

OAA ✓

Organismo
Argentino de
Acreditación



INTI

Instituto
Nacional
de Tecnología
Industrial

Av. Julio A. Roca 651 - 5° Piso Sectores 8 y 9
(1067) Buenos Aires, Argentina
TeleFax: 4349.3962
info@oaa.org.ar :: www.oaa.org.ar

Avenida General Paz 5445 :: CC 157
(B1650WAB) San Martín, Buenos Aires, Argentina
Teléfono (54 11) 4724-6200 / 300 / 400 int. 6323
Fax 4713-5311 :: interlab@inti.gov.ar :: www.inti.gov.ar

INTI – OAA – IAAC T 008 2012 PROGRAMA DE ENSAYO DE APTITUD

“COMPOSICIÓN PORCENTUAL EN HARINA DE TRIGO”

INFORME FINAL

Fecha de emisión: 15 de marzo de 2013



Instituto
Nacional
de Tecnología
Industrial

LISTA DE ORGANISMOS PARTICIPANTES

Cgcre Coordenação Geral de Acreditação
Brasil

IBMETRO Instituto Boliviano de Metrología-Dirección Técnica de Acreditación
Bolivia

EMA Entidad Mexicana de Acreditación
México

INDECOPI-SNA Instituto Nacional de la Defensa de la Competencia y de la Protección de la Propiedad Intelectual-Servicio Nacional de Acreditación
Perú

ONA Organismo Nacional de Acreditación
Paraguay

ONAC Organismo Nacional de Acreditación de Colombia
Colombia

OAA Organismo Argentino de Acreditación
Argentina

INDICE

1. INTRODUCCIÓN	4
2. MUESTRAS ENVIADAS	5
2.1. Preparación de las muestras	5
2.2. Homogeneidad	5
2.3. Estabilidad	5
2.4. Valores de referencia	5
3. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES	6
3.1. Datos enviados	6
3.2. Métodos de ensayo	6
4. TRATAMIENTO ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS	6
5. EVALUACION DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS	7
6. COMENTARIOS	8
ANEXO 1 - TABLAS	10
ANEXO 2 - GRÁFICOS	17

1. INTRODUCCIÓN

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 de aptitud, ya que esto permite controlar sus resultados y evaluar los métodos de ensayo.

Como respuesta a estos requerimientos, el Subcomité de laboratorios de la Cooperación Interamericana de Acreditación (IAAC) tiene como uno de sus objetivos el promover la realización de ensayos de aptitud en la región.

El Organismo Argentino de Acreditación, con el apoyo de INTI como proveedor, ha colaborado con el IAAC en esta tarea coordinando y organizando hasta el presente seis ensayos de aptitud: INTI – OAA – IAAC T 001 2006 Análisis de agua, INTI – OAA – IAAC T 002 2008 Análisis de carne, INTI – OAA – IAAC T 003 2009 Composición de Ácidos Grasos en Aceite Vegetal, INTI – OAA – IAAC T 005 2010 Conservadores en bebidas analcohólicas, INTI – OAA – IAAC T 007 2011 Minerales y vitamina C en leche en polvo e INTI – OAA – IAAC T008 2012 Composición porcentual en harina de trigo.

En el ejercicio del año 2006 participaron 70 laboratorios de la región de IAAC y 30 laboratorios de la región de APLAC (Asia – Pacífico).

En el ejercicio del año 2008 participaron 53 laboratorios de la región de IAAC, 7 laboratorios de la región de APLAC y se incorporaron 10 laboratorios de la región de SADCA (Sudáfrica).

En el ejercicio del año 2009 participaron 38 laboratorios de la región de IAAC, 13 laboratorios de la región de APLAC y 3 laboratorios de la región de SADCA.

En el ejercicio del año 2010 participaron 23 laboratorios de la región de IAAC, 13 laboratorios de la región de APLAC y 1 laboratorio de la región de SADCA.

En el ejercicio del año 2011 participaron 32 laboratorios de la región de IAAC, 4 laboratorios de la región de APLAC y 1 laboratorio de la región de SADCA.

En el presente ejercicio participaron 18 laboratorios de la región IAAC.

2. MUESTRAS ENVIADAS

2.1. Preparación de las muestras

Las muestras provienen de una harina comercial. Fue fraccionada en bolsas de 4kg que formaban parte de un lote homogéneo. Dos de estas se mezclaron durante 1 hora, y luego se fraccionaron en muestras de 100g que se envasaron en frascos de plástico, sellándose la tapa con cinta de embalaje.

Los recipientes de plástico fueron rotulados en orden creciente de llenado y asignados al azar a cada participante, así como para la evaluación de la homogeneidad y estabilidad.

2.2. Homogeneidad

Para la evaluación de la homogeneidad se analizó el parámetro humedad. Los valores obtenidos fueron satisfactorios de acuerdo a las variaciones asociadas a la repetibilidad del método de medición utilizado.

2.3. Estabilidad

Se analizaron las muestras luego de un intervalo de tiempo similar al transcurrido hasta que las muestras fueron analizadas por los participantes. Se obtuvieron valores satisfactorios comparados con los obtenidos en los ensayos de homogeneidad.

2.4. Valores de referencia

Para la evaluación del desempeño de los laboratorios participantes se utilizó el valor de consenso estimado como se describe en el ítem 4: tratamiento estadístico de los resultados.



3. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES

3.1. Datos enviados

Los datos enviados por los participantes pueden verse en la Tabla 1 (Anexo 1).

Debido a problemas aduaneros las muestras no pudieron ingresar a Brasil, por este motivo, los laboratorios de este país no pudieron participar. No obstante esto, queda abierta la posibilidad de que estos participantes retiren muestras para medirlas y comparar sus resultados con los valores que figuran en este informe.

El número de cifras significativas y las unidades figuran tal como fueron informadas por los participantes.

El participante n° 1 analizó dos muestras. Esto se debió a que cuando se preparó su envío, dado que en otra oportunidad las autoridades aduaneras abrieron los frascos, se mandaron 2 muestras. De esta forma el participante contaría con 1 frasco de reserva cerrado y no tendría inconvenientes para realizar los análisis.

Dado que el participante analizó ambos frascos, se evaluaron los datos considerando cada muestra como un participante distinto, 1a y 1b.

En los gráficos 1 al 4 (Anexo 2) se muestran los datos enviados por los participantes con su incertidumbre para cada uno de los analitos en el caso de los participantes que la informaron.

Se muestran además, el valor medio interlaboratorio y desviaciones estándar obtenidos aplicando el procedimiento estadístico descrito en el punto 4.

3.2. Métodos de ensayo

Las técnicas y los métodos de análisis utilizados por los participantes fueron los indicados en los requisitos del instructivo y se muestran en la Tabla 2. En la tabla 3 se detalla qué participantes se encuentran acreditados para los ensayos.

4. TRATAMIENTO ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS

Para el parámetro humedad, como primera etapa del tratamiento estadístico de los resultados, se procedió al examen de los datos, descartándose aquellos en los que las diferencias entre duplicados excedieran los valores especificados en las normas de referencias AACC-44-40.01 (estufa de vacío) y AACC-44-15.02 (estufa de aire forzado). Esta última norma establece el siguiente criterio: la diferencia de replicados no debe superar

0,2% de humedad. En consecuencia, se descartaron los datos del participante n°10 enviados para este parámetro, ya que la diferencia entre los duplicados fue de 0.3%.

Para la estimación del valor de consenso y la desviación estándar interlaboratorio se aplicó la metodología que se describe a continuación.

Método Robusto

El valor de consenso se calculó como el promedio robusto de los resultados informados por los participantes del ensayo, utilizando el Algoritmo A que se describe en la norma ISO 5725. (1994) Parte 6 (ref. 1). No se descarta ningún dato anómalo previamente a la aplicación de este método.

Para la estimación de la desviación estándar interlaboratorio robusta se utiliza el Algoritmo A también descrito en la mencionada norma.

El resumen de los resultados obtenidos por medio de este método se muestra en la siguiente tabla.

	Valor medio interlab.	Desviación estándar interlab.	Desviación estándar relativa porcentual	Incertidumbre del valor medio
Humedad (g/100g)	13,40	0,61	4,6	0,20
Cenizas (g/100g BS)	0,657	0,062	9,4	0,019
Nitrógeno total (g/100g)	1,771	0,080	4,5	0,023
Materia grasa (g/100g)	1,49	0,63	42,1	0,19

En la Tabla 4 pueden verse los desvíos del promedio de los resultados de cada laboratorio respecto del valor de consenso.

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 la concentración de los analitos de la muestra enviada. En este caso es el valor medio robusto obtenido como se describió anteriormente.

r = número de replicados informados (1, 2, 3)

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

Los valores del parámetro z así obtenidos pueden verse en los gráficos 5 al 8 (anexo 2) y en la Tabla 5 (anexo 1).

De acuerdo con lo establecido en las normas de referencia es posible clasificar a los laboratorios de la siguiente forma:

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

6. COMENTARIOS

Si bien se puede observar que la desviación estándar del valor obtenido en el interlaboratorio para el parámetro de materia grasa es elevada, esto puede atribuirse a la dispersión asociada con la metodología utilizada. La determinación de dicho parámetro consta de una hidrólisis ácida y una extracción con solvente orgánico, para esto no todos los participantes utilizaron las mismas condiciones de hidrólisis y posterior extracción, por lo que se puede inferir que además de la variabilidad intrínseca de la metodología, existe otra asociada a las condiciones ya mencionadas.

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

	$ z \leq 2$	$2 < z < 3$	$ z \geq 3$
Humedad	13	2	-
Cenizas	17	-	-
Nitrógeno total	16	1	1
Materia grasa	18	-	-

- Una dificultad, reiterada en distintos ejercicios organizados por INTI, radica en la diferente cantidad de cifras significativas utilizadas por los laboratorios en los datos que envían. Los laboratorios deberían tener en cuenta que el número de cifras significativas con los que deben consignar sus resultados queda determinado por la incertidumbre de medición del parámetro en cuestión.
- Algunos participantes no realizan la estimación de la incertidumbre. De los participantes que sí informan incertidumbres en algunos casos ésta parecería estar evaluada incorrectamente. A continuación se muestran algunos ejemplos:
 - Laboratorios que informaron una incertidumbre aparentemente subestimada: por ej, participante n° 7. Otro caso es el de los laboratorios cuyos replicados varían más que la incertidumbre informada: por ej, participantes n°22, 1b.
 - Laboratorios que informaron una incertidumbre aparentemente sobreestimada: por ej, participantes n°8, 9.
 - El laboratorio n° 16 informó la incertidumbre en forma porcentual en lugar de la incertidumbre expandida.



Instituto
Nacional
de Tecnología
Industrial

ANEXO 1 - TABLAS

Tabla 1
Datos enviados por los participantes

Part. N°	Humedad (g/100 g)				Cenizas (g/100 g BS)				Nitrógeno total (g/100 g)				Materia grasa (g/100 g)			
	Dato 1	Dato 2	Promedio	U exp	Dato 1	Dato 2	Promedio	U exp	Dato 1	Dato 2	Promedio	U exp	Dato 1	Dato 2	Promedio	U exp
1a	12,14	11,99	12,07	0,11	0,65	0,65	0,65	0,00	1,93	1,92	1,93	0,01	1,00	1,00	1,00	0,00
1b	11,79	11,79	11,79	0,00	0,75	0,70	0,72	0,04	2,01	1,91	1,96	0,07	1,00	1,05	1,03	0,04
4	13,59	13,61	13,6	ni	0,57	0,59	0,58	ni	1,78	1,75	1,77	ni	0,93	0,94	0,94	ni
5	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	1,73	1,76	1,74	0,075	2,66	2,65	2,65	0,014
6	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	2,36	2,36	2,36	0,0014
7	12,6923	12,6118	12,6520	0,0012	0,6352	0,6353	0,6353	0,0008	1,72	1,72	1,72	0,20	1,073	1,082	1,078	0,008
8	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	1,74	1,76	1,75	0,88	1,45	1,42	1,435	0,15
9	13,84	13,84	13,84	0,002	0,71	0,70	0,71	0,68	1,77	1,75	1,76	0,93	1,48	1,50	1,49	0,36
10	13,35	13,64	13,50	ni	0,627	0,645	0,636	ni	1,82	1,85	1,84	ni	1,04	1,08	1,06	ni
11	13,73	13,54	13,63	0,020	0,7176	0,7042	0,7109	0,14	1,73	1,76	1,74	0,019	1,41	1,43	1,42	0,087
12	13,47	13,41	13,44	0,08	0,70	0,69	0,70	0,02	1,66	1,69	1,68	0,08	1,11	1,04	1,08	0,03
14	13,21	13,28	13,24	0,17	0,61	0,59	0,60	0,06	1,71	1,73	1,72	0,26	1,18	1,19	1,18	0,07
16*	13,186	13,207	13,197	1,36%	0,730	0,737	0,734	2,33%	1,721	1,726	1,724	3,93%	1,027	1,031	1,029	4,47%
17	13,626	13,693	13,659	0,067	0,672	0,687	0,679	0,015	1,726	1,708	1,717	0,018	1,636	1,605	1,621	0,032
18	14,0	14,2	14,1	ni	0,5761	0,5791	0,5776	ni	10,0	9,9	9,95	ni	ni	ni	ni	ni
20	13,02	12,99	13,00	0,042	0,66	0,63	0,645	0,042	1,80	1,78	1,79	0,029	1,71	1,68	1,695	0,0458
21	13,82	13,82	13,82	0,29	0,58	0,57	0,57	0,04	1,71	1,71	1,71	0,15	1,11	1,12	1,11	0,01
22	13,7	13,8	13,8	0,24	0,6	0,7	0,7	0,03	1,9	1,8	1,85	0,35	2,4	2,6	2,5	0,37
23	14,03	14,05	14,04	0,062	0,68	0,67	0,675	0,017	1,71	1,70	1,705	0,074	2,55	2,54	2,545	0,088

ni: no informa

* El laboratorio n°16 informó la incertidumbre en forma porcentual en lugar de la incertidumbre expandida

Tabla 2
Métodos utilizados por los participantes

Nº Part.	Contenido de humedad	Contenido de Cenizas	Nitrógeno Total	Materia grasa
01	AOAC 925.10	AOAC 923.03	AOAC 990.3	Soxhlet
4	AACC 44-15.02	AOAC 923.03: 1923	ISO 5983-1:2005	GAFTA 3:0:2003
5	--	--	Kjeldahl con tubo Foss	Hidrólisis ácida y extracción
6	--	--	--	Hidrólisis ácida
7	Estufa con circulación de aire a 100°C y se lleva peso constante	Determinación realizada por calcinación.	Kjeldahl	Soxhlet
8	--	--	NMX-F-608-NORMEX-2002	NMX-F-089-S-1978 (Soxhlet)
9	AOCS Bc2-49	AOCS Bc 5-49	AOCS Bc 4-91	AOCS Bc 3-49
10	Estufa con circulación de aire a 105°C y se lleva a peso constante	Determinación realizada por calcinación en en mufla, a 600°C por 2 h	Kjeldahl	Soxhlet
11	NOM-247-SSA1-2008 AACC 44-15.02	NMX-F-NORMEX-2002 AOAC 923.03	NMX-F-608-NORMEX-2011	NOM-086-SSA1-1994
12	AACC 44-15.02	AOAC 923.03 (ed 18 2005)	Kjeldahl	Extracción Soxhlet
14	AACC 44.40.01 11th ed 2009	AOAC 923.03, C32, 18th ed. 2005	NTP 205.005.1979 (Kjeldahl)	NTP.2005.006.1980 (revisada 2011)
16	NOM-117-SSA1-1994	NMX-F-607-Normex-2002	microkjeldahl	NMX-615-Normex-2004 (Soxhlet)

**Tabla 2 (cont.)
Métodos utilizados por los participantes**

Nº Part.	Contenido de humedad	Contenido de Cenizas	Nitrógeno Total	Materia grasa
17	AACC 4.15	AOAC 923.03	NMX-F-608-NORMEX-2011	NOM-086-SSA1-1994
18	Estufa 130°C 1h y se enfria en desecador y se pesa	Tratamiento con MrAcoty calcinación en mufla a 850°C	Kjeldahl	N/A
20	Estufa 130°C 1,5h y se lleva a peso cte en desecador	AOAC 923.03 Ed.18	AOAC 988.05 Ed.18 Kjeldahl	AOAC 922.06 Ed. 18
21	Estufa 130°C 2h y se enfria en desecador y se pesa	Determinación realizada por calcinación en en mufla, a 550°C por 10 h	Kjeldahl	Soxhlet
22	AOAC 925.10	AOAC 923.03	Kjeldahl	Extracción de solventes - tubo de majonia
23	AACC 44-15.02	AOAC 923.03	NMX-F-608-NORMEX-2011	NMX-F-427-NORMEX-2006

Tabla 3
Ensayos acreditados

Nº part	¿Tiene acreditado el ensayo?			
	Humedad	Cenizas	Nitrógeno	Materia grasa
1	NO	NO	NO	NO
4	NO	NO	NO	NO
5	NO	NO	NO	NO
6	NA	NA	NA	SI
7	SI	SI	SI	SI
8	NA	NA	SI	SI
9	SI	SI	SI	SI
10	NO	NO	NO	NO
11	SI	SI	SI	SI
12	SI	SI	SI	SI
14	SI	SI	SI	SI
16	SI	SI	SI	SI
17	NO	NO	NO	NO
18	SI	SI	SI	SI
20	SI	SI	SI	SI
21	SI	NO	SI	NO
22	SI	SI	NO	ND
23	SI	SI	SI	SI

NA: No aplica

Tabla 4
Desvíos respecto del valor medio interlaboratorio

Nº Part	Humedad (g/100 g)		Cenizas (g/100 g BS)		Nitrógeno total (g/100 g)		Materia grasa (g/100 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
1a	12,07	-9,9	0,650	-1,1	1,93	9,0	1,00	-32,9
1b	11,79	-12,0	0,720	9,6	1,96	10,7	1,03	-30,9
4	13,6	1,5	0,580	-11,7	1,77	-0,1	0,94	-36,9
5	-	-	-	-	1,74	-1,8	2,65	77,9
6	-	-	-	-	-	-	2,36	58,4
7	12,652	-5,6	0,635	-3,3	1,72	-2,9	1,08	-27,7
8	-	-	-	-	1,75	-1,2	1,44	-3,7
9	13,84	3,3	0,710	8,1	1,76	-0,6	1,49	0,0
10	-	-	0,636	-3,2	1,84	3,9	1,06	-28,9
11	13,63	1,7	0,711	8,2	1,74	-1,8	1,42	-4,7
12	13,44	0,3	0,700	6,5	1,68	-5,1	1,08	-27,5
14	13,24	-1,2	0,600	-8,7	1,72	-2,9	1,18	-20,8
16	13,197	-1,5	0,734	11,7	1,72	-2,7	1,03	-30,9
17	13,659	1,9	0,679	3,3	1,72	-3,0	1,62	8,8
18	14,1	5,2	0,578	-12,1	9,95	461,8	-	-
20	13	-3,0	0,645	-1,8	1,79	1,1	1,70	13,8
21	13,82	3,1	0,570	-13,2	1,71	-3,4	1,11	-25,5
22	13,8	3,0	0,700	6,5	1,85	4,5	2,50	67,8
23	14,04	4,8	0,675	2,7	1,71	-3,7	2,55	70,8

Tabla 5
Parámetro z

Nro Part	Humedad	Cenizas	Nitrógeno total	Materia grasa
1a	-2,2	-0,1	2,0	-0,8
1b	-2,6	1,0	2,4	-0,7
4	0,3	-1,3	0,0	-0,9
5	-	-	-0,4	1,8
6	-	-	-	1,4
7	-1,2	-0,4	-0,6	-0,7
8	-		-0,3	-0,1
9	0,7	0,8	-0,1	0,0
10	-	-0,4	0,9	-0,7
11	0,4	0,9	-0,4	-0,1
12	0,1	0,7	-1,2	-0,7
14	-0,3	-0,9	-0,6	-0,5
16	-0,3	1,2	-0,6	-0,7
17	0,4	0,3	-0,7	0,2
18	1,1	-1,3	102,8	-
20	-0,7	-0,2	0,2	0,3
21	0,7	-1,4	-0,8	-0,6
22	0,7	0,7	1,0	1,6
23	1,0	0,3	-0,8	1,7



Instituto
Nacional
de Tecnología
Industrial

ANEXO 2 - GRÁFICOS

Gráfico 1
Datos enviados por los participantes - Humedad

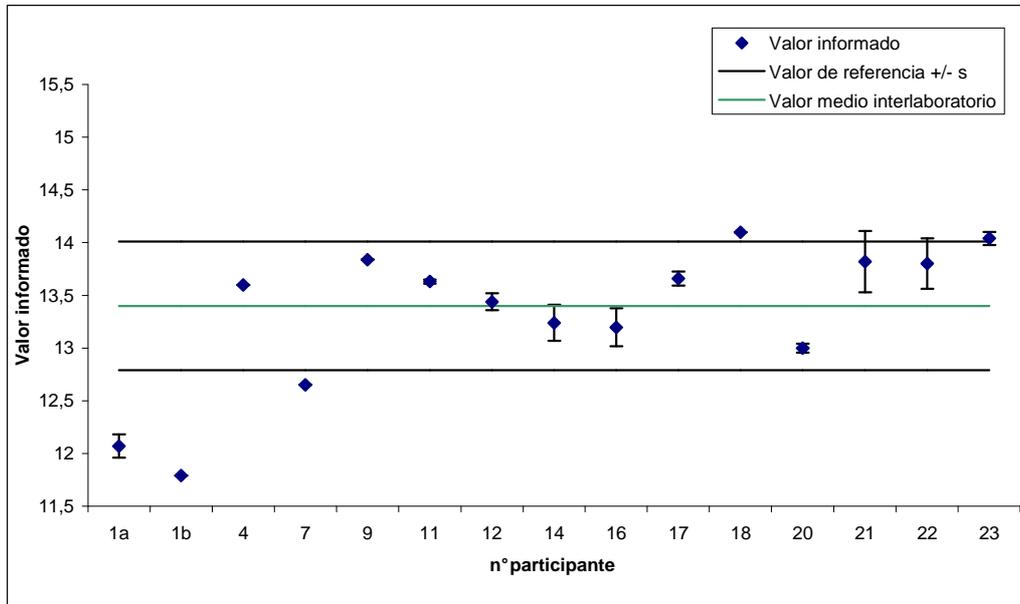
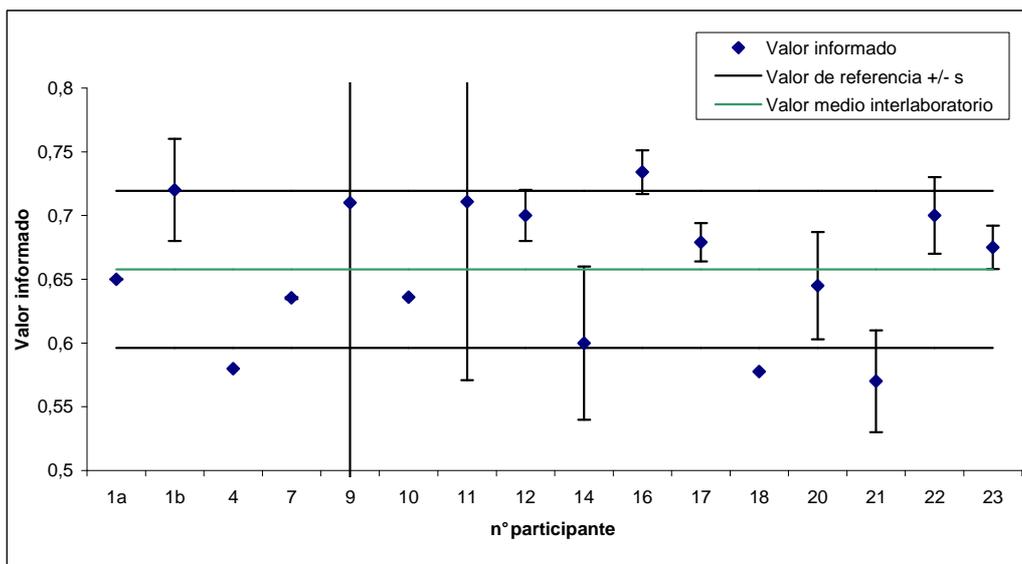


Gráfico 2
Datos enviados por los participantes - Cenizas



Los valores de incertidumbre informados por los participantes n°9 y 11 exceden los límites del gráfico

Gráfico 3
Datos enviados por los participantes - Materia grasa

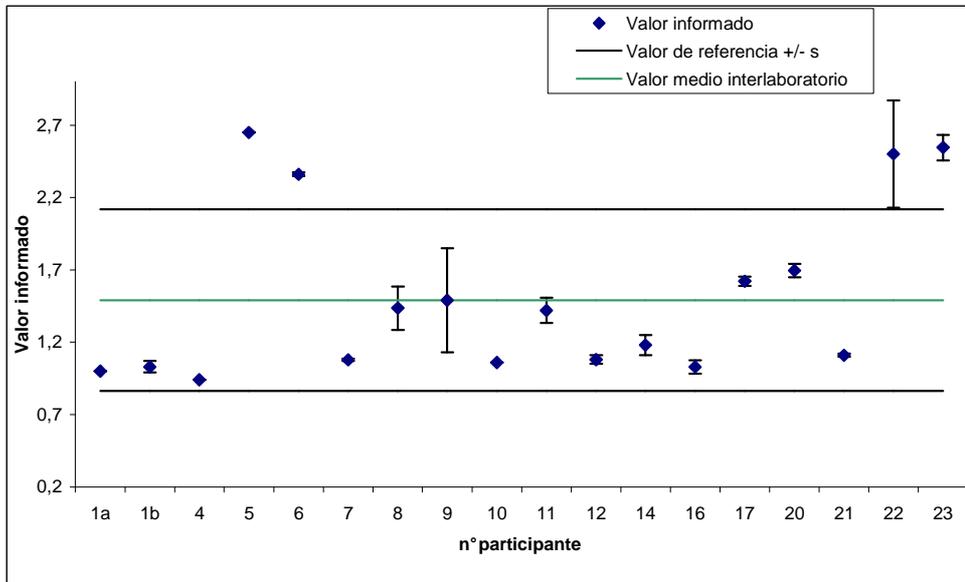
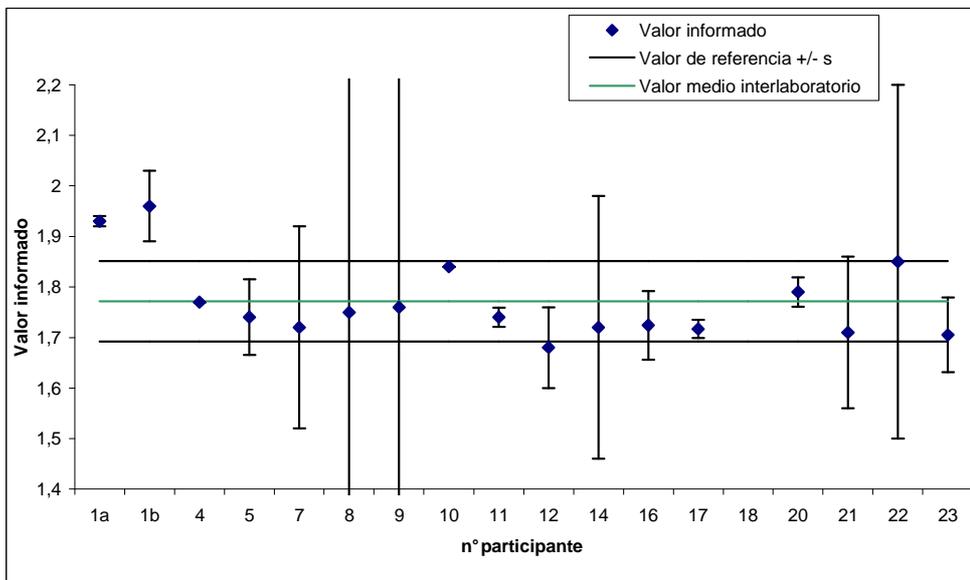


Gráfico 4
Datos enviados por los participantes - Nitrógeno total



Los valores de incertidumbre informados por los participantes n°8 y 9 exceden los límites del gráfico
 Dato que excede los límites del gráfico

n°part	V.medio
18	9,95

Gráfico 5
Parámetro z - Humedad

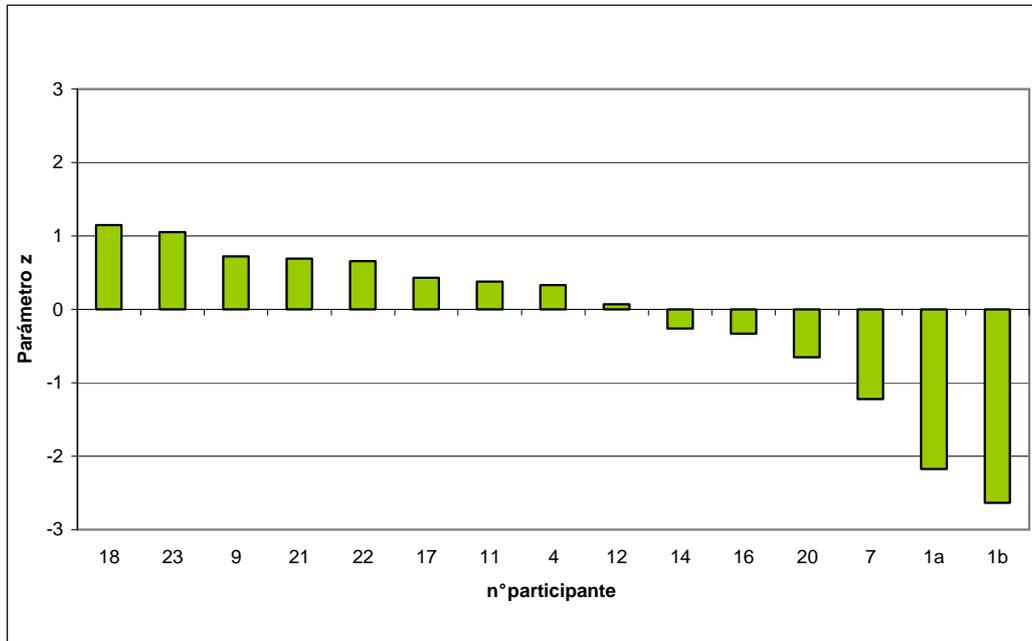


Gráfico 6
Parámetro z - Cenizas

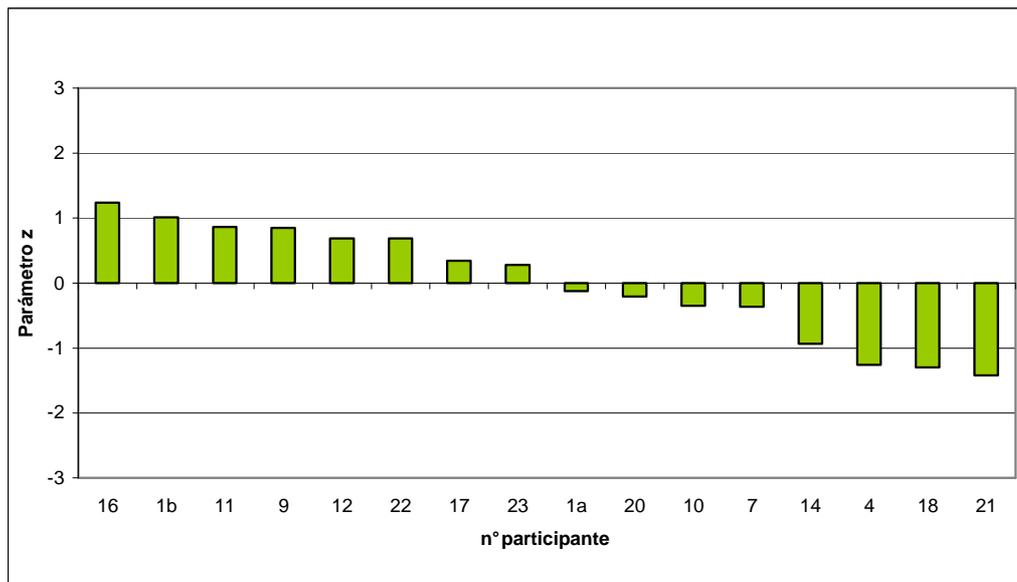


Gráfico 7
Parámetro z - Materia grasa

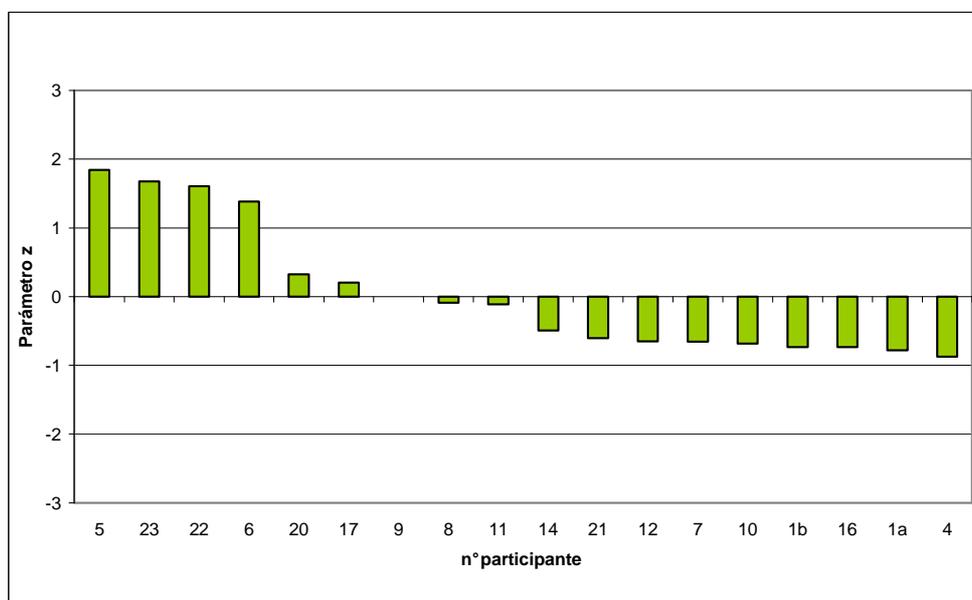
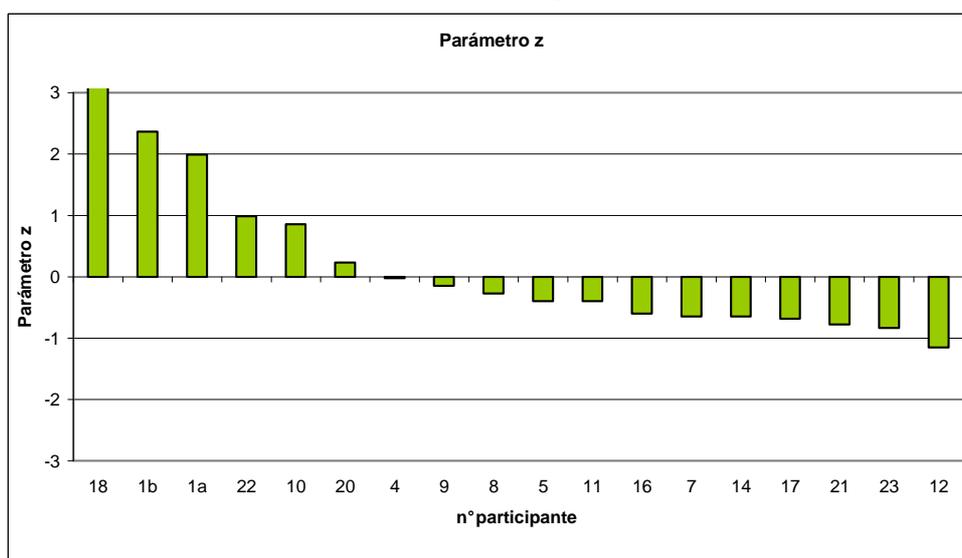


Gráfico 8
Parámetro z - Nitrógeno total



Dato que excede los límites del gráfico

n° part	z
18	102,8

BIBLIOGRAFIA

1. ISO 5725. Parts 1-6 (1994). Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.
2. ISO 13528 (2005). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
3. ISO/IEC 17043 Conformity assessment — General requirements for proficiency testing. (First edition 2010-02-01)
4. ASTM E 691 - 79. Standard practice for conducting an interlaboratory test program to determine the precision of test methods.
5. Protocol for the design, conduct and interpretation of method - performance studies. Pure & Appl. Chem., Vol. 67, 2, 331 - 343 (1995).
6. The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories. Pure & Appl. Chem., Vol. 78, 1, 145 - 196 (2006).
7. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Eurachem, Second edition (2000).
8. Guide to the expression of uncertainty in measurement. ISO, Geneva, Switzerland. 1993.