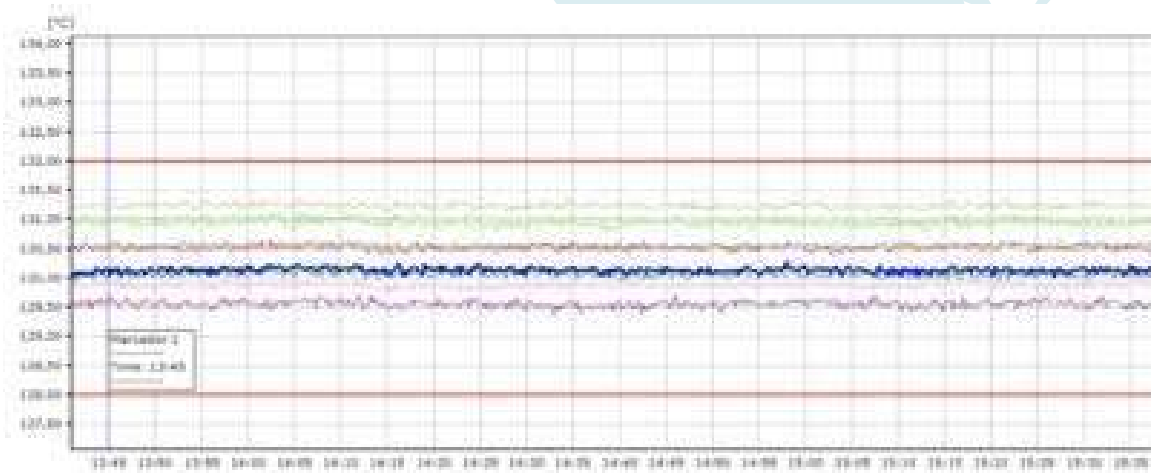
**Balanza:** disponer de balanza analítica con calibración vigente y con verificación de sensibilidad antes del ensayo.

**Estufa:** disponer de una estufa con calificación de desempeño que asegure el cumplimiento de los requisitos técnicos del método AACC 44-15A:

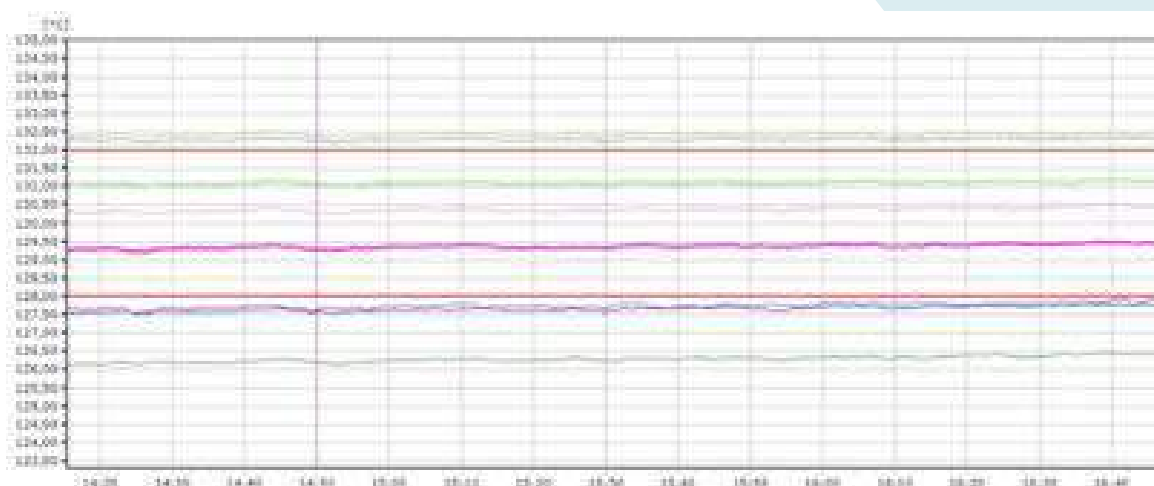
Es necesario calificar los equipos térmicos para conocer cómo es el comportamiento de la distribución de temperatura.

El display del equipo puede indicar un valor, ejemplo 130 °C, eso no quiere decir que la temperatura dentro del equipo sea ese valor o que la distribución sea homogénea. Por eso debemos estudiar que la distribución de la temperatura dentro de la estufa sea la deseada en todo su interior. Se recomienda realizar una calificación de desempeño en condiciones habituales de uso: con carga, temperaturas de uso, convección forzada (ventilador), registro del aire y posición de las bandejas.

A continuación, considerando el criterio 130 °C ± 2 °C adjuntamos dos ejemplos distintos donde sí se cumple el criterio de aceptación (figura 4) y donde no (figura 5).



◀ **Figura 4**  
Cumple criterio 130 °C  
 $\pm 2$  °C.



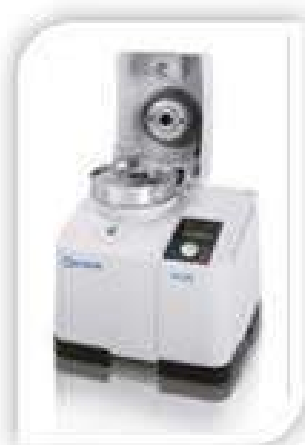
◀ **Figura 5**  
No cumple criterio 130  
°C  $\pm 2$  °C.

Por lo tanto, tener calificado nuestro equipo en las condiciones de uso del laboratorio nos permite conocer las zonas de la estufa donde se cumplen las condiciones requeridas por los ensayos.

**Molino:** moler con malla 18 o 20, según especificación del método AACC 44-15 A (Cereals & Grains Association, 2000).

Para ello es importante contar con un molino mecánico, fácil de limpiar y capaz de moler granos de arroz, sin exposición a la atmósfera y generación de calor excesivo que causen cambios apreciables en la humedad de la muestra.

También es importante verificar que en el proceso de molienda se obtenga el tamaño de partículas adecuado, haciendo pasar la muestra por un tamiz de apertura apropiada (malla 18, abertura de 1,00 mm o malla 20, abertura 0,85 mm).



#### 4. COMPETENCIAS TÉCNICAS

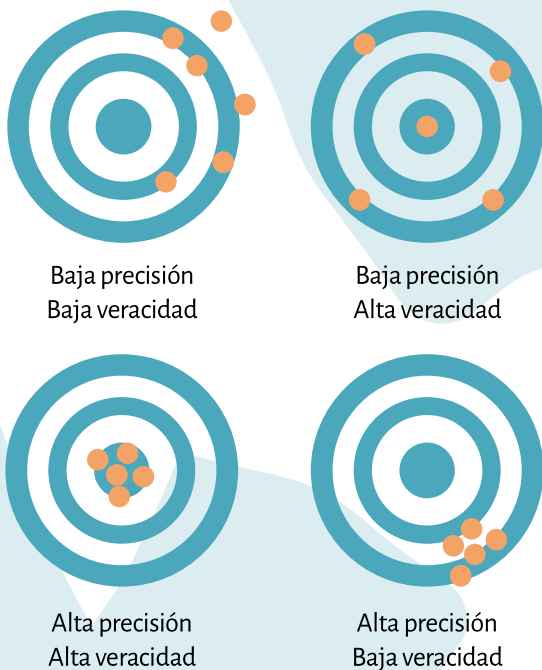
El laboratorio debe asegurarse que el personal tiene las competencias para realizar la determinación de humedad y evaluar la importancia de las desviaciones, así como también realizar el seguimiento de sus competencias. Esto se logra mediante personal con las habilidades y conocimientos requeridos, entrenado y evaluado periódicamente.

#### 2. CONFIABILIDAD DEL RESULTADO ANALÍTICO

Es necesario someter el método a estudios de manera de demostrar su confiabilidad en emitir resultados exactos y reproducibles, ya que como se mencionó anteriormente el contenido de humedad de los granos de arroz es muy relevante. Estos estudios se conocen internacionalmente como validación/confirmación del método analítico.

Un parámetro crítico para verificar es la exactitud del método determinada por una combinación de estudios de precisión y veracidad y su concordancia con los valores típicos indicados en la norma de ensayo. Este parámetro de validación indica de forma cualitativa una medida de los errores aleatorios y sistemáticos del método de ensayo específicos del laboratorio que los está realizando.

Figura 8 ▶  
Exactitud del método analítico



#### PRECISIÓN (repetibilidad y precisión intermedia)

En estos estudios se estiman los errores aleatorios propios del método de medición mediante repeticiones de muestras en diferentes condiciones de ensayo y evalúa su concordancia con los valores máximos previstos por la norma de referencia. El

método AACC Method 44-15 A (Cereals & Grains Association, 2000) establece como requisito de repetibilidad que la diferencia entre dos determinaciones realizadas en simultáneo no debe ser mayor a 0,2g/100g.

#### VERACIDAD

En estos estudios se estiman los errores sistemáticos del método de ensayo utilizando la identificación de sesgos por ensayos de muestras con valores de referencia establecidos. Estas muestras pueden ser algunas de las siguientes:

- a. Material de referencia
- b. Muestras de interlaboratorio

#### INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

Para conocer los errores asociados a la medida de medición del ensayo de humedad realizados en nuestro laboratorio es necesario estimar su incertidumbre.

Para ello, identificamos y cuantificamos todas las variables del proceso que pueden afectar a los resultados obtenidos y los errores asociados a cada uno. La estimación de la incertidumbre consiste en combinar los mismos para obtener un intervalo de confianza donde se encuentra el valor verdadero.

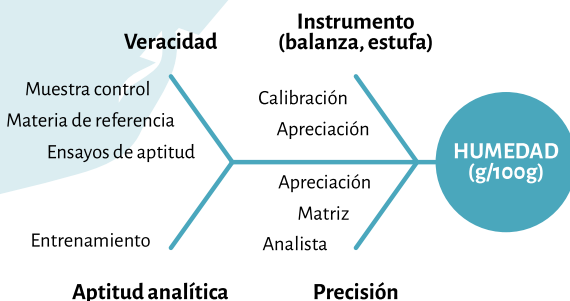


Figura 9 ▲  
Fuentes de incertidumbre

El cálculo de incertidumbre implica estudiar la forma en la que se aplica el método de ensayo, trabajando en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad y, posteriormente, evaluar si la incertidumbre obtenida es adecuada para el propósito del ensayo.

Se muestra en la figura 10 un análisis de fuentes de incertidumbre típico para este ensayo.

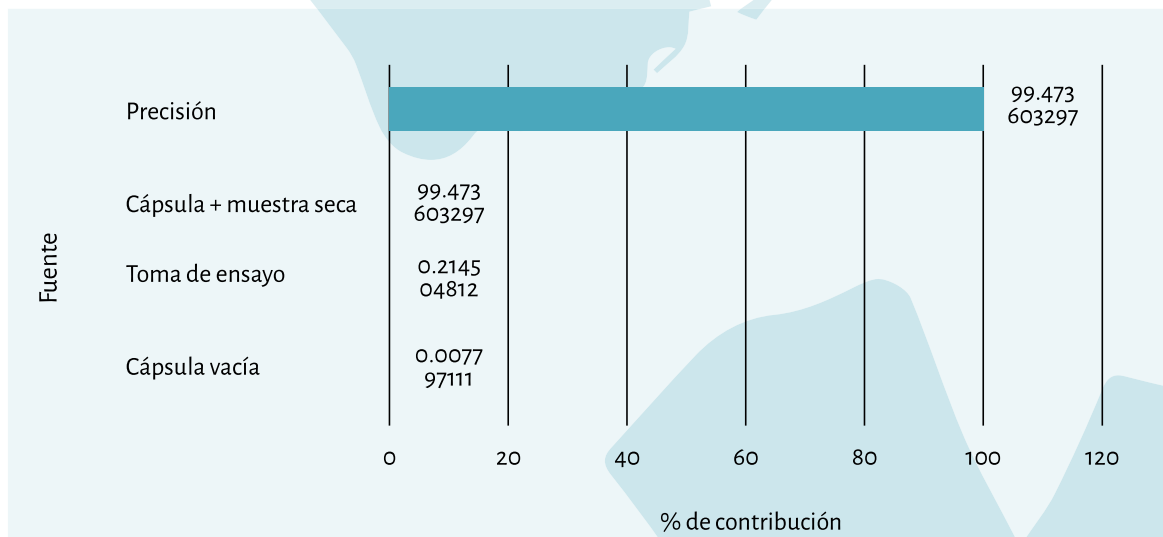


Figura 10 Contribución de fuentes de incertidumbre.

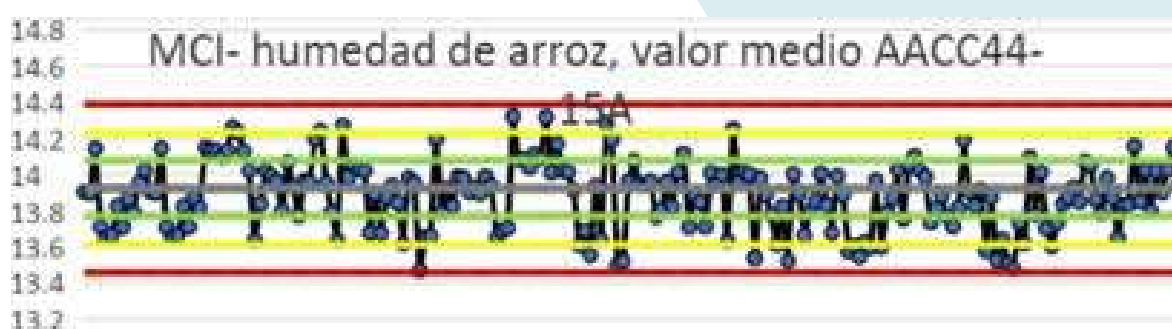


Figura 11 Comportamiento de la muestra de arroz en el tiempo.

### 5. VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN EL TIEMPO

Un proceso de medición está sometido a variaciones propias de las condiciones de funcionamiento del laboratorio. Es así como se requiere disponer de mecanismos de control para asegurarse que esas variaciones están acotadas y son de carácter aleatorio, siendo consecuencia de una variación intrínseca del proceso y no asignable a causas externas al mismo. Las herramientas utilizadas para ello son las muestras de control interno como referencia interna y los interlaboratorios como referencia externa.

Desde el año 2013 el departamento de Cereales, Oleaginosos y Productos derivados del LATU tiene implementadas muestras de control internas para su proceso de medición. Para ello realiza ensayos duplicados, utilizando como herramien-

ta estadística los gráficos de control de Shewart. La muestra de control interna se valida respecto a los ensayos de aptitud/interlaboratorios y se analiza en cada Batch de muestras de análisis de rutina por duplicado.

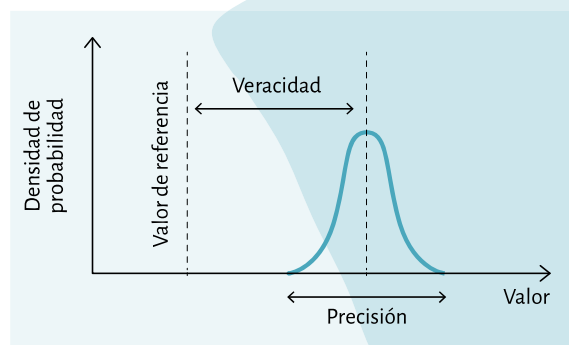


Figura 12 Modelo de exactitud del método analítico.

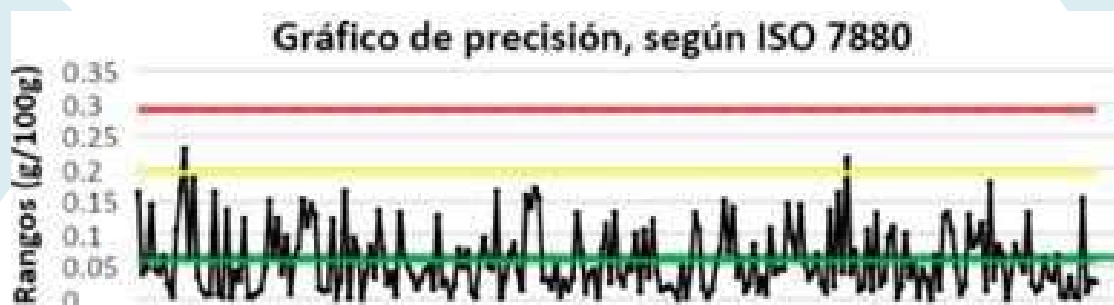


Figura 13 Comportamiento aleatorio en los ensayos de humedad de arroz.

En el año 2008 el departamento de Cereales, Oleaginosos y Productos derivados del LATU organiza la primera ronda de interlaboratorio en humedad de arroz a nivel nacional con empresas del sector arrocero.

Este proceso fue realizado con una frecuencia anual y a partir de 2011 las rondas de ensayos de aptitud/interlaboratorio pasan a ser organizadas por el departamento de Metrología Química, en cooperación del departamento de Cereales Oleaginosos y Productos derivados como respaldo técnico y responsable de la preparación de las muestras y ensayos de validación de estas.

Actualmente esta actividad se realiza con una frecuencia de tres rondas por año según el siguiente cronograma:

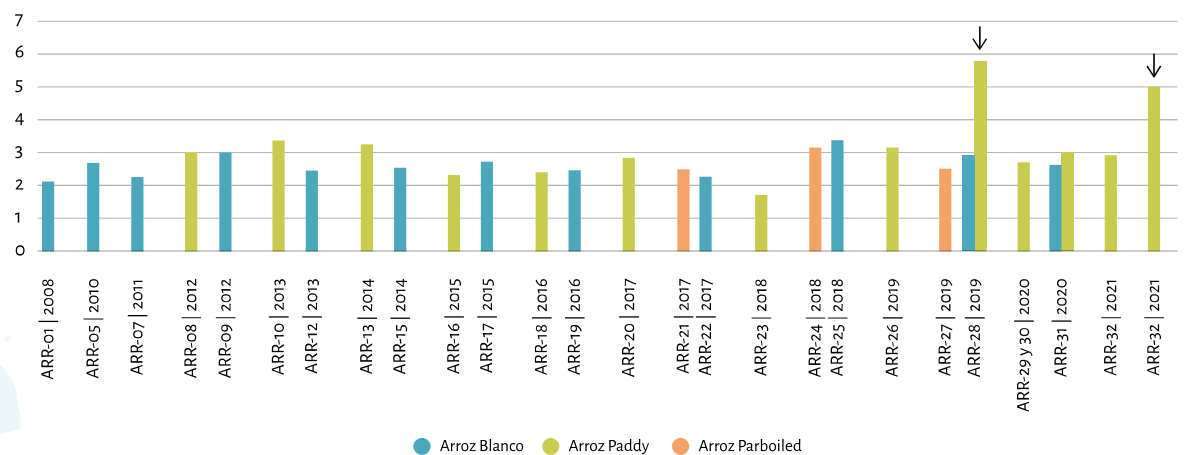
- **Marzo:** arroz Paddy
- **Mayo:** arroz Parboiled
- **Noviembre:** arroz Blanco

Participan de estas rondas de ensayo de aptitud cerca de veinte laboratorios pertenecientes a las industrias arroceras de Uruguay, ACA (Asociación de Cultivadores de Arroz), INIA (Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias), INASE (Instituto Nacional de Semillas) y el LATU, actualmente este servicio se encuentra acreditado como proveedor de ensayos de aptitud de arroz según ISO/IEC 17043 (International Organization for Standardization, 2010) por el Organismo Uruguayo de Acreditación-OUA.

Los valores de referencia para estos interlaboratorios de humedad son realizados por el departamento de Cereales, Oleaginosos y Productos derivados del LATU que se encuentra acreditado por UKAS (United Kingdom Accreditation Service) y OUA (Organismo Uruguayo de Acreditación) bajo la Norma ISO/IEC 17025:2017 (International Organization for Standardization, 2017), que es la norma internacional para los laboratorios que llevan a cabo actividades de calibración y ensayo.

A partir de las rondas de interlaboratorios se obtiene un desvío estándar relativo de 2 % a 3 % para todas las matrices (arroz paddy, parboiled y blanco), en un rango de humedades de 11 % a 27 %.

**Figura 14** ▶  
Desvío estándar relativo de las rondas de ensayo de aptitud de humedad de arroz.



### 7. ESTUDIOS DE CONFIABILIDAD DEL MÉTODO Y ANÁLISIS DE PARÁMETROS CRÍTICOS

En todo método analítico existen factores que impactan directamente en el resultado de ensayo, a los cuales identificamos como variables de influencia crítica.

Se estudiaron dos posibles variables de influencia que pudieran ser críticas y afectar el resultado de este ensayo y matriz.

#### A) Procedimiento de limpieza previo a la determinación de humedad.

Se realiza estudio durante rondas de interlaboratorios de humedad donde se envían muestras exentas de basura, a excepción de las rondas ARR 28 y ARR 31 de arroz paddy donde el participante debió realizar ese procedimiento de limpieza. Los resultados indican un desvío mayor para las rondas ARR 28 y ARR 31, demostrando de esta manera la influencia de este parámetro al momento de obtener los resultados de las mediciones. Una posible causa de que el desvío sea mayor es la no estandarización de la limpieza de las muestras previo a la determinación. Mayor detalle se muestra en la figura 14.

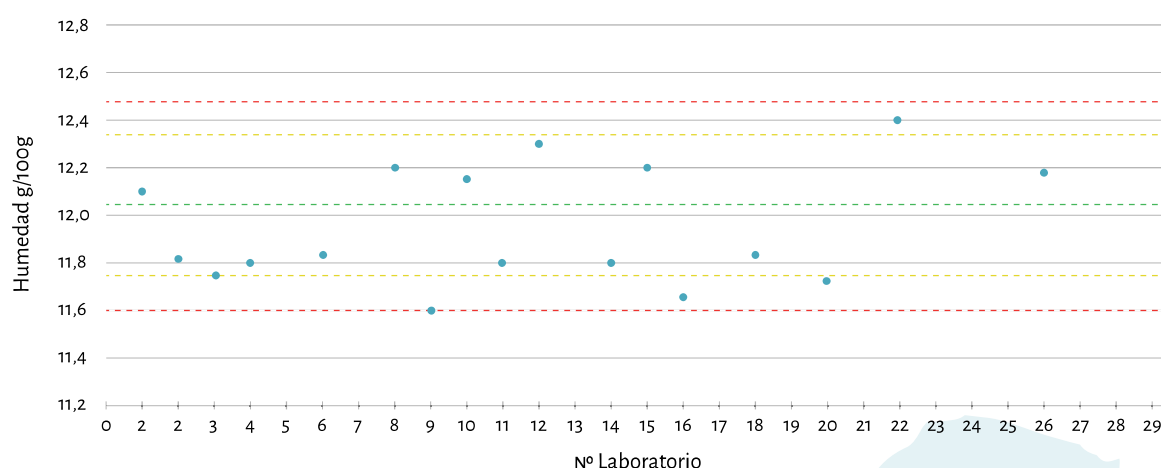
## B) Procedimiento de molienda.

Se realiza un estudio del impacto del proceso de molienda de la muestra de arroz en la ronda ARR 33 de ensayo de aptitud de humedad donde se envía una muestra de arroz molida (harina de arroz comercial). Los resultados indican un menor desvío (1,25 %) respecto al histórico de las últimas 32 rondas, demostrando de esta manera la influencia del proceso de molienda al momento de realizar la determinación de humedad.

Una posible causa de que el desvío sea menor es la no estandarización del proceso de molienda de las muestras.

Se puede concluir de ambos estudios que es necesario estandarizar y unificar los procedimientos de limpieza y molienda previa realización del ensayo, ya que afectan directamente a la calidad del resultado obtenido.

Conocer el método de ensayo y su control de funcionamiento en el laboratorio permite tener información más confiable y de mayor calidad al momento de la toma de decisiones operativas y/o comerciales. Esto minimiza los riesgos inherentes a cada decisión. ✓



◀ **Figura 15**  
Resultados de humedad en harina de arroz de la ronda ARR-33.

### REFERENCIAS

Cereals & Grains Association, 2000. *AACC approved methods of analysis*. 10a ed. St. Paul: Cereals & Grains Association. Method 44-15 A, Final approval October 30, 1975, Reapproval November 3, 1999.

International Organization for Standardization, 2017. *ISO/IEC 17025: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*. Ginebra: ISO.

International Organization for Standardization, 2010. *ISO/IEC 17043: Conformity assessment — General requirements for proficiency testing*. Ginebra: ISO.

Ramsey, M.H., Ellison, S.L.R. y Rostron, P. eds., 2021. *Eurachem/EUROLAB/ CITAC/Nordtest/AMC Guide: measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches* [En línea]. 2da. ed. [s.l.]: Eurachem. ISBN (978-0-948926-35-8). [Consulta: 12 de setiembre de 2021]. Disponible en: <http://www.eurachem.org>

Uruguay. Decreto N° 321/988, de 13 de abril de 1988. *Diario Oficial*, 01 de julio de 1988, p. 368.

### AGRADECIMIENTOS:

- Departamento de Metrología Química – LATU (proveedor de los ensayos de aptitud de granos)
- Centro de Información Técnica – LATU
- Comunicación Interna/Externa – LATU