

Instituto Nacional de Tecnología Industrial

Parque Tecnológico Miguelete
Avenida Gral. Paz 5445
Casilla de Correo 157
B1650WAB San Martín, Buenos Aires
Teléfono (54.11) 4724 6200 / 300 / 400
interno: 6323
www.inti.gov.ar
interlab@inti.gov.ar



INFORME FINAL
ENSAYO INTERLABORATORIO
“Determinación de Parámetros de Calidad
en Harinas de trigo”

Diciembre 2005

Lista de Participantes

ALEA y Cía. S.A.

Ruta 88 km 121
Quequén, Buenos Aires

Cámara Arbitral de la Bolsa de Cereales

Bouchard 454 10º piso
Buenos Aires
Argentina

Compañía de Alimentos Fargo S.A.

Diagonal 62 n° 1766
Villa Maipú, San Martín, Buenos Aires

INTA

C.C. 21
Marcos Juárez, Córdoba

Molinos CABODI Hnos.

Hipólito Yrigoyen 445
Rojas, Buenos Aires

Molinos Canepa Hnos.

C. Pellegrini 394
Chivilcoy, Buenos Aires

Molino Chacabuco S.A.

Av. Alsina 134
Chacabuco, Buenos Aires

Molinos Río de la Plata S.A.

Uruguay 4075
Victoria, Buenos Aires

SACI Francisco Cores Ltda.

Calle 17 N° 124
Mercedes, Buenos Aires

SENASA – Coordinación General del Laboratorio Vegetal

Ing. Huergo 1001
Ciudad de Buenos Aires

1. INTRODUCCION

Debido a las exigencias del mercado se requiere cada vez con más frecuencia que los laboratorios puedan mostrar una evaluación de la calidad de sus servicios.

Uno de los requerimientos de los sistemas de calidad es la demostración de la competencia técnica mediante la participación en ensayos interlaboratorio, ya que esto permite controlar sus resultados y evaluar los métodos de ensayo.

En este contexto hemos querido ofrecer un ejercicio de intercomparación para el análisis de parámetros relevantes que determinan la calidad en harinas de trigo.

Los profesionales que participaron en la organización y evaluación de este ensayo son:

Lic. Graciela Freile (INTI – Cereales y Oleaginosas)

Lic. Ramiro Blasco (INTI – Cereales y Oleaginosas)

Dra. Celia Puglisi (INTI - Programa de Metrología Química)

Lic. Liliana Castro (INTI - Programa de Metrología Química)

Tco. Mariano Tilve (INTI - Programa de Metrología Química)

2. MUESTRAS ENVIADAS

2.1. Preparación de la muestra

Las muestras provienen de una harina comercial. El lote se homogeneizó en amasadora de 50 kg de capacidad.

Se envasó en una doble bolsa de polietileno, luego en papel de aluminio y en una caja de telgopor sellada con cinta de embalaje. Finalmente se envasó en una caja de cartón sellada de igual forma.

Las bolsas fueron rotuladas y asignadas al azar a cada participante, respetando la cantidad de muestra solicitada de acuerdo a la cantidad de ensayos que cada uno realizaría. Se guardó 1 muestra envasada para realizar los ensayos de homogeneidad.

2.2. Homogeneidad

La homogeneidad fue determinada en dos instancias. En primer lugar se determinó la homogeneidad del lote de harina, previamente a realizar su envasado. Luego de envasadas las muestras se tomaron bolsas al azar, de manera de incluir los diferentes tamaños enviados.

En todos los casos, los valores obtenidos fueron satisfactorios de acuerdo con las variaciones asociadas a la repetibilidad.

En la siguiente tabla se muestran los valores obtenidos por el laboratorio de INTI en el análisis de la homogeneidad de la muestra.

		N° de ensayos	Valor medio obtenido
Parámetros generales	Humedad (g/100 g)	28	12,99
	Cenizas (g/100 g BS)	31	0,60
	Gluten húmedo (g/100 g B13,5%)	29	26,62
	Gluten seco (g/100 g B13,5%)	29	9,97
	Falling number (seg)	20	462,5
	Gluten index	6	99
	Test de Zeleny (ml)	12	33,9
Alveograma	Tenacidad (P) (mm H₂O)	5	107,6
	Hinchamiento (G)	5	18,6
	Longitud (L) (mm)	5	69,8
	Relación P/G	5	5,8
	Relación P/L	5	1,54
	Trabajo de deformación (W x 10⁻⁴ Joules)	5	275

		N° de ensayos	Valor medio obtenido
Extensograma	Tiempo 45 min		
	Energía (cm ²)	3	98
	Resistencia (UE)	3	457
	Extensibilidad (mm)	3	134
	Relacion R/E	3	3,4
	Tiempo 90 min		
	Energía (cm ²)	3	109
	Resistencia (UE)	3	517
	Extensibilidad (mm)	3	131
	Relacion R/E	3	3,9
	Tiempo 135 min		
	Energía (cm ²)	3	116
	Resistencia (UE)	3	580
Extensibilidad (mm)	3	132	
Relacion R/E	3	4,4	

3. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES

Los datos enviados por los participantes pueden verse en las Tablas 1 a 3, del anexo 1. En el caso del gluten index algunos participantes expresaron sus resultados como relación, otros como porcentaje y un laboratorio como 100-GI. Con el fin de analizar los resultados se convirtieron todos los resultados a la misma forma de expresión. En los gráficos 1 al 18 se puede observar la desviación de todos los resultados respecto del valor medio interlaboratorio para cada parámetro. Se indica además, en los gráficos, la desviación estándar interlaboratorio obtenida aplicando el procedimiento estadístico descrito en el punto 4.

4. TRATAMIENTO ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS

En la primera etapa de la evaluación se procedió al examen de los datos, descartándose aquellos en los que las diferencias entre duplicados excedieran los valores especificados en las normas (ref. 7).

Los criterios considerados pueden observarse en la siguiente tabla:

Parámetros generales	Contenido de humedad	Diferencia entre duplicados < 0,15 g/100 g
	Contenido de Cenizas	Diferencia entre duplicados < 3% del menor valor
	Gluten Húmedo	Diferencia entre duplicados < 2% del menor valor
	Gluten seco	Diferencia entre duplicados < 3% del menor valor
	Falling Number	Diferencia entre duplicados < 5% del promedio
Farinograma	Absorción de Agua	Diferencia entre duplicados < 2,5 ml/100 g
	Tiempo de desarrollo	Diferencia entre duplicados < 25% del promedio
	Estabilidad	Diferencia entre duplicados < 20 % del promedio
	Aflojamiento	Diferencia entre duplicados < 20 unidades

En la etapa siguiente se procedió al análisis estadístico. Para ello se tuvieron en cuenta los laboratorios que enviaron un número de replicados igual a dos.

En primer lugar se separaron los datos que se consideraron obviamente inconsistentes.

A los datos restantes se los sometió a las pruebas de Cochran y Grubbs, que se describen en el anexo 3, para descartar datos estadísticamente anómalos.

La secuencia de operaciones realizadas se describe en el diagrama que figura en el anexo 2.

Este procedimiento permitió seleccionar los datos estadísticamente aceptables, a partir de los cuales se calculó el valor medio y la desviación estándar interlaboratorio para cada uno de los analitos.

El resumen de estos resultados se encuentra en la siguiente tabla:

		Valor medio interlab.	Desviación estándar interlab. (s_L)	Desviación estándar interlab. relativa porcentual (s_L relativa %)
Parámetros generales	Humedad (g/100 g)	13,02	0,30	2,3 %
	Cenizas (g/100 g BS)	0,660	0,028	4,2 %
	Gluten húmedo (g/100 g B14%)	26,92	0,69	2,6 %
	Gluten seco (g/100 g B14%)	9,54	0,19	2 %
	Gluten index	0,976	0,020	2,1%
	Falling number (seg)	478	26	5,4 %
Alveograma	Tenacidad (P) (mm H₂O)	114,6	6,1	5,3 %
	Hinchamiento (G)	19,37	1,22	6,3 %
	Longitud (L) (mm)	76,1	9,7	12,7 %
	Relación P/G	6,07	0,31	5,1 %
	Relación P/L	1,55	0,23	15 %
	Trabajo de deformación (W x 10⁻⁴ Joules)	323	31	9,6 %
	le (%)	58,7	2,2	3,8 %
	W (40) (W x 10⁻⁴ Joules)	198,5	9,5	4,8 %
Farinograma	Absorción de agua (ml / 100g B14%)	61,5	1,1	2 %
	Tiempo de desarrollo (min)	10,46	1,60	15,3 %
	Estabilidad (min)	19,4	6,1	31,5 %
	Aflojamiento (UF)	23,6	11,7	49,6 %

El Test de Zeleny y los parámetros correspondientes al extensograma no pudieron ser evaluados estadísticamente debido a que no se contó con un número suficiente de datos.

Los laboratorios que midieron dichos parámetros pueden comparar sus resultados con los datos obtenidos por el laboratorio de INTI en los ensayos de homogeneidad.

Los resultados del análisis estadístico pueden observarse en las Tablas 4, 5 y 6. En las Tablas 7, 8 y 9 se resumen los valores numéricos correspondientes a las desviaciones de todos los resultados enviados con respecto al valor medio interlaboratorio.

5. EVALUACION DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS

La evaluación del desempeño de los laboratorios participantes se realizó de acuerdo con los procedimientos aceptados internacionalmente y que se citan en la Bibliografía. Se utilizó como criterio el cálculo del parámetro “z”, definido de la siguiente manera:

$$z = (x_{1/2} - x_{ref}) / s_L$$

Donde:

$$x_{1/2} = \text{promedio para cada laboratorio} = \sum x_i / r$$

x_{ref} = valor asignado a los parámetro de la muestra enviada.

En este caso se utilizó el valor medio interlaboratorio obtenido con el procedimiento descrito en el ítem 4.

r = número de replicados informados

s_L = desviación estándar (estimador de la reproducibilidad o variancia entre laboratorios)

Este último parámetro es el obtenido mediante el tratamiento estadístico, es decir, representa el desvío estándar de los datos estadísticamente aceptables.

Los valores del parámetro z así obtenido pueden verse en los gráficos 19 al 34.

De acuerdo con la definición dada en el anexo 3 es posible clasificar a los laboratorios de la siguiente forma:

$|z| \leq 2$ satisfactorio, $2 < |z| < 3$ cuestionable, $|z| \geq 3$ no satisfactorio

En la tabla siguiente se resume el número de determinaciones satisfactorias, cuestionables y no satisfactorias, evaluadas mediante el parámetro z.

Para el ensayo Farinograma, no se realizó la evaluación de desempeño debido a la gran dispersión de los datos informados.

	$ Z \leq 2$	$2 < Z < 3$	$ Z \geq 3$
Humedad	9	---	---
Cenizas	8	---	---
Gluten húmedo	10	---	---
Gluten seco	8	1	1
Gluten index	6	---	---
Falling number	9	1	---
Tenacidad (P)	10	---	---
Hinchamiento (G)	10	---	---
Longitud (L)	10	---	---
Relación P/G	8	---	---
Relación P/L	10	---	---
Trabajo de deformación	9	---	---
le	9	---	---
W (40)	8	---	1

A fin de lograr un mecanismo de mejora continua, solicitamos a los laboratorios que nos envíen cualquier sugerencia o comentario que consideren oportuno.

Por otro lado, en caso de tener alguna duda sobre la ejecución de los métodos de ensayo o de las causas de diferencias en los resultados, rogamos nos consulten.

ANEXO 1
Tablas y gráficos

Tabla 1
Datos enviados por los participantes - Parámetros Generales

Nº Part	Contenido de humedad (g/100 g)		Contenido de Cenizas (g/100 g BS)		Gluten Húmedo (g/100 g B13,5%)		Gluten seco (g/100 g B13,5%)		Gluten Index		Falling Number (Segundos)		Test de Zeleny (ml.)	
	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2
01	12,5	12,5	0,661	0,690	25,7	25,9	9,5	9,6	*	*	431	457	*	*
02	13,14	13,12	0,681	0,685	27,49	28,14	9,42	9,43	0,98	0,98	457	460	*	*
03	13,40	13,40	0,681	0,681	26,70	26,80	9,40	9,41	*	*	435	446	*	*
04	13,4	13,4	*	*	27,9	28,2	9,4	9,6	94,3	93,3	496	493	31,9	32,3
05	12,7	12,7	0,676	0,671	26,9	27,1	9,95	9,98	99,81	99,85	505	493	*	*
06	13,05	13,06	0,621	0,610	26,30	26,60	9,6	9,7	99	99	442	469	36	35
07	12,9	12,8	0,674	0,677	26,9	26,9	0,97	0,97	2%	3%	499	500	*	*
08	13,00	12,90	0,629	0,636	26,50	26,90	9,38	9,52	*	*	416	386	*	*
09	*	*	*	*	27,8	27,6	9,6	9,4	98	97	*	*	*	*
10	13,20	13,22	0,617	0,700	26,0	26,80	9,50	9,30	*	*	462	431	*	*

Tabla 2
Datos enviados por los participantes - Alveograma

Nº Part	Tenacidad (P) (mm H ₂ O)		Hinchamiento (G)		Longitud (L) (mm)		Relación P/G		Relación P/L		Tbjo. de def. (W) W x 10 ⁻⁴ Joules		Le (%)		W (40) W x 10 ⁻⁴ Joules	
	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2
01	115	111	18,7	18,2	70	67	6,15	6,10	1,64	1,66	301	272	57,2	55,5	199	189
02	116	116	18,5	18,2	69	67	6,27	6,37	1,68	1,75	293	287	56,0	55,8	198	199
03	118,36	115,28	19,60	20,48	78	85	6,03	5,62	1,52	1,35	333	346	57,62	59,15	203	203
04	123	122	19,2	20,7	74	86	6,4	5,9	1,67	1,42	339	377	59,3	59,5	*	*
05	109	114	19,4	19,3	77	76	5,62	5,91	1,42	1,50	299	311	56,5	56,7	186	196
06	119	119	17,7	18,4	63	68	6,7	6,5	1,89	1,75	292	308	59,6	59,7	208	208
07	116	112	19,3	19,3	75	75	6,01	5,80	1,55	1,49	317	315	57,7	60	202	197
08	122	119	20,7	20,2	87	83	5,89	5,89	1,40	1,43	375	359	59,1	60,9	213	209
09	105	99	21,5	21,9	93	97	*	*	1,13	1,02	354	340	63,2	62,6	189	177
10	107,0	114,0	18,35	17,68	68,0	64,0	*	*	1,74	1,95	*	*	*	*	313	279

Tabla 3
Datos enviados por los participantes - Farinograma

N° Part	Absorción de Agua ml / 100g B14%		Tiempo de desarrollo min.		Estabilidad min.		Aflojamiento UF	
	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2
01	62,7	62,9	8,8	16,7	16,0	15,9	32	35
02	61,0	60,8	10,1	9,8	20,5	21,1	23	19
03	*	*	*	*	*	*	*	*
04	61,1	61,1	11,2	11,7	18,9	19,6	27	30
05	62,5	63,0	10	10	23,5	22	15	20
06	60,6	60,6	8,2	8,4	21,9	23,7	13	10
07	60,1	60,5	2,2	2,4	13,7	13	31	26
08	60,0	60,3	13,2	12,9	30,9	29,9	17	15
09	62,7	62,7	2,4	2,5	10,4	10,0	48	45
10	61,80	61,80	11,00	9,00	25,5	34,5	10	8

Tabla 4
Resultados luego del tratamiento estadístico - Parámetros Generales

N° Part	Humedad (g/100 g)		R	Cenizas (g/100 g BS)		R	Gluten Húmedo (g/100 g B13,5%)		R	Gluten seco (g/100 g B13,5%)		R	Gluten index		R	Falling Number (Segundos)		R
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
01	12,5	12,5		0,661	0,690	F	25,7	25,9		9,5	9,6		*	*		431	457	F
02	13,14	13,12		0,681	0,685		27,49	28,14	F	9,42	9,43		0,98	0,98		457	460	
03	13,40	13,40		0,681	0,681		26,70	26,80		9,40	9,41		*	*		435	446	
04	13,4	13,4		*	*		27,9	28,2		9,4	9,6		0,943	0,933		496	493	
05	12,7	12,7		0,676	0,671		26,9	27,1		9,95	9,98		0,9981	0,9985		505	493	
06	13,05	13,06		0,621	0,610		26,30	26,60		9,6	9,7		0,99	0,99		442	469	F
07	12,9	12,8		0,674	0,677		26,9	26,9		0,97	0,97	I	0,98	0,97		499	500	
08	13,00	12,90		0,629	0,636		26,50	26,90		9,38	9,52		*	*		416	386	F
09	*	*		*	*		27,8	27,6		9,6	9,4		0,98	0,97		*	*	
10	13,20	13,22		0,617	0,700	F	26,0	26,80	F	9,50	9,30		*	*		462	431	F

R: resultado del tratamiento estadístico

F: la diferencia entre duplicados está fuera de lo que especifican las normas.

C: datos eliminados por aplicación de la prueba de Cochran

G: datos eliminados por aplicación de la prueba de Grubbs

I: datos considerados como inconsistentes

<2: laboratorio que envió menos de 2 datos.

Tabla 5
Resultados luego del tratamiento estadístico - Alveograma

N° Part	Tenacidad (P) (mm H ₂ O)		R	Hinchamiento (G)		R	Longitud (L) (mm)		R	Relación P/G		R
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
01	115	111		18,7	18,2		70	67		6,15	6,10	
02	116	116		18,5	18,2		69	67		6,27	6,37	
03	118,36	115,28		19,60	20,48		78	85		6,03	5,62	
04	123	122		19,2	20,7		74	86		6,4	5,9	
05	109	114		19,4	19,3		77	76		5,62	5,91	
06	119	119		17,7	18,4		63	68		6,7	6,5	
07	116	112		19,3	19,3		75	75		6,01	5,80	
08	122	119		20,7	20,2		87	83		5,89	5,89	
09	105	99		21,5	21,9		93	97		*	*	
10	107,0	114,0		18,35	17,68		68,0	64,0		*	*	

N° Part	Relación P/L		R	Tbjo. de def. (W) W x 10-4 Joules		R	Le (%)		R	W (40) W x 10-4 Joules		R
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
01	1,64	1,66		301	272		57,2	55,5		199	189	
02	1,68	1,75		293	287		56,0	55,8		198	199	
03	1,52	1,35		333	346		57,62	59,15		203	203	
04	1,67	1,42		339	377		59,3	59,5		*	*	
05	1,42	1,50		299	311		56,5	56,7		186	196	
06	1,89	1,75		292	308		59,6	59,7		208	208	
07	1,55	1,49		317	315		57,7	60		202	197	
08	1,40	1,43		375	359		59,1	60,9		213	209	
09	1,13	1,02		354	340		63,2	62,6		189	177	
10	1,74	1,95		*	*		*	*		313	279	I

R: resultado del tratamiento estadístico

F: la diferencia entre duplicados está fuera de lo que especifican las normas.

C: datos eliminados por aplicación de la prueba de Cochran

G: datos eliminados por aplicación de la prueba de Grubbs

I: datos considerados como inconsistentes

<2: laboratorio que envió menos de 2 datos.

Tabla 6
Resultados luego del tratamiento estadístico - Farinograma

N° Part	Absorción de Agua ml / 100g B14%		R	Tiempo de desarrollo min.		R	Estabilidad min.		R	Aflojamiento UF		R
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
01	62,7	62,9		8,8	16,7	F	16,0	15,9		32	35	
02	61,0	60,8		10,1	9,8		20,5	21,1		23	19	
03	*	*		*	*		*	*		*	*	
04	61,1	61,1		11,2	11,7		18,9	19,6		27	30	
05	62,5	63,0		10	10		23,5	22		15	20	
06	60,6	60,6		8,2	8,4		21,9	23,7		13	10	
07	60,1	60,5		2,2	2,4	I	13,7	13		31	26	
08	60,0	60,3		13,2	12,9		30,9	29,9		17	15	
09	62,7	62,7		2,4	2,5	I	10,4	10,0		48	45	
10	61,80	61,80		11,00	9,00		25,5	34,5	F	10	8	

R: resultado del tratamiento estadístico

F: la diferencia entre duplicados está fuera de lo que especifican las normas.

C: datos eliminados por aplicación de la prueba de Cochran

G: datos eliminados por aplicación de la prueba de Grubbs

I: datos considerados como inconsistentes

<2: laboratorio que envió menos de 2 datos.

Tabla 7
Desvíos respecto del valor medio interlaboratorio - Parámetros Generales

N° Part	Humedad (g/100 g)		Cenizas (g/100 g BS)		Gluten Húmedo (g/100 g B13,5%)		Gluten seco (g/100 g B13,5%)		Gluten index		Falling Number (Segundos)	
	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab
01	12,50	-4,01	0,68	2,32	25,80	-4,16	9,55	0,12	---	---	444,0	-7,19
02	13,13	0,83	0,68	3,46	27,82	3,33	9,43	-1,19	0,980	0,40	458,5	-4,16
03	13,40	2,91	0,68	3,16	26,75	-0,63	9,41	-1,40	---	---	440,5	-7,92
04	13,40	2,91	---	---	28,05	4,20	9,50	-0,40	0,938	-3,90	494,5	3,37
05	12,70	-2,47	0,67	2,02	27,00	0,30	9,97	4,47	0,998	2,28	499,0	4,31
06	13,06	0,26	0,62	-6,77	26,45	-1,74	9,65	1,17	0,990	1,43	455,5	-4,79
07	12,85	-1,32	0,68	2,32	26,90	-0,07	0,97	-89,83	0,975	-0,11	499,5	4,41
08	12,95	-0,55	0,63	-4,19	26,70	-0,81	9,45	-0,93	---	---	401,0	-16,18
09	---	---	---	---	27,70	2,90	9,50	-0,40	0,975	-0,11	---	---
10	13,21	1,45	0,66	-0,25	26,40	-1,93	9,40	-1,45	---	---	446,5	-6,67

% desv. v. medio interlab. = $\frac{\text{v. medio} - \text{v. medio interlab.}}{\text{v. medio interlab.}} \times 100$

Tabla 8
Desvíos respecto del valor medio interlaboratorio - Alveograma

N° Part	Tenacidad (P) (mm H ₂ O)		Hinchamiento (G)		Longitud (L) (mm)		Relación P/G	
	v. medio	% desv.v. medio interlab	v. medio	% desv.v. medio interlab	v. medio	% desv.v. medio interlab	v. medio	% desv.v. medio interlab
01	113,0	-1,4	18,5	-4,7	68,5	-10,0	6,1	0,9
02	116,0	1,2	18,4	-5,2	68,0	-10,6	6,3	4,1
03	116,8	2,0	20,0	3,5	81,5	7,1	5,8	-4,1
04	122,5	6,9	20,0	3,0	80,0	5,1	6,2	1,3
05	111,5	-2,7	19,4	-0,1	76,5	0,5	5,8	-5,1
06	119,0	3,9	18,1	-6,8	65,5	-13,9	6,6	8,7
07	114,0	-0,5	19,3	-0,3	75,0	-1,4	5,9	-2,8
08	120,5	5,2	20,5	5,6	85,0	11,7	5,9	-3,0
09	102,0	-11,0	21,7	12,1	95,0	24,8	---	---
10	110,5	-3,6	18,0	-7,0	66,0	-13,3	---	---

N° Part	Relación P/L		Tbjo. de def. (W) W x 10 ⁻⁴ Joules		Le (%)		W (40) W x 10 ⁻⁴ Joules	
	v. medio	% desv.v. medio interlab	v. medio	% desv.v. medio interlab	v. medio	% desv.v. medio interlab	v. medio	% desv.v. medio interlab
01	1,7	6,6	286,5	-11,4	56,4	-4,0	194,0	-2,3
02	1,7	10,8	290,0	-10,3	55,9	-4,7	198,5	0,0
03	1,4	-7,3	339,5	5,0	58,4	-0,5	203,0	2,3
04	1,5	-0,2	358,0	10,8	59,4	1,2	---	---
05	1,5	-5,7	305,0	-5,6	56,6	-3,5	191,0	-3,8
06	1,8	17,6	300,0	-7,2	59,7	1,7	208,0	4,8
07	1,5	-1,8	316,0	-2,2	58,9	0,3	199,5	0,5
08	1,4	-8,6	367,0	13,5	60,0	2,3	211,0	6,3
09	1,1	-30,6	347,0	7,4	62,9	7,2	183,0	-7,8
10	1,8	19,2	---	---	---	---	296,0	49,1

$$\% \text{ desv. v. medio interlab.} = \frac{\text{v. medio} - \text{v. medio interlab.}}{\text{v. medio interlab.}} \times 100$$

Tabla 9
Desvíos respecto del valor medio interlaboratorio - Farinograma

N° Part	Absorción de Agua ml / 100g B14%		Tiempo de desarrollo min.		Estabilidad min.		Aflojamiento UF	
	v. m edib	% desv.v. medio interlab	v. m edib	% desv.v. medio interlab	v. m edib	% desv.v. medio interlab	v. m edib	% desv.v. medio interlab
01	62,8	2,2	12,8	21,9	16,0	-17,9	33,5	42,2
02	60,9	-0,9	10,0	-4,9	20,8	7,0	21,0	-10,8
03	---	---	---	---	---	---	---	---
04	61,1	-0,6	11,5	9,5	19,3	-1,0	28,5	21,0
05	62,8	2,1	10,0	-4,4	22,8	17,0	17,5	-25,7
06	60,6	-1,4	8,3	-20,6	22,8	17,3	11,5	-51,2
07	60,3	-1,9	2,3	-78,0	13,4	-31,3	28,5	21,0
08	60,2	-2,1	13,1	24,8	30,4	56,4	16,0	-32,1
09	62,7	2,0	2,5	-76,6	10,2	-47,5	46,5	97,4
10	61,8	0,6	10,0	-4,4	30,0	54,3	9,0	-61,8

$$\% \text{ desv. v. medio interlab.} = \frac{\text{v. medio} - \text{v. medio interlab.}}{\text{v. medio interlab.}} \times 100$$

Gráfico 1
Datos enviados por los participantes - Contenido de humedad

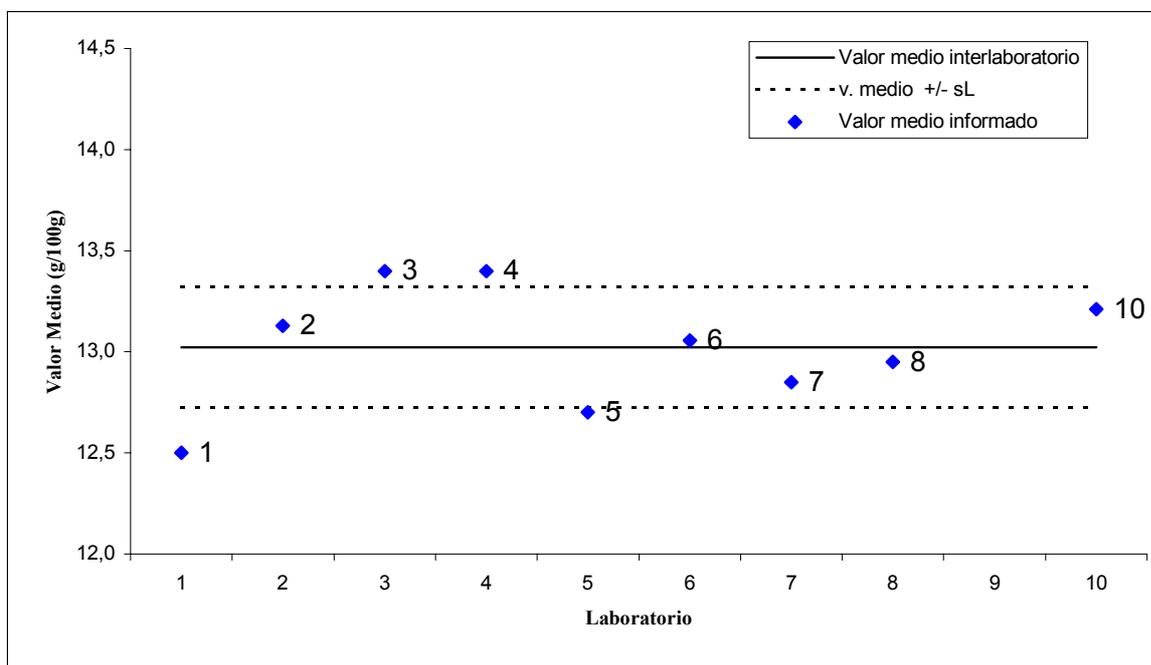


Gráfico 2
Datos enviados por los participantes - Contenido de cenizas

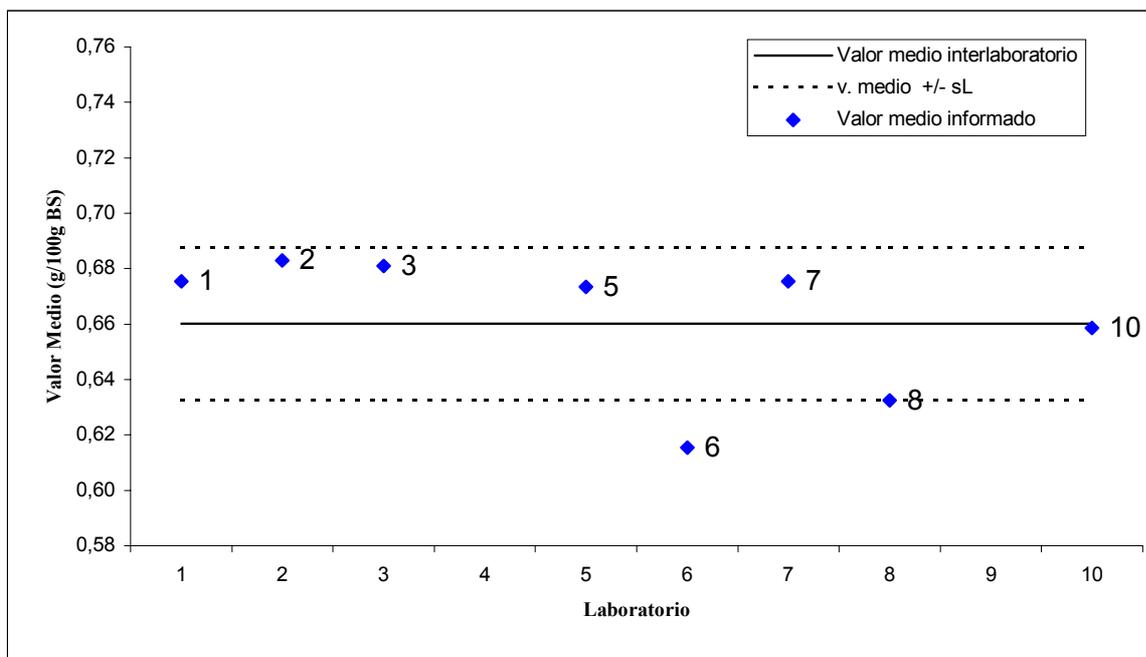


Gráfico 3
Datos enviados por los participantes - Gluten húmedo

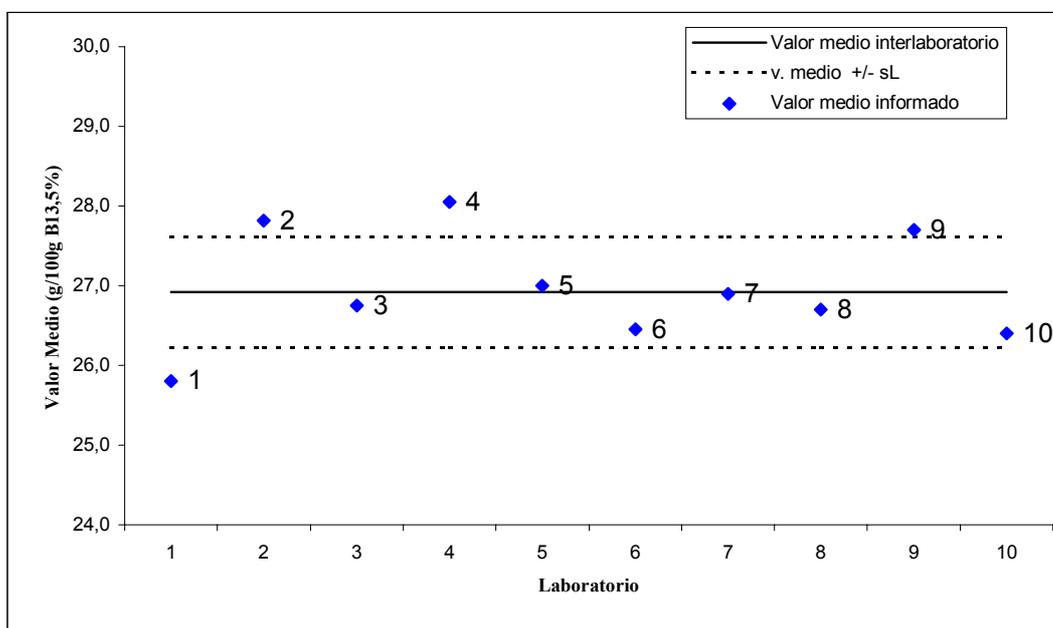
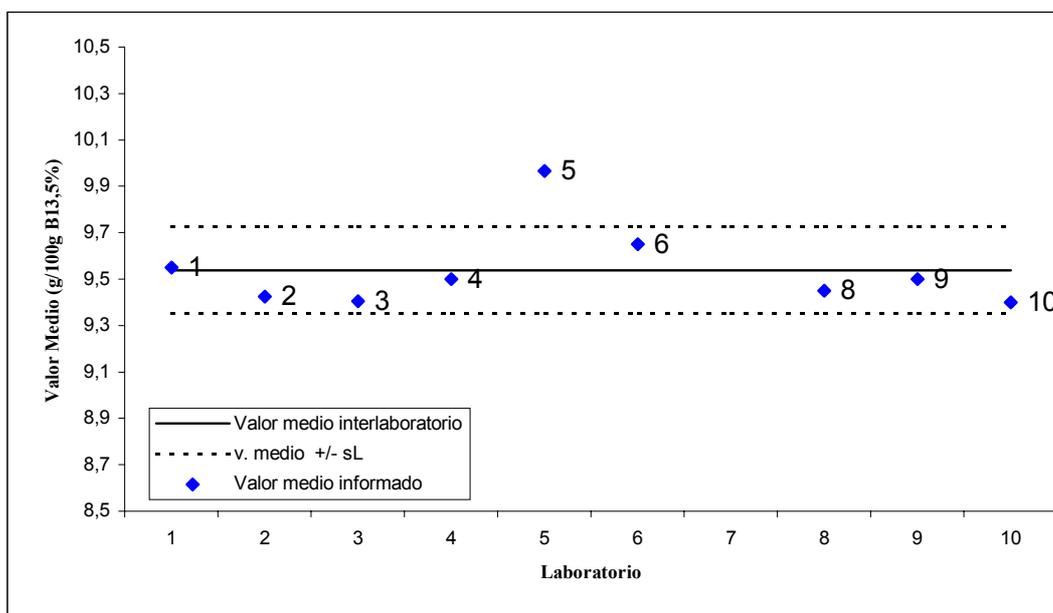


Gráfico 4
Datos enviados por los participantes - Gluten seco



Laboratorio cuyo valor excede el ámbito del gráfico:

Lab	V. Medio
7	0,97

Gráfico 5
Datos enviados por los participantes - Gluten Index

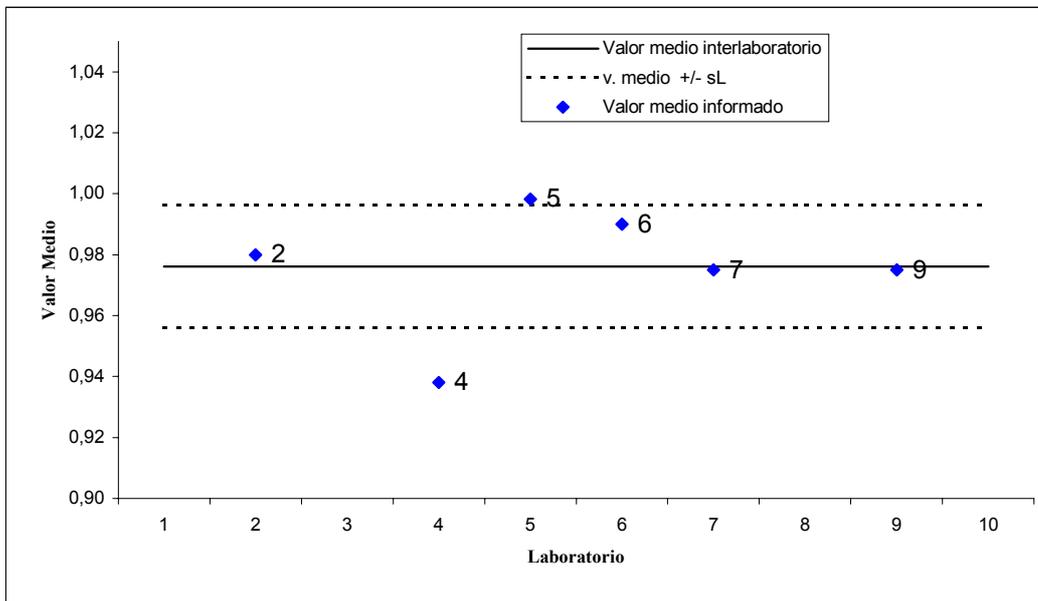


Gráfico 6
Datos enviados por los participantes - Falling number

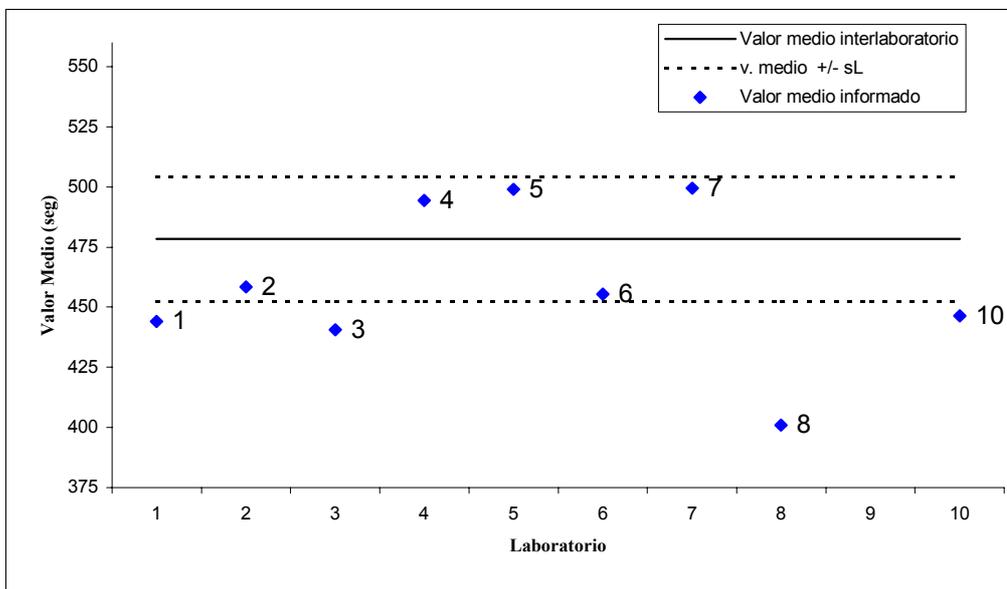


Gráfico 7
Datos enviados por los participantes - Tenacidad

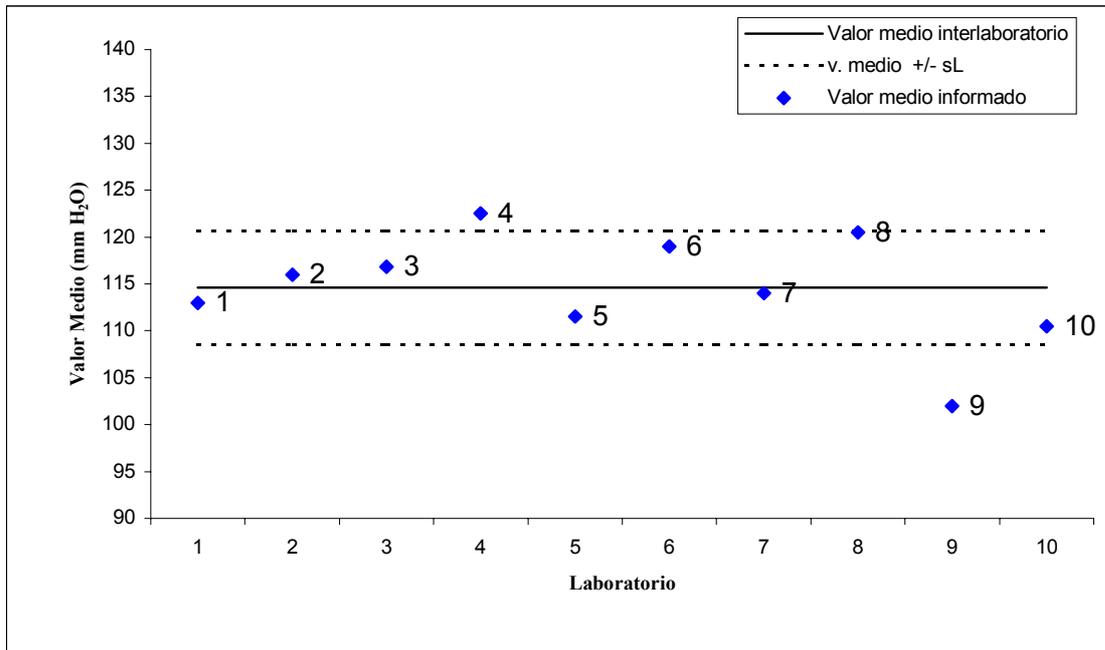


Gráfico 8
Datos enviados por los participantes - Hinchamiento

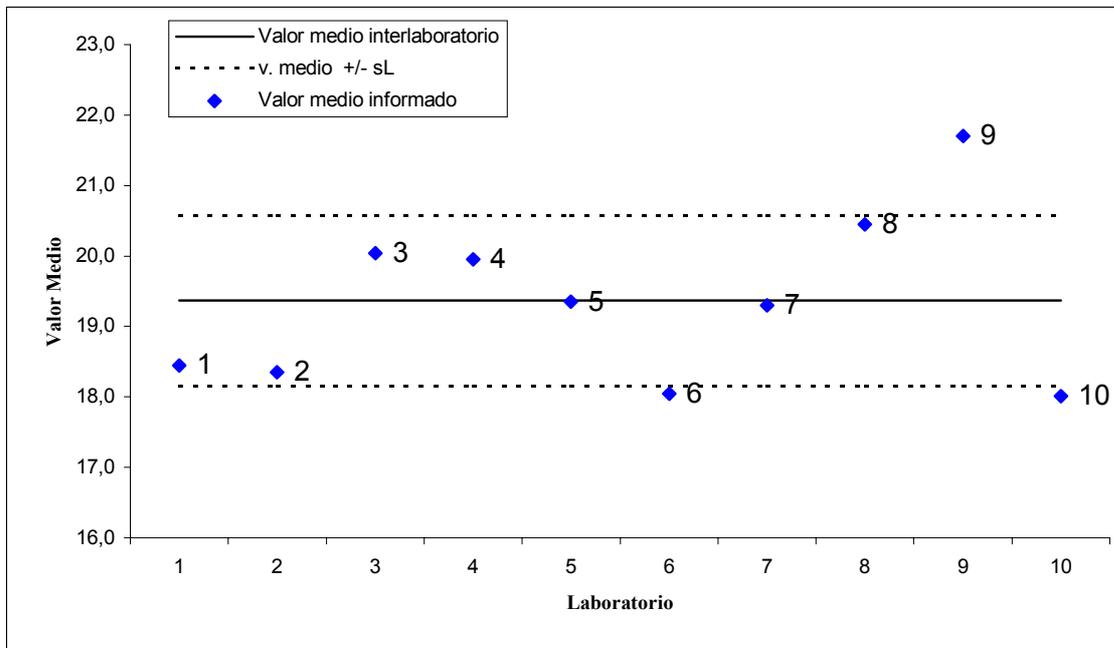


Gráfico 9
Datos enviados por los participantes - Longitud

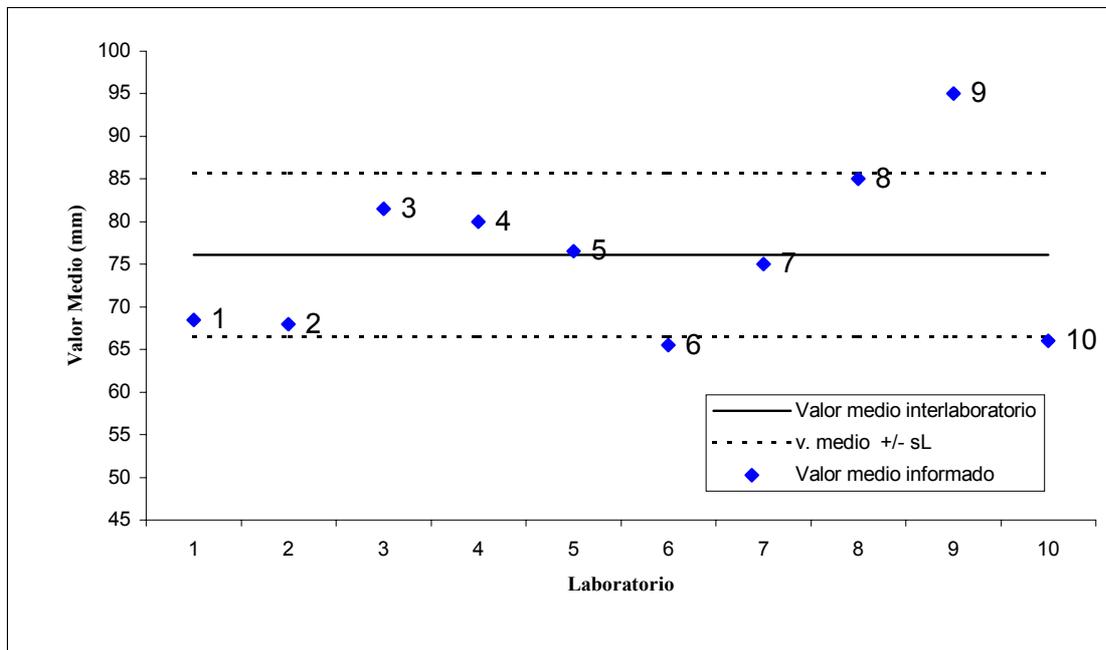


Gráfico 10
Datos enviados por los participantes - Relación P/G

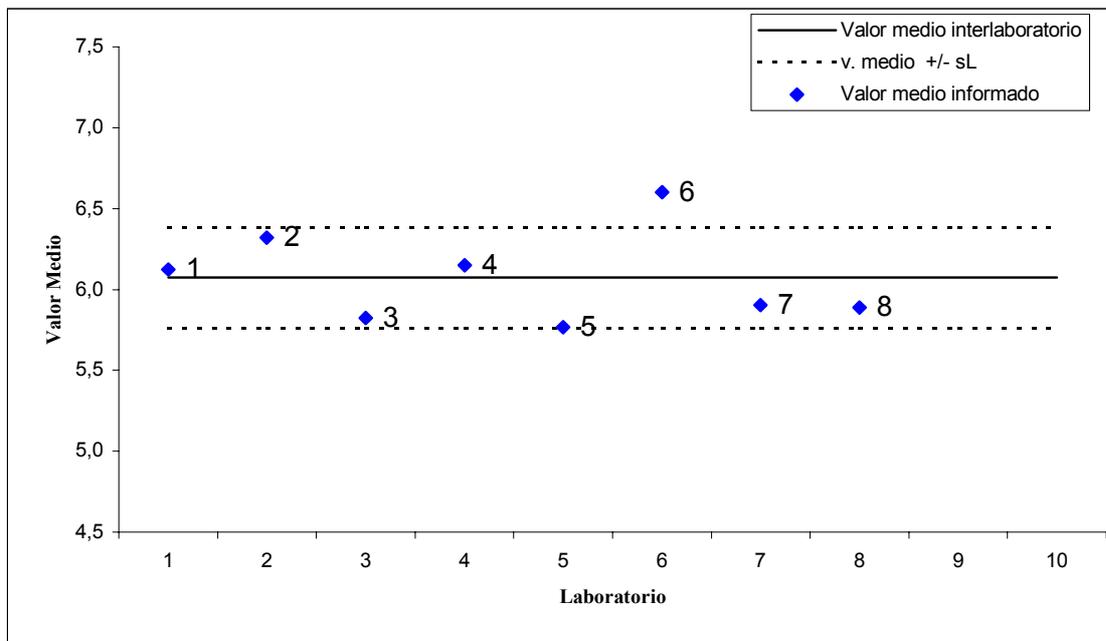


Gráfico 11
Datos enviados por los participantes - Relación P/L

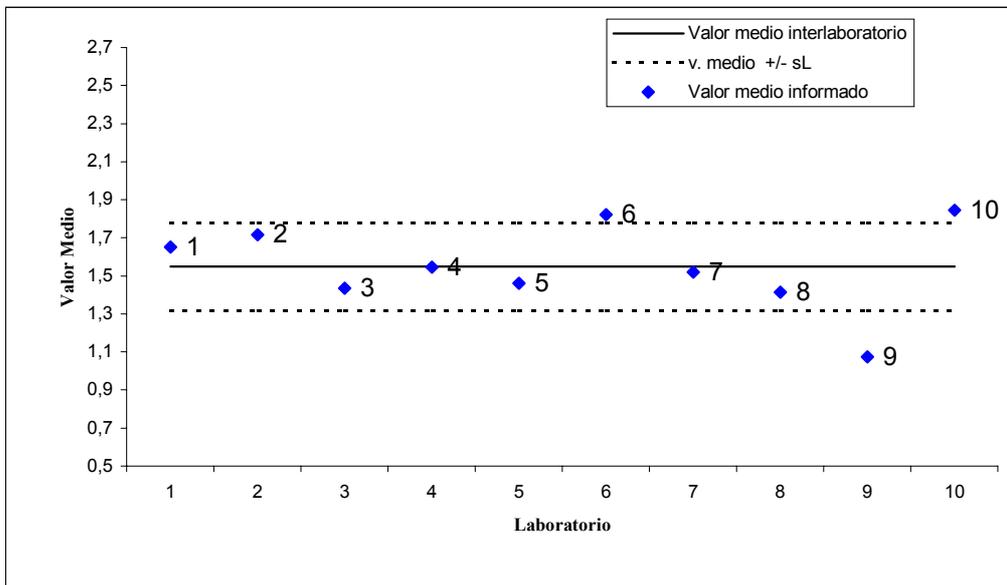


Gráfico 12
Datos enviados por los participantes - Trabajo de deformación

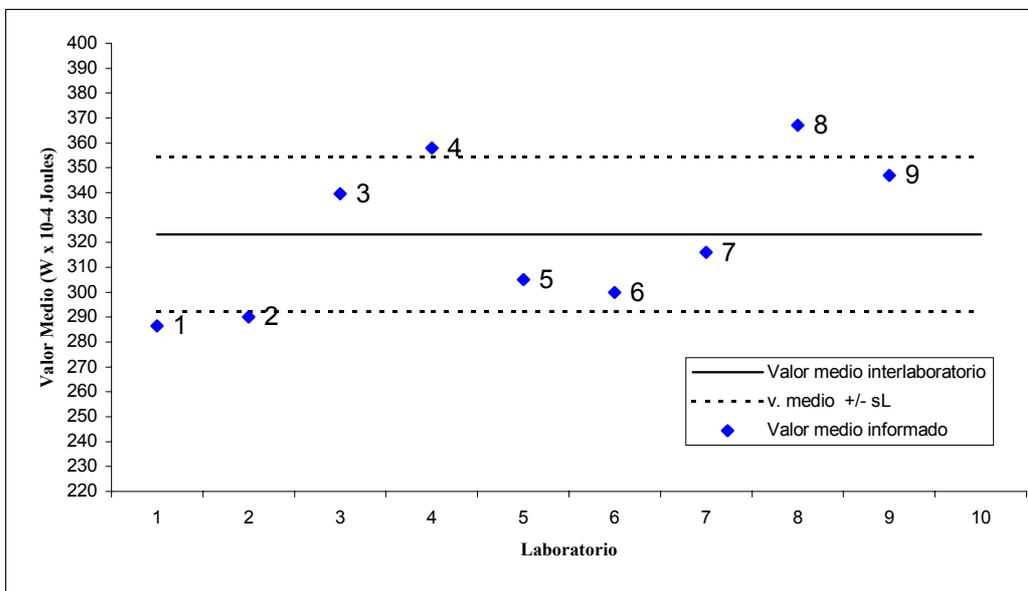


Gráfico 13
Datos enviados por los participantes - le

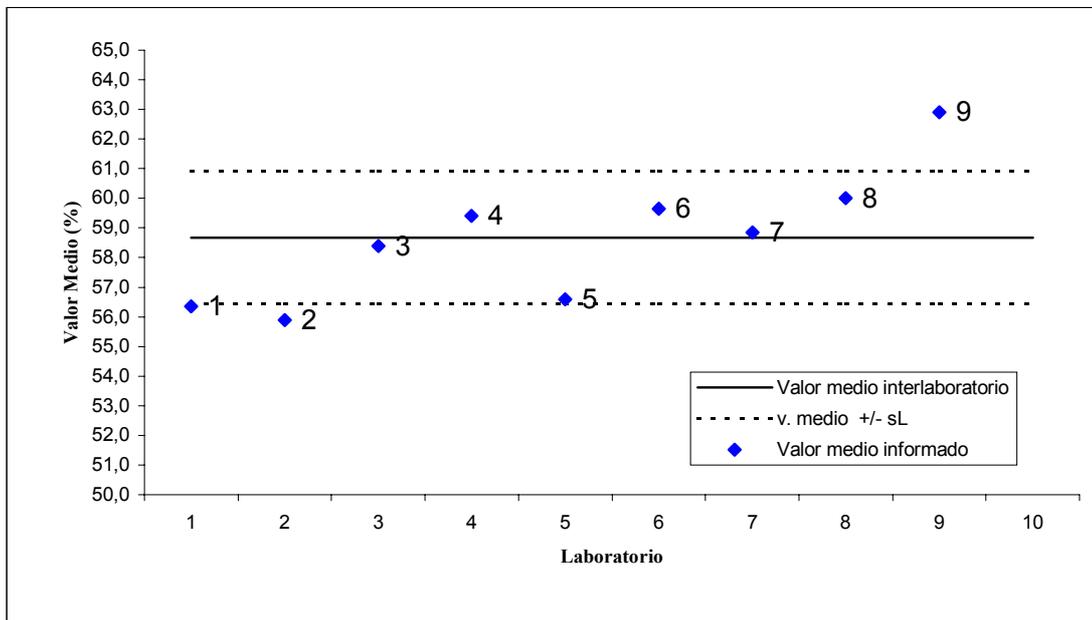
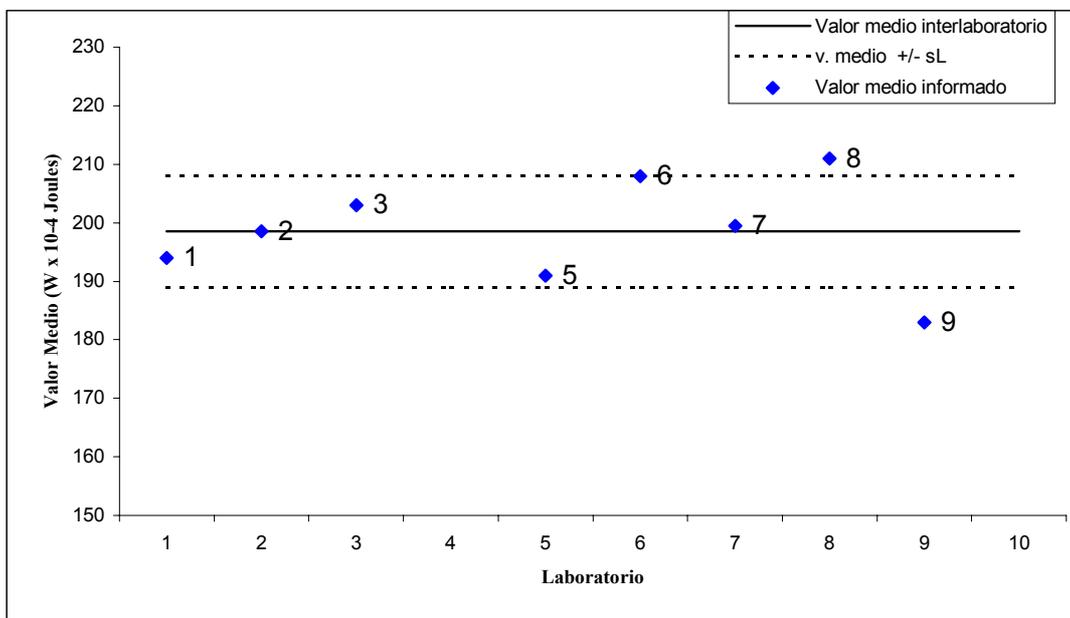


Gráfico 14
Datos enviados por los participantes - W (40)



Laboratorio cuyo valor excede el ámbito del gráfico:

Lab	V. Medio
10	296

Gráfico 15
Datos enviados por los participantes - Absorción de agua

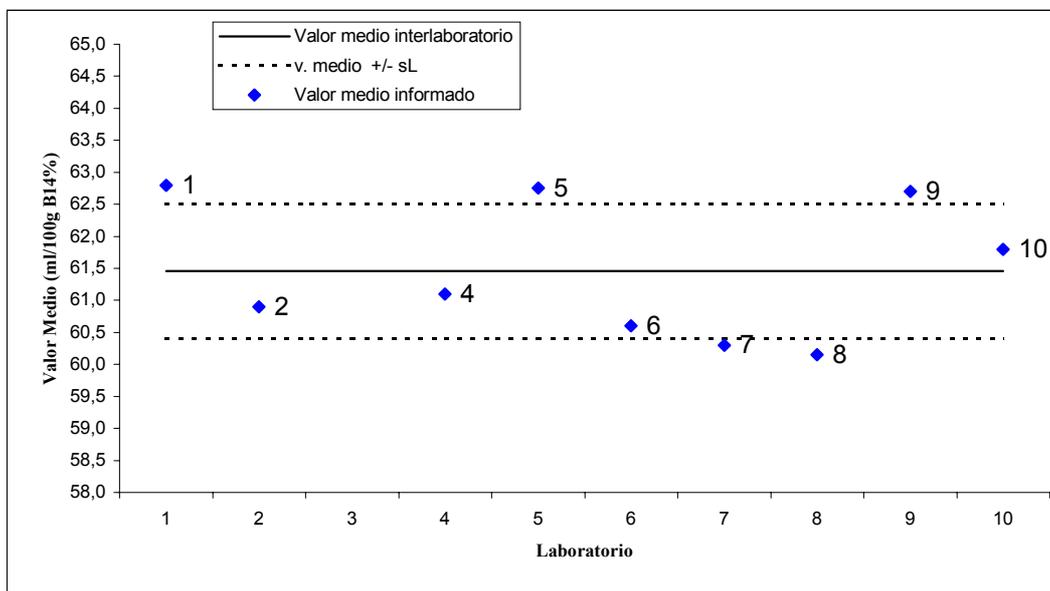
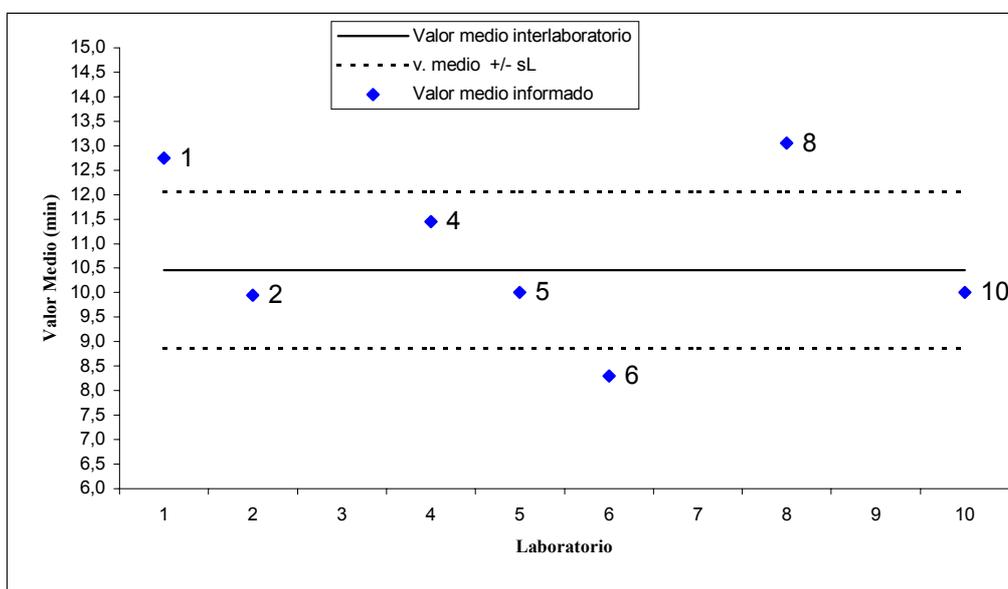


Gráfico 16
Datos enviados por los participantes - Tiempo de desarrollo



Laboratorios cuyos valores exceden el ámbito del gráfico:

Lab	V. Medio (min)
7	2,30
9	2,45

Gráfico 17
Datos enviados por los participantes - Estabilidad

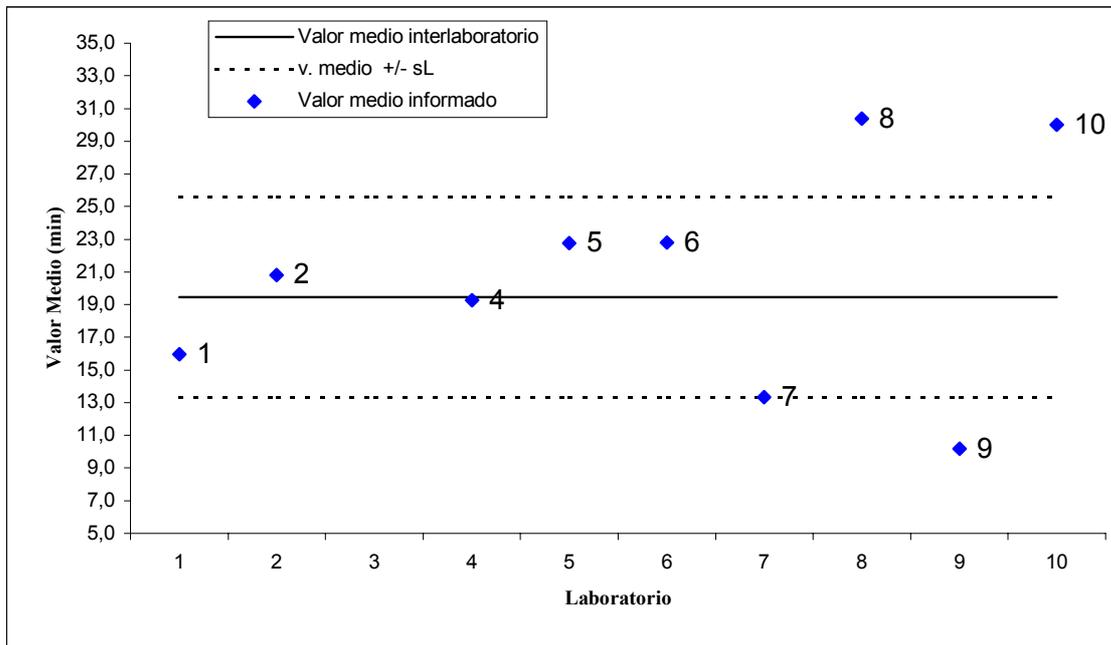


Gráfico 18
Datos enviados por los participantes - Aflojamiento

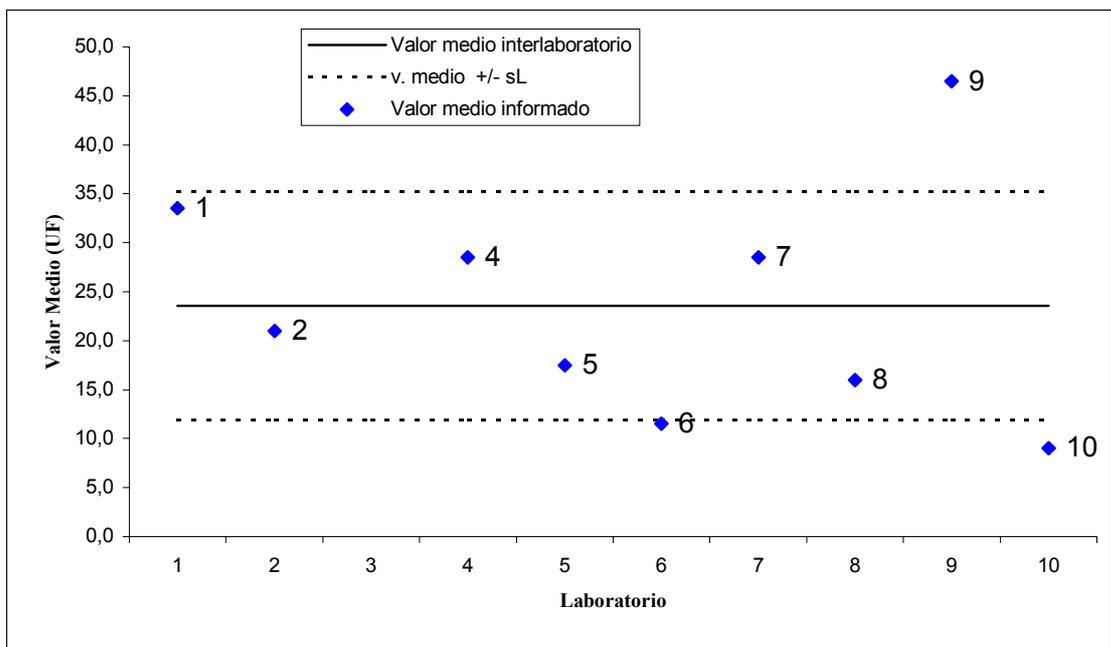


Gráfico 19
Parámetro z - Contenido de humedad

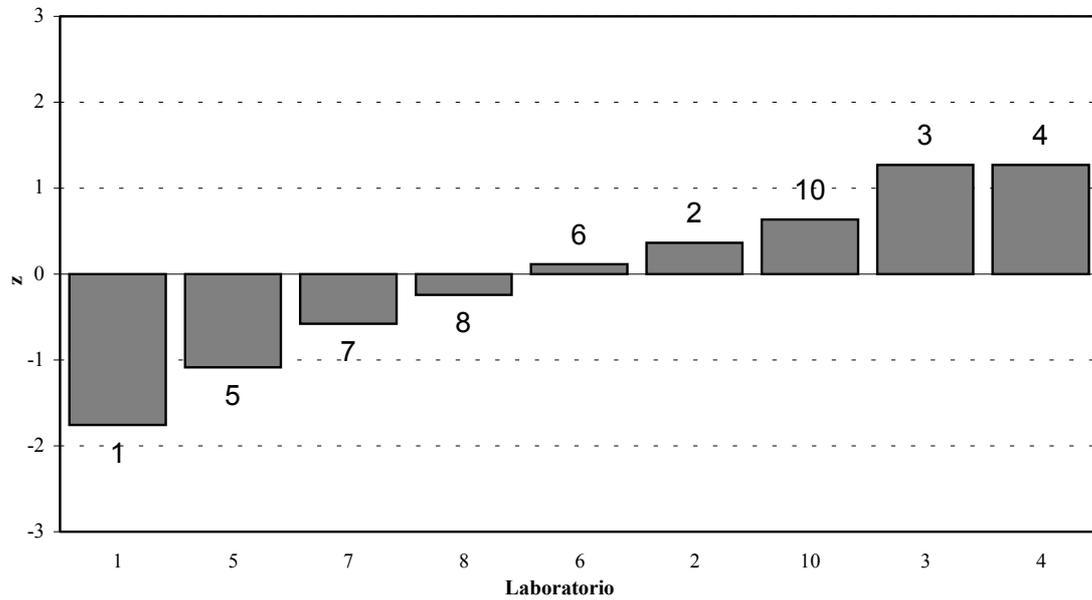


Gráfico 20
Parámetro z - Contenido de cenizas

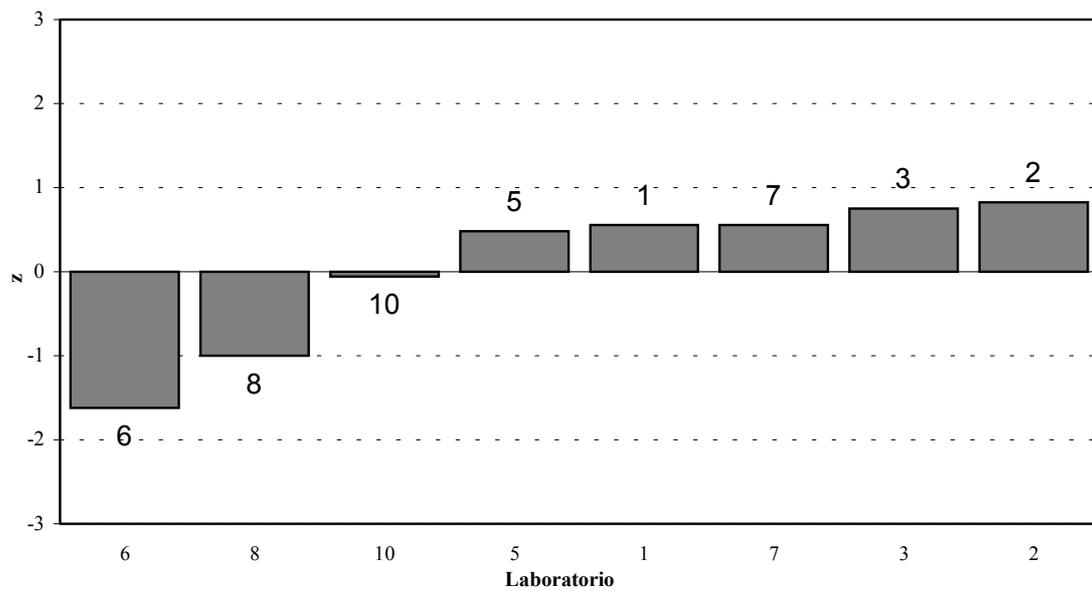


Gráfico 21
Parámetro z - Gluten húmedo

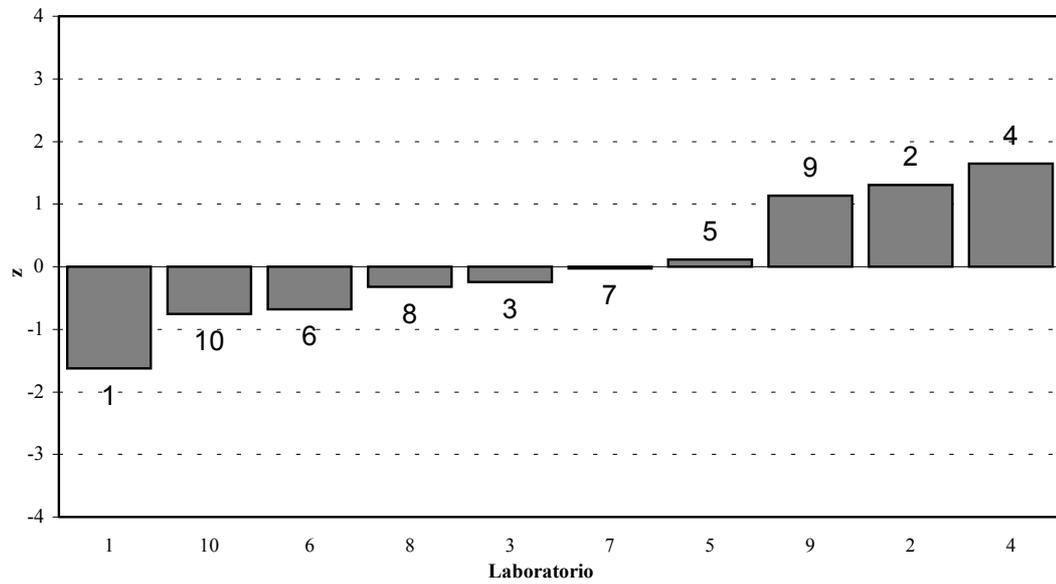
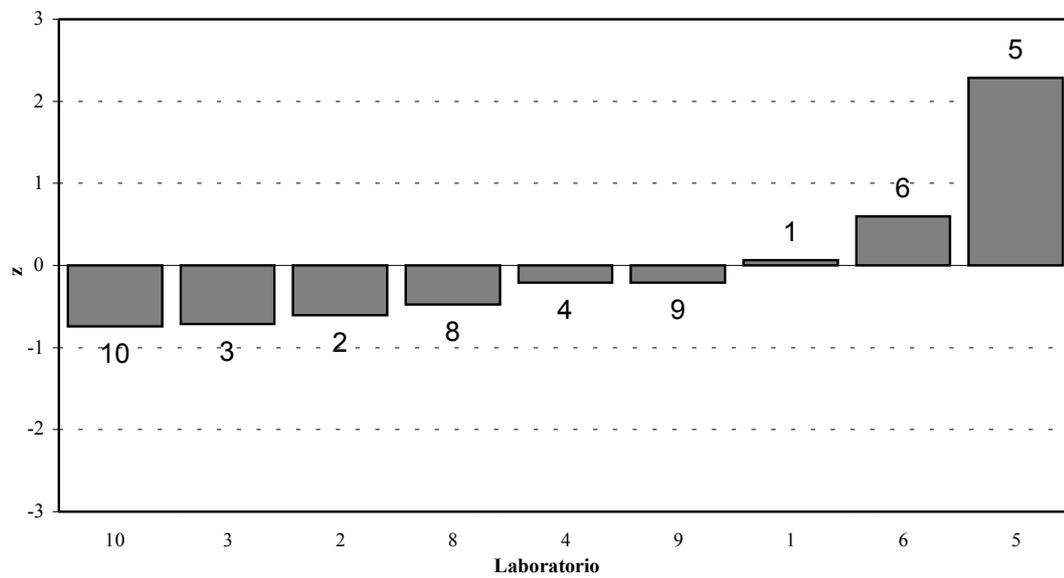


Gráfico 22
Parámetro z - Gluten seco



Laboratorio cuyo valor excede el ámbito del gráfico:

Lab	z
7	-46

Gráfico 23
Parámetro z - Gluten index

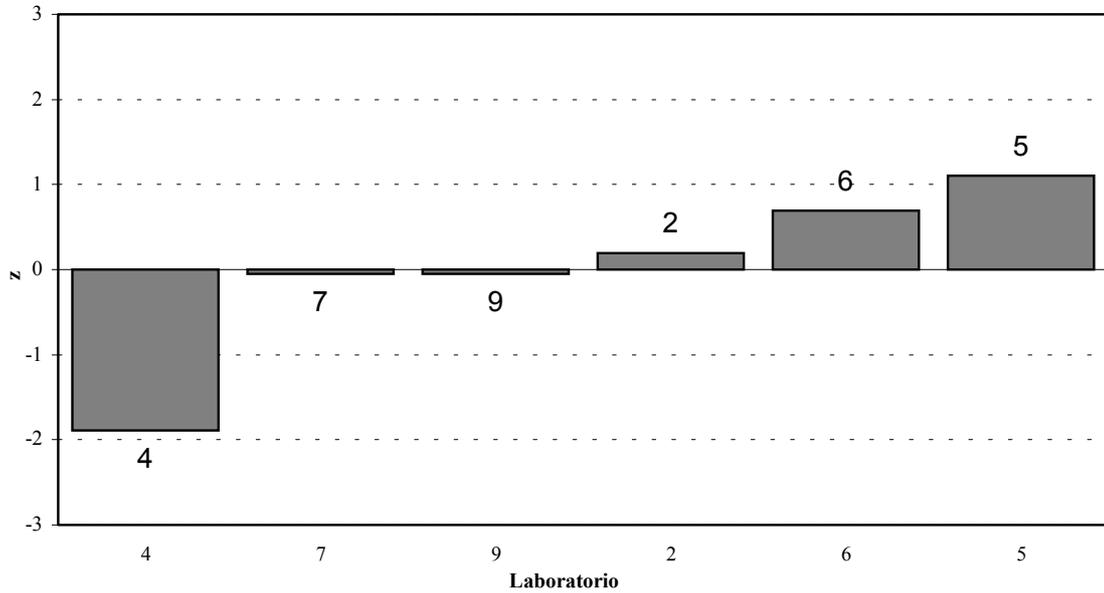


Gráfico 24
Parámetro z - Falling number

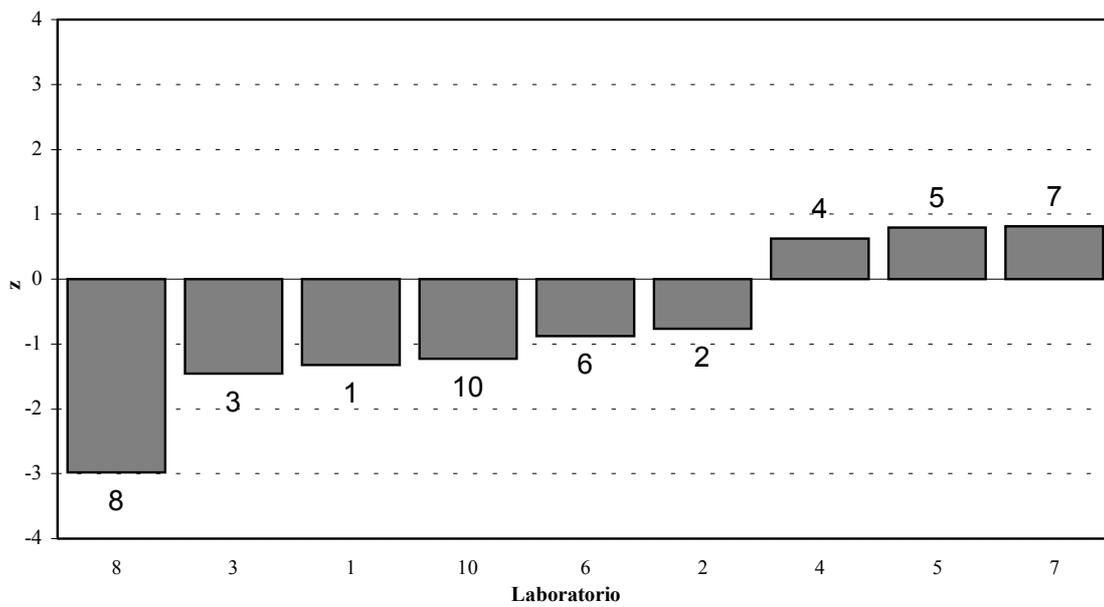


Gráfico 25
Parámetro z - Tenacidad

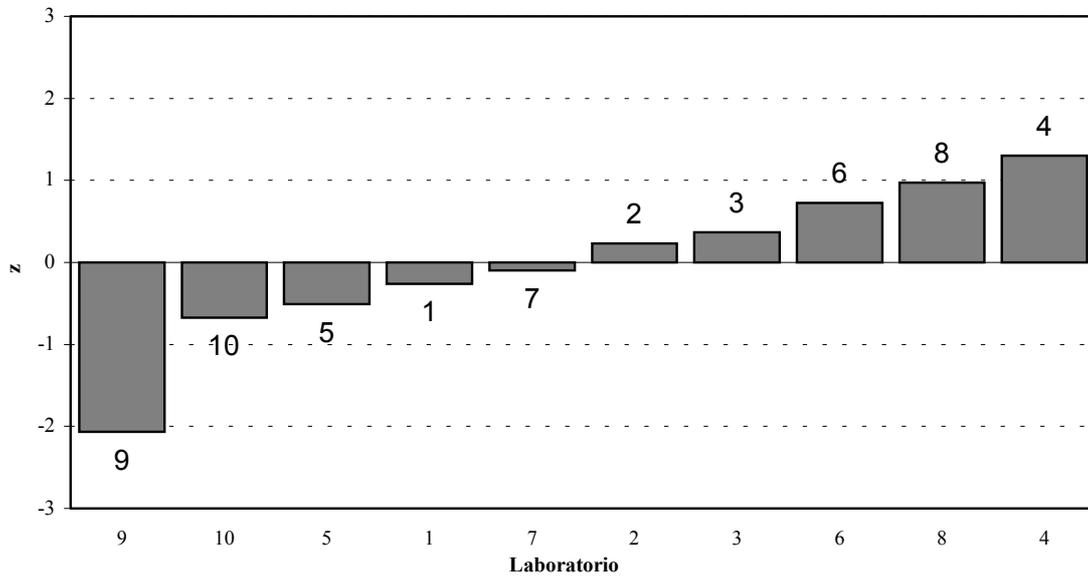


Gráfico 26
Parámetro z - Hinchamiento

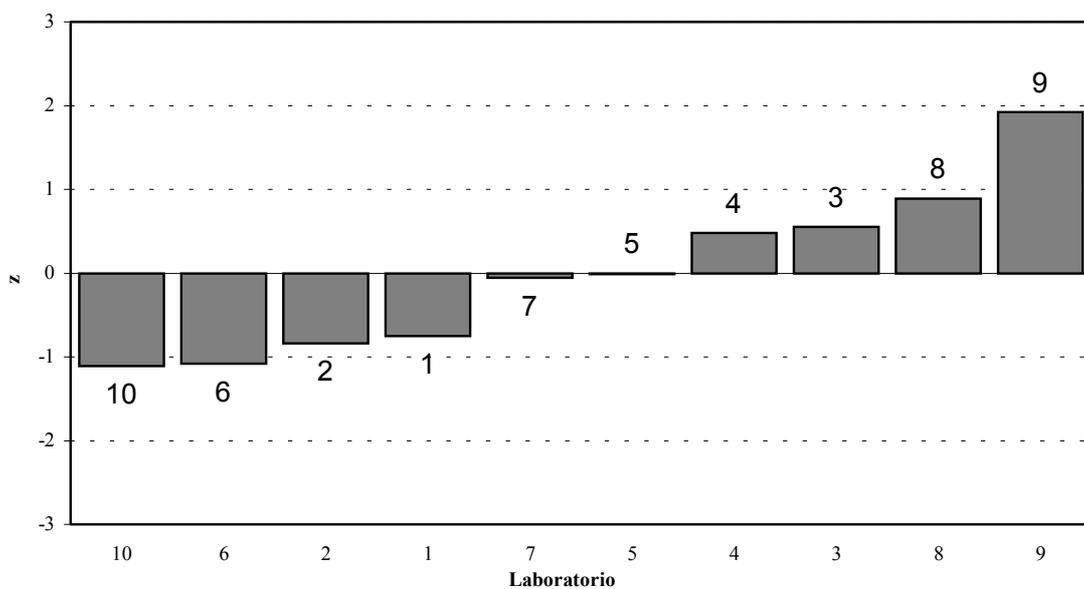


Gráfico 27
Parámetro z - Longitud

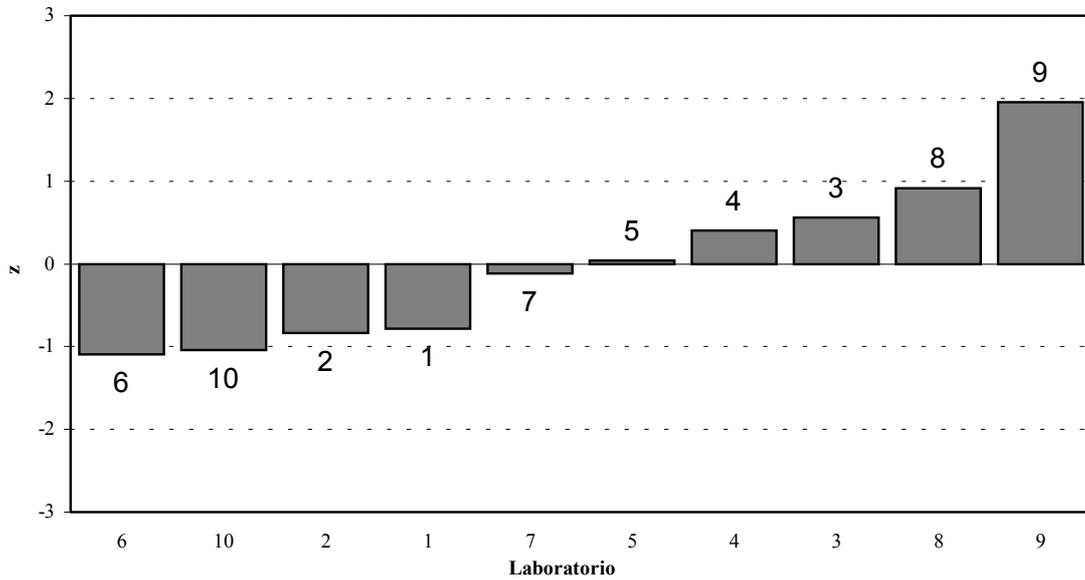


Gráfico 28
Parámetro z - Relación P/G

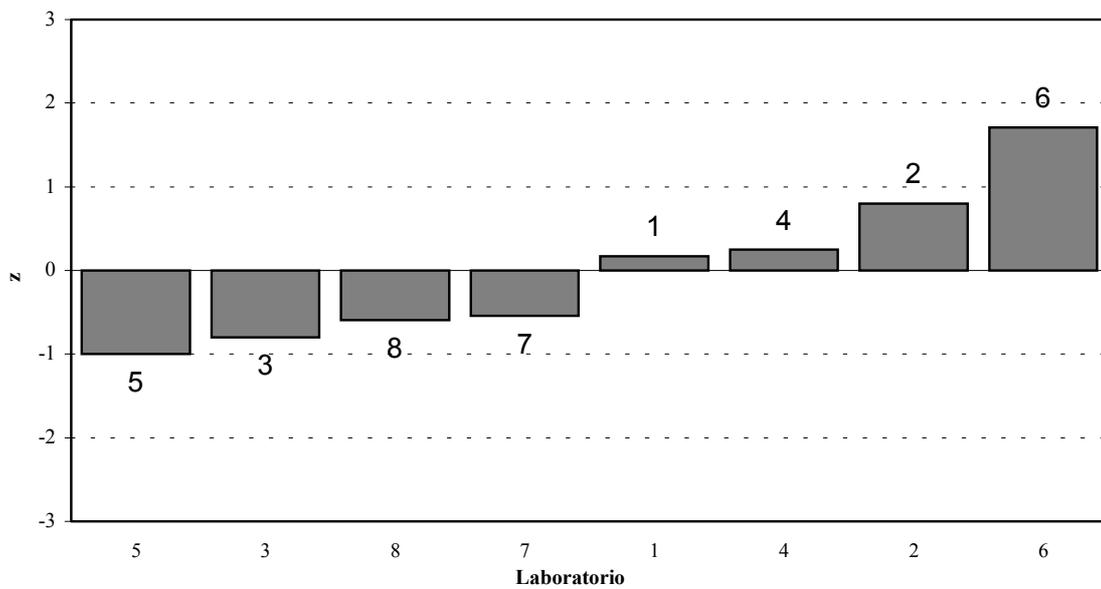


Gráfico 29
Parámetro z - Relación P/L

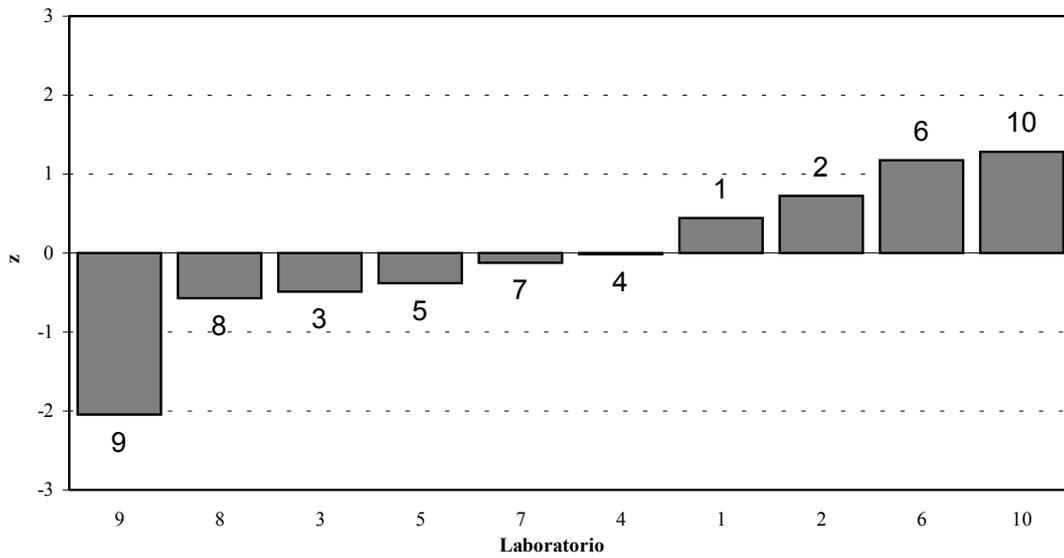


Gráfico 30
Parámetro z - Trabajo de deformación

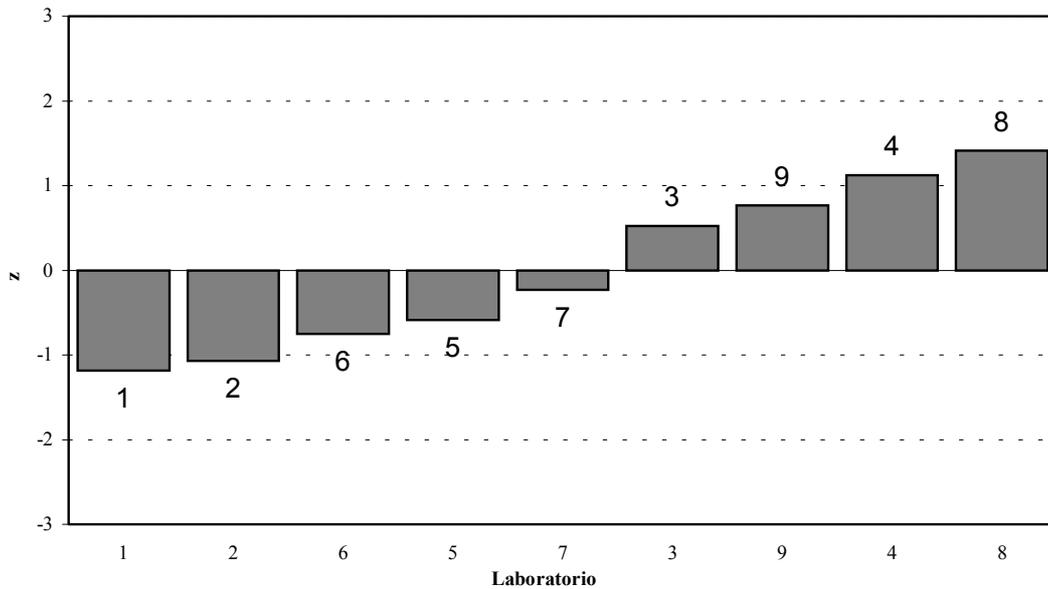


Gráfico 31
Parámetro z - le

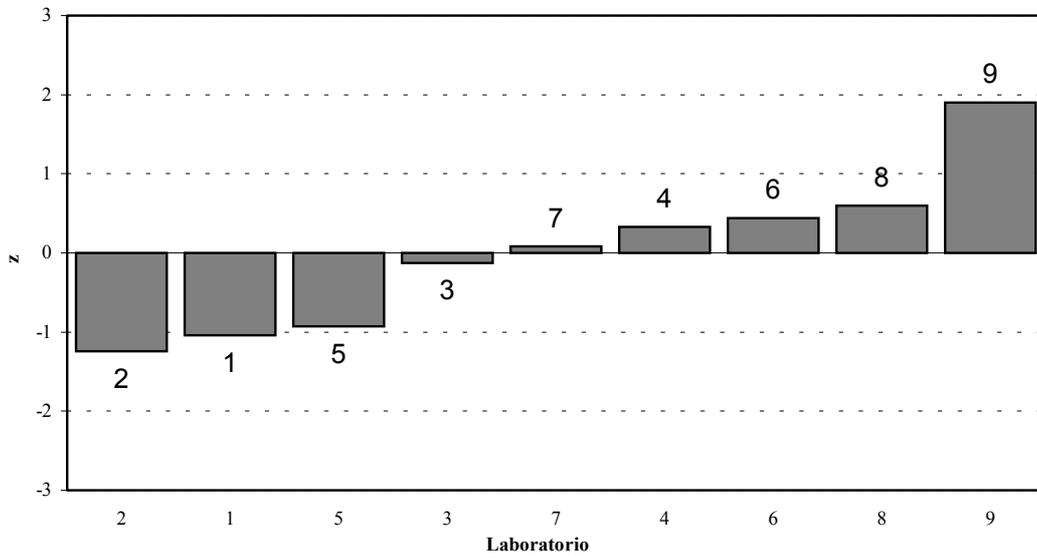
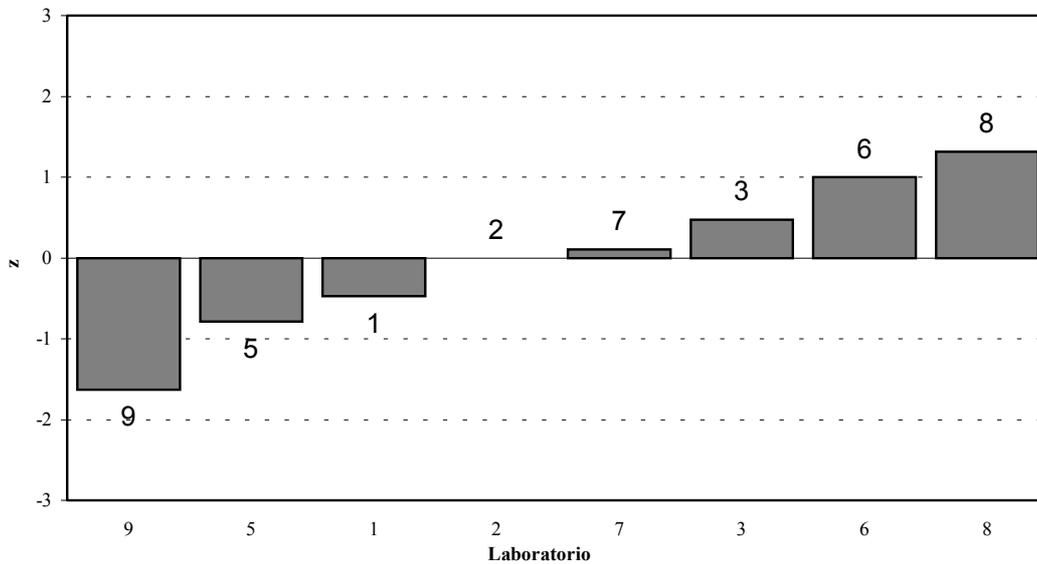


Gráfico 32
Parámetro z - W (40)

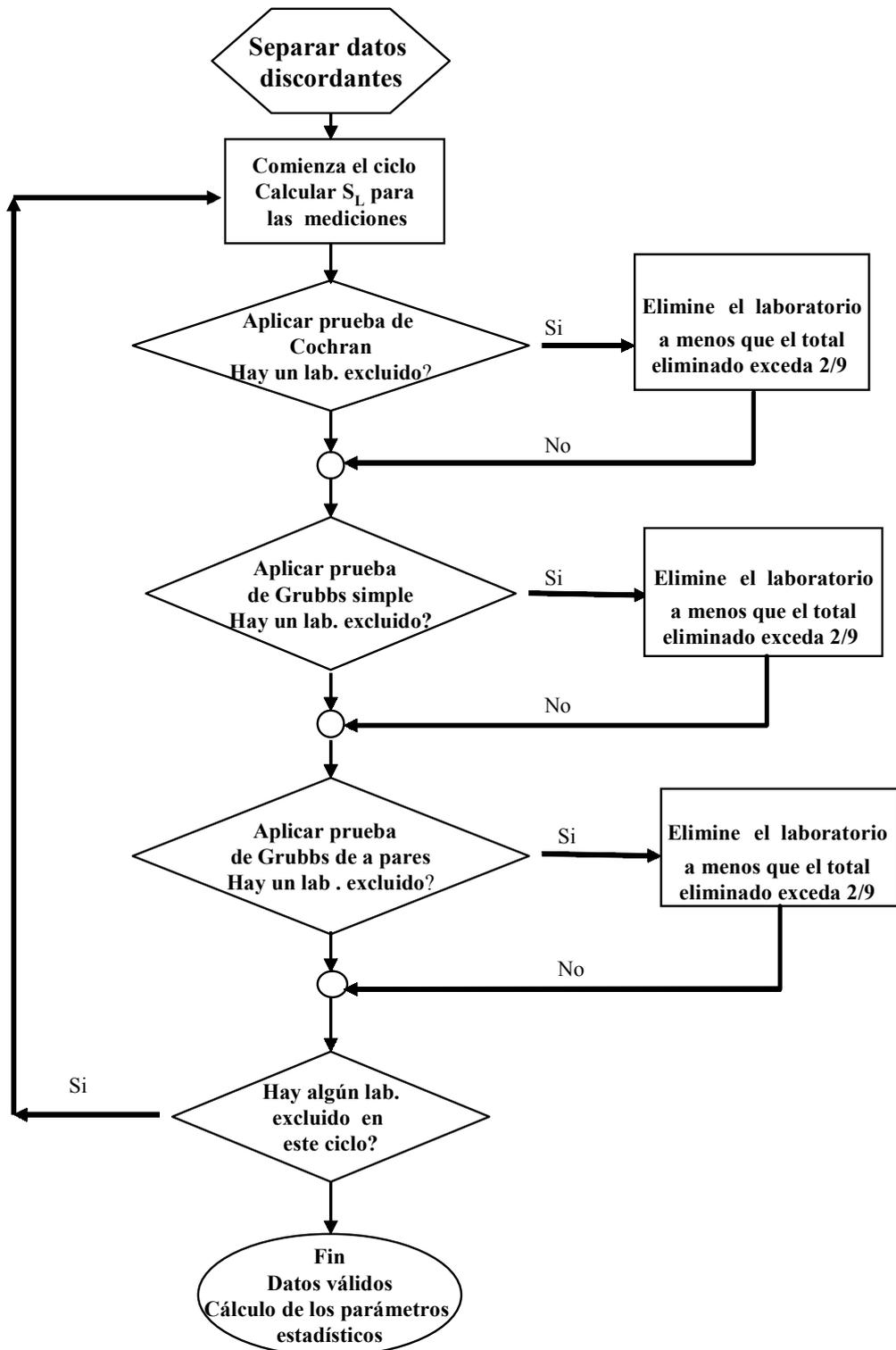


Laboratorio cuyo valor excede el ámbito del gráfico:

Lab	z
10	10,2

ANEXO 2

Diagrama de tratamiento estadístico



ANEXO 3

Definiciones de repetibilidad y reproducibilidad de un método de ensayo

Resultado de un ensayo: Es el valor de una característica obtenido mediante la realización de un método determinado. El método puede especificar que se realicen un cierto número de observaciones y que reporte el promedio como resultado del ensayo. También puede requerir que se apliquen correcciones estándar. Por lo tanto puede suceder que un resultado individual provenga de varios valores observados.

Precisión: Es el grado de acuerdo entre resultados mutuamente independientes de un ensayo, que se obtuvieron bajo condiciones especificadas.

Repetibilidad: Indica el grado de acuerdo entre resultados mutuamente independientes de un ensayo, obtenidos utilizando el mismo método, en idénticos materiales, en el mismo laboratorio, por el mismo operador, usando el mismo equipo y en un corto intervalo de tiempo.

Desvío estándar de repetibilidad: Es el desvío estándar de los resultados de un ensayo obtenido en las condiciones mencionadas en el párrafo anterior. Es un parámetro de la dispersión de los resultados de un ensayo en condiciones de repetibilidad.

Valor de repetibilidad r: Es el valor por debajo del cual se espera que se encuentre, con una probabilidad del 95%, la diferencia absoluta entre dos valores individuales del resultado de un ensayo, obtenidos en condiciones de repetibilidad.

Reproducibilidad: Indica el grado de acuerdo entre resultados mutuamente independientes de un ensayo obtenidos con el mismo método, en idénticos materiales, en diferentes laboratorios, con diferentes operadores y utilizando distintos equipos.

Desvío estándar de la reproducibilidad: Es el desvío estándar de los resultados de ensayos obtenidos en condiciones de reproducibilidad. Es un parámetro que indica la dispersión de la distribución de resultados de un ensayo en condiciones de reproducibilidad.

Valor de reproducibilidad r: Es el valor por debajo del cual se espera que se encuentre, con una probabilidad del 95%, la diferencia absoluta entre dos valores individuales del resultado de un ensayo, obtenidos en condiciones de repetibilidad.

Tratamiento de los resultados

Definiciones

n = número de datos

Valor medio = $x_{1/2}$ = media aritmética = $(\sum x_i) / n$

Desvío estándar = $S_d = [\sum (x_i - x_{1/2})^2 / n-1]^{1/2}$

Desvío % respecto del valor medio = $[(x_i - x_{1/2}) / x_{1/2}] 100$

Desvío % respecto del valor de referencia = $[(x_i - x_{ref}) / x_{ref}] 100$

Definición del parámetro z

El primer paso para evaluar un resultado es calcular cuan apartado está ese dato del valor asignado o del valor de la referencia, es decir: x_i - valor ref. (ref. 2 y 5).

Muchos esquemas de evaluación de datos utilizan la relación entre esta diferencia y el valor del desvío estándar para comparar los resultados.

El valor del desvío estándar que se utiliza puede ser fijado a priori por acuerdo de los participantes en base a expectativas de desempeño. También puede ser estimado a partir de los resultados del interlaboratorio luego de eliminar los datos inconsistentes o fijarlo en base a métodos robustos para cada combinación de analito, material y ejercicio.

Cuando puede considerarse que un sistema analítico “se comporta bien”, z debiera presentar prácticamente una distribución normal, con un valor medio de cero y un desvío estándar unitario. En estas condiciones, un valor de $|z| > 3$ sería muy raro de encontrar en tal sistema e indica un resultado no satisfactorio, mientras que la mayoría de los resultados debieran tener valores tales que $|z| < 2$.

Es posible establecer entonces la siguiente clasificación:

$|z| \leq 2$ satisfactorio $2 < |z| < 3$ cuestionable $|z| \geq 3$ no satisfactorio

Prueba de Grubbs

Para calcular la estadística del test de Grubbs simple, se calcula el promedio para cada laboratorio (por lo menos de tres datos) y luego el desvío estándar de esos L promedios (designada como la s original). Se calcula el desvío standard del conjunto de los promedios luego de haber eliminado el promedio más alto (s_a) y lo mismo luego de haber eliminado el promedio más bajo (s_b).

Entonces se calcula la disminución porcentual en el desvío estándar como sigue:

$$100 \times [1 - (s_b / s)] \quad \text{y} \quad 100 \times [1 - (s_a / s)]$$

El mayor de estos dos decrecimientos porcentuales se compara con el valor crítico de Grubbs para el número de laboratorios considerado (probabilidad = 2,5 %) y cuando lo excede se rechaza, recomenzando el ciclo.

Prueba de Cochran

Dado un conjunto de desvíos estándar s_i , todas calculadas a partir del mismo número de replicados de resultados de ensayo, el criterio de Cochran resulta:

$$C = s_{\max}^2 / \sum s_i^2$$

Este valor de C se compara con el valor crítico de las correspondientes tablas para un 95% de nivel de confianza.

Se entra en la tabla con el número de observaciones asociadas a cada variancia (triplicado en este caso) y el número de variancias comparadas (número de participantes).

Si C excede el valor crítico tabulado, el dato del laboratorio correspondiente es rechazado y se reinicia el ciclo.

BIBLIOGRAFÍA

1. ISO 5725. Parts 1-6 (1994). Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.
2. ISO - CASCO 322 . Proficiency testing by interlaboratory comparisons.
Part 1 : Development and operation of proficiency testing schemes.
Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies.
3. ASTM E 691 - 79. Standard practice for conducting an interlaboratory test program to determine the precision of test methods.
4. Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies. Pure & Appl. Chem. , Vol. 67, 2, 331 - 343 (1995).
5. The international harmonized protocol for the proficiency testing of (chemical) analytical laboratories.
Pure & Appl. Chem., Vol. 65, 9, 2123 - 2144 (1993).
6. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Eurachem, 2º Ed. 2000.
7. Normas específicas:

Parámetro	Norma Aplicable	Norma Internacional
Humedad	Norma IRAM 15850 130 °C- 60 min	ISO 712
Cenizas	Norma IRAM 15851 920 °C – 90 min	ICC 104/1
Gluten húmedo y seco	Norma IRAM 15864	ICC- N° 155 AACC 38-12
Gluten seco	Norma IRAM 15864	ISO 6645
Gluten Index	Manual del fabricante	AACC 38-12 ICC 155
Falling Number	Norma IRAM 15862	AACC 56-81B ICC 107/1
Test de Zeleny	ICC N° 116	AACC 56-60
Alveograma	Norma IRAM 15857	ICC- N° 121 ISO 5530-4 AACC 54-30A
Farinograma	Norma IRAM 15855 (2000)	AACC 54-21 ICC- N° 115
Extensograma	Norma IRAM 15856	AACC 54-10 ICC- N° 115