

## PROYECTO SACAREF: DESARROLLO DE MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS DE SACAROSA EN AGUA.

A. Sáez Serrano <sup>(1,2)</sup>, C. Sánchez Blaya <sup>(1)</sup>, T. Fernandez Vicente <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Centro Español de Metrología C/ del Alfar, 2 28760 Tres Cantos (Madrid)

<sup>(2)</sup> Teléfono: 91 807 46 27 Correo electrónico: [asaezs@cem.es](mailto:asaezs@cem.es)

### RESUMEN:

El interés por el desarrollo de materiales de referencia certificados (MRC) de soluciones acuosas de sacarosa surge, por un lado, para dar cumplimiento a los requisitos de trazabilidad de los verificadores y reparadores de los instrumentos destinados a medir el contenido en azúcar del mosto de uva, de los mostos concentrados y mostos concentrados rectificadas, de ahora en adelante, refractómetros, tal y como se establece en el anexo XVI de la Orden ICT/155/2020, de 7 de febrero, por la que se regula el control metrológico del Estado de determinados instrumentos de medida <sup>[1]</sup>, y por otro lado, por la necesidad del sector alimentario de disponer de materiales de referencia trazables.

El desarrollo del proyecto interno SACAREF y en general, de los MRC, es uno de los objetivos prioritarios del Área de Química y Salud del Centro Español de Metrología (CEM) y le permitirá crear nuevas oportunidades comerciales cubriendo las necesidades existentes en España en las actividades de Control Metrológico del Estado de los refractómetros y dando trazabilidad en la industria alimentaria.

### 1. INTRODUCCIÓN

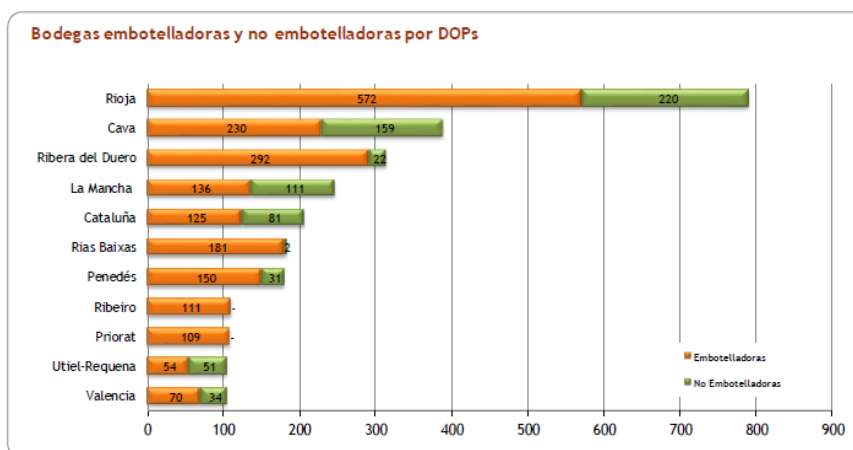
El CEM es la institución responsable de la organización metrológica en España y, como tal, entre sus funciones establecidas en el Estatuto aprobado por Real Decreto 1342/2007, de 11 de octubre, y modificado por Real Decreto 240/2019, de 5 de abril, se encuentran la ejecución de proyectos de investigación y desarrollo para la realización de nuevos patrones nacionales y materiales de referencia, y la difusión y transferencia de tecnología. El CEM participa en convocatorias de proyectos europeos (EMRP, EMPIR, EMP), nacionales e internos, permitiendo el desarrollo propio de nuevos patrones e instalaciones y acompañando a la industria en sus desarrollos y proyectos.

El Comité Consultivo para la Cantidad de Sustancia – Metrología en Química y Biología (CCQM) del Comité Internacional de Pesas y Medidas (CIPM), lidera las actividades para desarrollar un sistema para la equivalencia internacional de las medidas de compuestos químicos y biológicos. El grupo de trabajo de planificación estratégica del CCQM-SPWG, ha fijado las líneas estratégicas para la metrología química para el período 2021-2030.

Dentro del plan estratégico 2021-2023 del CEM, el desarrollo de la metrología química es una de las líneas básicas a seguir con el objetivo principal de convertir al CEM en la Referencia Nacional en el desarrollo de patrones de medida y materiales de referencia, de aplicaciones técnicas, métodos de medición y en el desarrollo de la regulación metrológica, ayudando a España a ser más competitiva y sostenible a través del conocimiento y la innovación.

Por otra parte, el Control Metrológico del Estado regula los refractómetros destinados a determinar el contenido de azúcares del mosto de uva, de los mostos concentrados y de los mostos concentrados rectificadas. Estos equipos son utilizados en bodegas y cooperativas para la determinación de azúcar en el mosto de uva durante la vendimia, ya que la retribución al agricultor depende de la cantidad de azúcares que contiene.

El número de bodegas inscritas oficialmente en España alcanzó la cifra de 4156 en la campaña 2017-2018.



**Fig. 1: Distribución de las bodegas en España en el año 2018.**

Por lo tanto, es fundamental garantizar que los refractómetros utilizados en estas bodegas para la determinación del contenido de azúcar en los mostos de uva, cumplan con los requisitos establecidos en el anexo XVI de la Orden ICT/155/2020, de 7 de febrero <sup>[1]</sup>, siendo el objetivo en este campo, poder dar trazabilidad a los verificadores y reparadores que utilizan soluciones de sacarosa en las actividades de Control Metroológico del Estado de dichos refractómetros.

En el campo de la seguridad alimentaria y nutrición, la Organización Mundial de la Salud (OMS) recomienda reducir la ingesta de azúcares libres con el fin de reducir el riesgo de enfermedades no transmisibles en adultos y niños, el control de la caries dental, el aumento del peso hasta niveles no saludables, la diabetes de tipo 2, etc. Estas recomendaciones se utilizan para establecer políticas fiscales e intervenciones en el ámbito de la salud pública basadas en evaluaciones de los niveles de ingesta de azúcares en comparación con unos valores de referencia, siendo necesario establecer una regulación enfocada a controlar la cantidad de los mismos en los alimentos procesados, así como la identificación del tipo de azúcares presentes en estos alimentos, lo que permitirá establecer estrategias para la reducción del consumo de azúcares tales como el aumento en los impuestos de aquellos alimentos que no cumplan lo reglamentado.

Por todo ello, el sector alimentario necesita disponer de materiales de referencia trazables para garantizar la trazabilidad de los resultados de medición de los azúcares en distintos sectores de la industria.

Para dar cumplimiento a todo esto, el CEM ha impulsado un proyecto interno de I+D+i denominado *Materiales de Referencia Certificados de sacarosa en agua: SACAREF* siguiendo la misma línea del proyecto *EMPIR Certified forensic alcohol reference materials 16RPT02: ALCOREF* al tener ambos metodologías similares y en el cual el CEM participó liderando un paquete de trabajo.

El proyecto SACAREF es importante para mantener la metrología en un nivel puntero en el desarrollo de materiales de referencia certificados y para ofrecer un servicio, cada vez de mejor

calidad, que haga que la industria nacional pueda competir de una manera eficiente en un mercado global y cada vez más exigente.

El objetivo principal del proyecto es el desarrollo de la metodología necesaria para la elaboración, caracterización y certificación de soluciones de sacarosa en agua, identificando los usuarios finales para cubrir sus necesidades tanto en rango como en incertidumbres; estableciendo y validando los procedimientos de preparación gravimétrica; desarrollando las técnicas de certificación y elaborando una estrategia específica para el desarrollo a largo plazo de la producción y comercialización de estos MRC de sacarosa en agua. El CEM colaborará con todas las partes interesadas con el objetivo de mantener este servicio y seguir cubriendo sus necesidades a lo largo del tiempo.

Este proyecto permitirá al CEM la producción de MRC de sacarosa en agua que estén a un alto nivel metrológico, cumpliendo los requisitos establecidos en las Guías ISO 30 <sup>[2]</sup>, 31 <sup>[3]</sup>, 33 <sup>[4]</sup> y 35 <sup>[5]</sup> relativas a los materiales de referencia y en la Norma UNE-EN ISO 17034 <sup>[6]</sup> relativa a los requisitos de los productores de materiales de referencia, incluyendo el estudio y evaluación de la homogeneidad, estabilidad en el transporte, estabilidad en el almacenamiento, así como establecer el valor trazable al Sistema Internacional de Unidades (SI) con su incertidumbre asociada.

## **2. DESCRIPCIÓN Y DESARROLLO DEL PROYECTO SACAREF**

### **2.1 Definiciones**

Entendemos como material de referencia (MR) aquel material suficientemente homogéneo y estable con respecto a propiedades especificadas, establecido como apto para su uso previsto en una medición o en un examen de propiedades cualitativas y como material de referencia certificado (MRC) aquel material de referencia acompañado por la documentación emitida por un organismo autorizado, que proporciona uno o varios valores de propiedades especificadas, con incertidumbres y trazabilidades asociadas, empleando procedimientos válidos <sup>[7]</sup>.

### **2.2 Descripción del proyecto**

Este proyecto pretende establecer el procedimiento necesario para la preparación, caracterización y certificación de soluciones de sacarosa en agua que satisfaga tanto las necesidades de los verificadores y reparadores de los instrumentos destinados a medir el contenido en azúcar del mosto de uva, de los mostos concentrados y de los mostos concentrados rectificadas como las necesidades derivadas de la industria alimentaria para la calibración de instrumentos de medida de la cantidad de sacarosa presente en determinados alimentos.

El desarrollo de estos MRC permitirá asegurar la trazabilidad de las medidas de sacarosa tanto en el ámbito del control metrológico del Estado como en la industria alimentaria, permitiendo la calibración de refractómetros de referencia.

### **2.3. Desarrollo del proyecto**

Las actividades que se van a seguir para el desarrollo del proyecto SACAREF se definen de manera general a continuación:

### 2.3.1 Recopilación y estudio de la información

En primer lugar se recopilará toda la información que sea de utilidad para el desarrollo de este proyecto mediante el estudio de las las Guías ISO 30 [2], 31 [3], 33 [4] y 35 [5] así como de la Norma UNE-EN ISO 17034 [6]. Además se estudiarán los métodos para el análisis de azúcares publicados por la Comisión Internacional para Métodos Uniformes de Análisis de Azúcar, ICUMSA [8], así como las recomendaciones de la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML) en el uso de refractómetros [9] y polarímetros y los métodos publicados por la Organización Internacional de la Viña y el Vino, OIV [10].

Por otro lado, se realizará un estudio de la legislación vigente, tanto nacional como de la Unión Europea [11][12] en cuanto a la utilización de azúcares en el campo de la seguridad alimentaria y nutrición, recopilándose toda la información sobre posibles estabilizantes para soluciones de sacarosa en agua.

### 2.3.2 Establecimiento de los requisitos previos para la producción de materiales de referencia de soluciones de sacarosa en agua

En esta actividad se identificarán las concentraciones y los volúmenes que necesitan los usuarios finales, así como el principio de preparación de estos materiales y la evaluación de la pureza.

Para ello se contactará con los diferentes usuarios finales de estos materiales de referencia con el objetivo de definir los volúmenes, concentraciones e incertidumbres máximas requeridas por ellos.

La preparación de las soluciones de sacarosa en agua se realizará siguiendo dos metodologías diferentes, dependiendo del volumen final que necesite el usuario:

- a) Preparación gravimétrica de un gran lote seguido del embotellado de la solución en unidades más pequeñas;
- b) Preparación gravimétrica en el volumen final establecido.

En ambos métodos la certificación de la concentración de sacarosa se realizará para cada botella individual.

Se definirá también el procedimiento de limpieza y secado tanto de las botellas como del resto de material utilizado durante todo el proceso de preparación de las soluciones de sacarosa en agua.

### 2.3.3 Desarrollo de las capacidades de producción de soluciones de sacarosa en agua

El objetivo de esta actividad es establecer los procedimientos de preparación gravimétrica reproducible de soluciones de sacarosa en agua.

También se establecerán y desarrollarán los métodos de estabilización y conservación de las soluciones de sacarosa en agua con la finalidad de evitar, por una parte la inversión de la sacarosa debido a su actividad óptica y por otra, la aparición de posibles hongos debido a la manipulación de las soluciones, implementando procedimientos metrológicamente sólidos de pesaje, mezclado, adición de conservantes y estabilizantes y embotellado.

### 2.3.4 Métodos analíticos para la cuantificación de las soluciones de sacarosa en agua

Se procederá a la validación de los métodos analíticos necesarios para la cuantificación exacta de sacarosa en agua cubriendo los rangos establecidos e implementando los procedimientos operativos de los métodos validados.

### 2.3.5 Evaluación de la homogeneidad y estabilidad

Se elaborará el procedimiento de estudio de la homogeneidad y estabilidad de las soluciones de sacarosa en agua.

La metodología a seguir consistirá en la preparación de un número suficiente de botellas, tanto translúcidas como opacas, para la realización de los estudios de homogeneidad y estabilidad, obteniendo información sobre las mejores condiciones para el almacenamiento de las mismas tanto a corto como a largo plazo.

Para los ensayos de homogeneidad, se realizarán diversas mediciones del contenido en azúcar dentro de la misma unidad como mediciones entre diferentes unidades de la misma concentración, con el fin de demostrar tanto la homogeneidad dentro de una misma unidad como la equivalencia entre botellas, independientemente del procedimiento de preparación que se haya utilizado, según lo requerido en la Norma UNE-EN ISO 17034 <sup>[6]</sup> y la Guía ISO 35 <sup>[5]</sup>.

Los ensayos de estabilidad a corto plazo (en el transporte) consistirán en la realización de mediciones del contenido de azúcar y del pH de la solución preparada en períodos cortos de tiempo desde la fecha de elaboración de la misma, con el objetivo de conocer las condiciones idóneas de transporte para los MRC de soluciones de sacarosa en agua.

Los ensayos de estabilidad a largo plazo (en el almacenamiento) consistirán en la realización de mediciones del contenido en azúcar y del pH de la solución preparada en períodos de tiempo más largos desde la fecha de elaboración de la solución, con el objetivo de conocer el efecto del tiempo sobre el material de referencia preparado en condiciones de almacenamiento a temperatura ambiente, en condiciones de frío y en condiciones de calor. Este estudio permitirá establecer la vida útil de MRC de soluciones de sacarosa en agua, para garantizar que los valores certificados sean válidos dentro de la incertidumbre establecida. Se estimarán las componentes que contribuyen a la incertidumbre para la homogeneidad y estabilidad de acuerdo a la GUM <sup>[13]</sup>.

### 2.3.6 Definición del procedimiento operativo para la certificación de los materiales de referencia de sacarosa en agua

El objetivo de esta tarea es definir y redactar el procedimiento para la cuantificación de sacarosa en agua para los materiales de referencia, así como, desarrollar los certificados que se van a emitir junto con estos MRC de soluciones de sacarosa en agua.

Se elaborará el modelo de certificado para los materiales de referencia de soluciones de sacarosa en agua, que incluya tanto el valor certificado, como su incertidumbre asociada, las instrucciones de uso, las condiciones de almacenamiento y toda la información requerida de acuerdo a la Norma UNE-EN ISO 17034 <sup>[6]</sup>.

También se desarrollarán los procedimientos adecuados de embalaje, etiquetado y distribución de los MRC de soluciones acuosas de sacarosa.

Los procedimientos técnicos para la preparación de MRC de soluciones de sacarosa en agua se integrarán en el sistema de calidad del CEM.

### 2.3.7 Diseminación

Es objetivo del CEM garantizar la difusión del conocimiento generado dentro del proyecto, difundiendo los resultados obtenidos y la metodología desarrollada a la comunidad investigadora y a la industria, mediante la realización de presentaciones en congresos, jornadas divulgativas, etc.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La experiencia a lo largo de los años en la preparación de soluciones acuosas de sacarosa almacenadas en botellas translúcidas a temperatura ambiente de 20 °C para dar cumplimiento al Control Metrológico del Estado de los refractómetros, nos lleva a unos resultados de no homogeneidad de las soluciones debido a la aparición en las mismas de una especie de “velo” de color marrón el cual es objeto de estudio en este proyecto, entre otras cuestiones.

Actualmente se están llevando a cabo los estudios de homogeneidad y estabilidad a corto y largo plazo, en botellas translúcidas y opacas, en condiciones de temperatura diferentes (temperatura ambiente (20 °C), en frío (5 °C) y en calor (40 °C)), y los estudios de estabilidad y homogeneidad de soluciones preparadas con diferentes estabilizantes en botellas translúcidas y opacas conservadas a temperatura ambiente de 20 °C.

### 4. CONCLUSIONES

Este proyecto permitirá a España posicionarse a la vanguardia de la metrología química y participar en proyectos internacionales de investigación y desarrollo en este campo. Este hecho, por un lado, le dará al Área de Química y Salud del CEM una gran visibilidad internacional y por otro permitirá acceder al desarrollo de otros MRC necesarios en la actualidad.

El aumento en las capacidades de elaboración de MRC que se obtendrán con este proyecto permitirá tanto a los organismos de verificación y reparadores de los refractómetros, como a las industrias españolas, mejorar sus exactitudes y disminuir sus incertidumbres de medida mediante la adquisición en España de estos MRC, actualmente no disponibles o que deben adquirirse de otros Institutos Nacionales de Metrología. Además, se ampliaría la infraestructura para el desarrollo de MRC que necesitan trazabilidad al SI al más alto nivel permitiendo obtener nuevos MRC y generando un gran impacto económico.

Respecto al impacto medioambiental, el proyecto no tiene incidencia negativa alguna en el medio ambiente, ya que no genera ningún tipo de residuos contaminantes. El Centro Español de Metrología, consciente de su importancia en la sociedad actual, está comprometido con una política de respeto al medio ambiente y prevención de la contaminación, siguiendo para ello la Norma UNE-EN ISO 14001<sup>[14]</sup>.

Por su parte, el CEM adquirirá una gran experiencia en el campo de la certificación de materiales de referencia que le permitirá una transmisión del conocimiento adquirido a sectores nacionales relacionados con la alimentación y nutrición y ayudando así a la industria nacional.

### 5. REFERENCIAS

<sup>[1]</sup> Orden ICT/155/2020, de 7 de febrero, por la que se regula el control metrológico del Estado de determinados instrumentos de medida.

<sup>[2]</sup> ISO Guide 30:2015 Reference materials — Selected terms and definitions.

<sup>[3]</sup> ISO Guide 31:2015 Reference materials — Contents of certificates, labels and accompanying documentation.

[4] ISO Guide 33:2015 Reference materials — Good practice in using reference materials.

[5] ISO Guide 35:2017 Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.

[6] UNE-EN ISO 17034:2017 Requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia.

[7] Vocabulario Internacional de Medida (VIM) 3ª Ed.2012.

[8] International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) ([www.icumsa.org](http://www.icumsa.org)).

[9] OIML R124: Refractometers for the measurement of the sugar content of grape must ([www.oiml.org](http://www.oiml.org)).

[10] Organización Internacional del Vino (OIV) ([www.oiv.org](http://www.oiv.org)).

[11] [www.boe.es](http://www.boe.es)

[12] <https://eur-lex.europa.eu>

[13] Evaluación de datos de medición. Guía para la Expresión de la Incertidumbre de Medida (GUM). 3ª Edición (2009).

[14] UNE-EN ISO 14001:2015 Sistemas de gestión ambiental. Requisitos con orientación para su uso. (ISO 14001:2015).