

LACM®/División de Metrología		Página 1 de 3 páginas	
Ficha técnica DM_FT_EA_01 Métodos analíticos para materia grasa y proteína bruta en leche cruda		Versión: 31/01/2024	Última revisión: 31/01/2024
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	



Universidad Austral de Chile
 Instituto de Ciencia y Tecnología de los Alimentos
LACM®/División de Metrología

FICHA TECNICA ENSAYO DE APTITUD
Métodos analíticos para materia grasa y proteína bruta en leche cruda

Objetivos y alcance	<ul style="list-style-type: none"> - Con relación a la medición de contenido de materia grasa y proteína bruta en leche cruda, evaluar la exactitud y veracidad de los resultados del método instrumental MIR (u otra alternativa) aplicado por los laboratorios participantes, comparando sus resultados con los de referencia y aplicando criterios de estándares internacionales. - Con relación a la medición de contenido de materia grasa en leche cruda, evaluar la exactitud de los resultados de los laboratorios que aplican el método Gerber, comparando sus resultados con los de referencia y aplicando criterios de precisión derivados de estándares internacionales o de ensayos inter- laboratorios publicados. - Permitir a los laboratorios que aplican el método Kjeldahl para la determinación del contenido de proteína bruta en leche, comparar sus resultados con los valores asignados y evaluar las diferencias con base a dichos valores la conformidad con las metas de precisión establecidas en estándares internacionales. - Permitir a los laboratorios que aplican el método Röse-Gottlieb o Mojonnier para la determinación del contenido de materia grasa en leche, comparar sus resultados con los valores asignados y evaluar las diferencias con base a dichos valores y la conformidad con las metas de precisión establecidas en estándares internacionales. - Permitir a los laboratorios participantes trazar* sus resultados a los obtenidos con los métodos de referencia por un grupo de laboratorios expertos vía una cadena de comparaciones. <p>*Excepto en ensayos en que el valor asignado sea obtenido a partir del promedio robusto consensual de los resultados de los participantes (ver sección “Método de asignación de valores”)</p>
Naturaleza del material de ensayo	Muestras de leche cruda predial con diferentes niveles de grasa y proteína bruta obtenidas en la Región de los Ríos.
Métodos de ensayo aplicables	<p>MATERIA GRASA:</p> <ul style="list-style-type: none"> A) Extracción (Röse Gottlieb y Mojonnier) B) Gerber C) Método Instrumental MIR (Infrarrojo) D) Otro método instrumental indirecto que pueda satisfacer los requisitos del estándar ISO 8196-1:2009 (IDF 128-1:2009) <p>PROTEÍNA BRUTA:</p> <ul style="list-style-type: none"> A) Kjeldahl B) Método Instrumental MIR (Infrarrojo) C) Otro método instrumental indirecto que pueda satisfacer los requisitos del estándar ISO 8196-1:2009
	MATERIA GRASA:

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: EA GP LC 2401

LACM®/División de Metrología		Página 2 de 3 páginas	
Ficha técnica DM_FT_EA_01 Métodos analíticos para materia grasa y proteína bruta en leche cruda		Versión: 31/01/2024	Última revisión: 31/01/2024
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	

Mensurandos	Fracción de masa de Materia grasa en g/100 g de leche cruda , referido a la fracción de masa de sustancias determinadas por el método de extracción Röse Gottlieb o Mojonier, o por método de rutina Gerber o instrumentales, previamente calibrados y compatibles con dicho método.
	PROTEÍNA BRUTA: Fracción de masa de Proteína bruta en g (Nitrógeno total x 6,38)/100 g de leche cruda , referido a la fracción de masa de sustancias determinadas por método Kjeldahl en bloque, o por métodos instrumentales, previamente calibrados y compatibles con dicho método.
Contenido o rango de la propiedad a ensayar	Materia grasa: 2,0 a 5,0 % (g/100g) Proteína bruta: 2,0 a 4,5 % g Nx6,38/100g
Número de ítems de ensayo (niveles)	06
Número de réplicas requerido por cada muestra de laboratorio	02
Cantidad de material y su envase	50 mL en un frasco de polipropileno
Plazo límite para informar (enviar) los resultados	Desde el momento que el material es recibido por el participante, 10 días hábiles máximo para realizar el análisis e informar los resultados
Método de asignación de valores (valores de referencia) a los ítems de ensayo	<p>El método de asignación del valor al material corresponde a la alternativa descrita en la norma NCh-ISO 17043, anexo B.2, sección c), la que dice: “valores de referencia, como los determinados mediante análisis, medición o comparación del ítem de ensayo de aptitud junto con un material de referencia o patrón, trazable a un patrón nacional o internacional”. Esta alternativa también está descrita en el estándar ISO 13528:2022, subcapítulo 7.5.2 “Resultados de un laboratorio”, en el cual se señala que “el laboratorio debe ejecutar una serie de ensayos de ambos, ítems de Ensayo de Aptitud y material de referencia certificado, utilizando el mismo método de medida y bajo condiciones de repetibilidad”. El valor de referencia será obtenido, por lo tanto, por la División Analítica de LACM®, quien tiene acreditado ante INN los métodos de referencia. Cualquier sesgo con respecto al material de referencia certificado, será corregido en los valores obtenidos para los ítems de ensayo al momento de asignar el valor de referencia.</p> <p>El diseño para asignación de valor de referencia está basado además en las recomendaciones de:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Maroto A (2002). Incertidumbre en métodos analíticos de rutina. Tesis Doctoral. Departamento de Química Analítica i Orgánica, Facultad de Química, Universitat Rovira I Virgili. Tarragona. - Schiller S B (1996). Statistical aspects of the certification of chemical batch SRMs. National Institute of Standards and Technology Special Publication 260-125. July 1996. <p>En caso de presentarse alguna dificultad logística que impida aplicar esta forma de asignación de valor de referencia, se podrá asignar el valor a partir de un promedio consensual robusto, el cual se obtiene de los resultados de los participantes, previa autorización del Jefe de LACM®/División de Metrología. Se utilizará el estimador</p>

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: EA GP LC 2401

LACM®/División de Metrología		Página 3 de 3 páginas	
Ficha técnica DM_FT_EA_01 Métodos analíticos para materia grasa y proteína bruta en leche cruda		Versión: 31/01/2024	Última revisión: 31/01/2024
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	

	robusto conocido como Biweight de Tukey, con escala igual a MADn y constante de ajuste k igual a 4,685.
Prueba de homogeneidad y estabilidad	Contenido de materia grasa y proteína bruta de 2 frascos por cada nivel. El análisis de las muestras lo realizará LACM®/División Analítica, aplicando método Röse Gottlieb para materia grasa y método Kjeldahl para proteína bruta, junto con el ensayo para asignación del valor de referencia. El ensayo se realiza en tres sesiones, incorporando esta variable (sesión) en el análisis estadístico como un factor aleatorio, siendo analizados dos frascos de dos niveles en cada sesión. Para el análisis de los datos se aplica el método de descomposición de varianzas a partir de una tabla ANDEVA, siguiendo las recomendaciones del Protocolo IUPAC (“The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories”) y se estima una desviación estándar entre muestras s_{sam} única con base a los resultados de todas las muestras. Para el análisis de los datos de estabilidad se aplican las recomendaciones del estándar ISO 13528:2022, con base a resultados obtenidos por método instrumental MIR.
Evaluación de los resultados para establecer conformidad	La desviación estándar para la evaluación de la aptitud $\hat{\sigma}$ se obtiene a partir de los índices de repetibilidad y reproducibilidad de los métodos Gerber, Extracción, Kjeldahl y método MIR. Sin embargo, cuando el valor asignado sea consensual (promedio robusto de los resultados de los participantes), se podrá utilizar alternativamente como $\hat{\sigma}$, un valor obtenido por percepción, con base a la precisión de los métodos o a información histórica de la desviación estándar robusta (a partir del estimador de escala consensual Q_n (Croux y Rousseeuw, 1999 “Time-efficient algorithms for two highly robust estimators of scale”. Computational Statistics, Vol 1”). Se asigna un score z o z’ *(ISO 13528:2015, subcapítulo 9.4 y 9.5) por participante para cada nivel, para métodos Kjeldahl, Gerber, Röse-Gottlieb y MIR. El score z o z’ se interpretan de la siguiente manera: si $ z \text{ o } z' \leq 2$ el resultado del participante es satisfactorio; si $2 < z \text{ o } z' < 3$ el resultado indica un signo de advertencia sobre su performance; si $ z \text{ o } z' \geq 3$ entonces es un signo de acción para que el laboratorio mejore su performance. Para método MIR se evalúan además los 6 niveles en forma combinada con el d promedio y el sd promedio (ISO 8196-2:2009, IDF 128-2:2009) *En caso de que el valor asignado sea obtenido a partir del promedio robusto consensual de los resultados de los participantes, sólo se utilizará score z .
Forma de despacho del material	Refrigerado en doble caja de aislapol con mezcla de agua hielo.
Preservación	Bronopol 0,1%
Norma general que se aplica	NCh-ISO 17043:2011 Ensayo de aptitud acreditado bajo la norma ISO 17043:2010* por la entidad mexicana de acreditación a.c. (ema) (certificado de acreditación N° PEA-ENS-14) *Se emitió una nueva versión del estándar ISO/IEC 17043 en 2023; sin embargo, ILAC estableció un período de transición de 3 años (hasta el 31/05/2026), para que los laboratorios se acrediten con la nueva versión de la norma, durante el cual convivirán acreditaciones con la versión 2010 y 2023.
Subcontratación	Varios aspectos del programa de ensayos de aptitud se pueden eventualmente subcontratar. Cuando se realiza la subcontratación, ésta se adjudica a un subcontratista competente y LACM®/División de Metrología es responsable de este trabajo. La planificación del programa de EA, evaluación del desempeño o autorización de informe final no serán subcontratados.

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: EA GP LC 2401