

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](http://www.inti.gov.ar)  
[interlab@inti.gov.ar](mailto:interlab@inti.gov.ar)



---

**ENSAYO INTERLABORATORIO**  
“Determinación de Parámetros de Calidad  
en Harinas de trigo”

Año 2004

---

## Lista de Participantes

**Andrés Logomarsino e Hijos S.A.**

Manuel Estévez 58  
Avellaneda – Buenos Aires  
Argentina

**Andrés Logomarsino e Hijos S.A.**

Calle 9 y 34  
Navarro – Buenos Aires  
Argentina

**Cámara Arbitral de Cereales  
de Bahía Blanca**

Saavedra 636 3º piso  
Bahía Blanca – Buenos Aires  
Argentina

**Cámara Arbitral de la Bolsa de Cereales**

Bouchard 454 10º piso  
Buenos Aires  
Argentina

**CANEPA Hnos.**

Carlos Pellegrini 394  
Chivilcoy – Buenos Aires  
Argentina

**Gastaldi Hnos. S.A.**

Belgrano 42  
Gral. Deheza – Buenos Aires  
Argentina

**Molino Carlos Boero Romano**

Bv. 25 de mayo 2195  
San Francisco – Córdoba  
Argentina

**Molino Guglielmetti SACIA**

Bautista Guglielmetti N°22  
Buenos Aires  
Argentina

**Molisud S.A.**

Boulevard Mengelle 762  
Buenos Aires  
Argentina

**S.A. Miguel Campodónico LTDA**

Calle 58 N° 331  
La Plata – Buenos Aires  
Argentina

**SAGEMULLER S.A.**

H. Yrigoyen 1386  
Buenos Aires  
Argentina

**SENASA – Coordinación General  
de Laboratorio Vegetal**

Ing. Huergo 1001  
Buenos Aires  
Argentina

## 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 dos harinas comerciales suministradas por dos proveedores. 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 guardaron muestras envasadas de igual forma en los tres tamaños correspondientes, 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
<b>Parámetros generales</b>	<b>Humedad (g/100 g)</b>	20	13,20
	<b>Cenizas (g/100 g BS)</b>	8	0,74
	<b>Gluten húmedo (g/100 g B14%)</b>	12	25,34
	<b>Gluten seco (g/100 g B14%)</b>	12	9,43
	<b>Falling number (seg)</b>	6	413,6
	<b>Gluten index</b>	6	99,3
	<b>Test de Zeleny (ml)</b>	12	27,5
<b>Alveograma</b>	<b>Tenacidad (P) (mm H<sub>2</sub>O)</b>	12	103,8
	<b>Hinchamiento (G)</b>	12	19,41
	<b>Longitud (L) (mm)</b>	12	76,5
	<b>Relación P/G</b>	12	5,3
	<b>Relación P/L</b>	12	1,4
	<b>Trabajo de deformación (W x 10<sup>-4</sup> Joules)</b>	12	282
	<b>le (%)</b>	12	56,0

		N° de ensayos	Valor medio obtenido
Extensograma	<b>Absorción de agua (ml / 100g B14%)</b>	6	59,2
	<b>Tiempo 45 min</b>		
	<b>Energía (cm<sup>2</sup>)</b>	6	97
	<b>Resistencia (UE)</b>	6	389
	<b>Extensibilidad (mm)</b>	6	151
	<b>Relacion R/E</b>	6	2,6
	<b>Tiempo 90 min</b>		
	<b>Energía (cm<sup>2</sup>)</b>	6	106
	<b>Resistencia (UE)</b>	6	484
	<b>Extensibilidad (mm)</b>	6	140
	<b>Relacion R/E</b>	6	3,5
	<b>Tiempo 135 min</b>		
	<b>Energía (cm<sup>2</sup>)</b>	6	104
	<b>Resistencia (UE)</b>	6	513
	<b>Extensibilidad (mm)</b>	6	138
	<b>Relacion R/E</b>	6	3,7

### 3. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES

Los datos enviados por los participantes pueden verse en las Tablas 1 a 4, del anexo 1. En los gráficos 1 al 17 se puede observar la desviación de todos los resultados respecto del valor de referencia para cada parámetro. Se indica además, en los gráficos, el valor medio interlaboratorio y la desviación estándar interlaboratorio obtenidos 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:

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

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 <sub>L</sub> )	Desviación estándar interlab. relativa porcentual (s <sub>L</sub> relativa %)
<b>Parámetros generales</b>	<b>Humedad (g/100 g)</b>	<b>13,29</b>	<b>0,26</b>	<b>2 %</b>
	<b>Cenizas (g/100 g BS)</b>	<b>0,705</b>	<b>0,018</b>	<b>2,5 %</b>
	<b>Gluten húmedo (g/100 g B14%)</b>	<b>25,41</b>	<b>0,96</b>	<b>3,8 %</b>
	<b>Gluten seco (g/100 g B14%)</b>	<b>9,15</b>	<b>0,34</b>	<b>3,7 %</b>
	<b>Falling number (seg)</b>	<b>418</b>	<b>30</b>	<b>7,2 %</b>
<b>Alveograma</b>	<b>Tenacidad (P) (mm H<sub>2</sub>O)</b>	<b>110,5</b>	<b>8,3</b>	<b>7,5 %</b>
	<b>Hinchamiento (G)</b>	<b>18,31</b>	<b>0,84</b>	<b>4,6 %</b>
	<b>Longitud (L) (mm)</b>	<b>66,9</b>	<b>6,8</b>	<b>10,2 %</b>
	<b>Relación P/G</b>	<b>6,11</b>	<b>0,71</b>	<b>11,7 %</b>
	<b>Relación P/L</b>	<b>1,65</b>	<b>0,19</b>	<b>11,7 %</b>
	<b>Trabajo de deformación (W x 10<sup>-4</sup> Joules)</b>	<b>285</b>	<b>22</b>	<b>7,9 %</b>
	<b>le (%)</b>	<b>57,4</b>	<b>2,2</b>	<b>3,9 %</b>
	<b>W (40) (W x 10<sup>-4</sup> Joules)</b>	<b>186,9</b>	<b>8,3</b>	<b>4,4 %</b>
<b>Farinograma</b>	<b>Absorción de agua (ml / 100g B14%)</b>	<b>61,0</b>	<b>1,0</b>	<b>1,6 %</b>
	<b>Tiempo de desarrollo (min)</b>	<b>11,92</b>	<b>0,88</b>	<b>7,4 %</b>
	<b>Estabilidad (min)</b>	<b>17,0</b>	<b>2,2</b>	<b>12,7 %</b>
	<b>Aflojamiento (UF)</b>	<b>41,1</b>	<b>5,9</b>	<b>14,3 %</b>

Los resultados del análisis estadístico pueden observarse en las Tablas 5, 6 y 7.

En las Tablas 8, 9 y 10 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 18 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.

	$ z  \leq 2$	$2 <  z  < 3$	$ z  \geq 3$
<b>Humedad</b>	12	---	---
<b>Cenizas</b>	11	---	---
<b>Gluten húmedo</b>	12	---	---
<b>Gluten seco</b>	11	---	---
<b>Falling number</b>	11	1	---
<b>Tenacidad (P)</b>	12	---	---
<b>Hinchamiento (G)</b>	10	2	---
<b>Longitud (L)</b>	11	1	---
<b>Relación P/G</b>	11	---	---
<b>Relación P/L</b>	10	2	---
<b>Trabajo de deformación</b>	12	---	---
<b>le</b>	9	---	---
<b>W (40)</b>	7	---	1
<b>Absorción de agua</b>	8	---	---
<b>Tiempo de desarrollo</b>	6	---	2
<b>Estabilidad</b>	7	---	1
<b>Aflojamiento</b>	7	1	---

El parámetro Gluten Index, 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.

A fin de poder contar con alguna comparación, en la siguiente tabla se muestran los valores medios de los datos informados por los participantes para estos parámetros y los datos obtenidos por el laboratorio de INTI en los ensayos de homogeneidad.

Parámetros generales		INTI	Lab. 1	Lab. 2	Lab. 3	Lab. 8
	Gluten index	99,3	97,5	97	100	99,5
	Test de Zeleny (ml)	27,5	---	29	33,5	---

Extensograma		INTI	Lab. 5	Lab. 7
	Absorción de agua (ml / 100g B14%)	59,2	62	59,6
	<b>Tiempo 45 min</b>			
	Energía (cm <sup>2</sup> )	97	82	---
	Resistencia (UE)	389	270	390
	Extensibilidad (mm)	151	162	160,5
	Relacion R/E	2,6	1,7	2,4
	<b>Tiempo 90 min</b>			
	Energía (cm <sup>2</sup> )	106	90	---
	Resistencia (UE)	484	340	460
	Extensibilidad (mm)	140	152	146,5
	Relacion R/E	3,5	2,2	3,1
	<b>Tiempo 135 min</b>			
	Energía (cm <sup>2</sup> )	104	98	---
	Resistencia (UE)	513	310	480
	Extensibilidad (mm)	138	157	147
	Relacion R/E	3,7	2,0	3,3



**ANEXO 1**  
**Tablas y gráficos**

**Tabla 1**  
**Datos enviados por los participantes - Parámetros Generales**

N° Part	Contenido de humedad (g/100 g)		Contenido de Cenizas (g/100 g BS)		Gluten Húmedo (g/100 g B14%)		Gluten seco (g/100 g B14%)		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	13,50	13,50	0,71	0,71	26,90	26,60	9,30	9,30	0,97	0,98	398	395	*	*
02	13,35	13,33	0,72	0,72	26,96	26,68	9,04	8,94	97	97	424	438	29	29
03	13,46	13,50	0,74	0,74	25,20	25,30	9,50	9,60	100	100	436	437	33	34
04	13,45	*	0,69	0,69	25,50	25,30	9,40	9,40	*	*	461	470	*	*
05	12,77	12,82	0,68	0,68	24,80	24,90	9,30	9,30	*	*	381	388	*	*
06	13,30	13,30	0,72	0,71	26,10	25,70	9,30	9,20	*	*	470	466	*	*
07	13,00	13,20	0,68	0,69	25,50	25,50	8,94	9,67	*	*	410	402	*	*
08	12,90	12,90	0,69	0,69	23,60	23,30	8,50	8,50	0,99	1,00	430	427	*	*
09	13,40	13,40	0,69	0,71	24,40	24,48	8,77	8,91	*	*	371	376	*	*
10	13,55	13,75	*	*	24,60	24,60	8,80	8,90	*	*	409	400	*	*
11	13,35	13,31	0,71	0,71	25,80	26,00	9,50	9,60	*	*	464	512	*	*
12	13,60	13,60	0,72	0,71	26,00	26,00	*	*	*	*	403	403	*	*

**Tabla 2**  
**Datos enviados por los participantes - Alveograma**

Nº Part	Tenacidad (P) (mm H <sub>2</sub> O)		Hinchamiento (G)		Longitud (L) (mm)		Relación P/G		Relación P/L		Tbjo. de def. (W) W x 10-4 Joules		Ie (%)		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	114,0	112,0	18,2	18,3	67,0	68,0	6,26	6,12	1,70	1,65	278	272	54,4	53,4	193	187
02	114,0	113,0	18,9	18,6	72,0	70,0	6,00	6,10	1,59	1,62	305	294	58,3	57,5	199	196
03	114,0	116,0	17,7	17,8	63,0	64,0	6,44	6,51	1,81	1,81	279	285	57,9	58,2	*	*
04	102,0	103,0	19,5	19,1	77,0	74,0	5,59	5,39	1,33	1,38	295	287	61,2	61,2	181	182
05	107,0	109,0	18,7	19,0	71,0	73,0	*	*	1,51	1,49	274	287	56,0	56,6	183	187
06	120,0	119,0	16,8	16,2	58,0	54,0	7,17	7,33	2,09	2,22	281	264	59,4	57,3	219	207
07	113,0	114,0	19,3	19,2	76,0	75,0	5,85	5,93	1,50	1,52	315	314	58,8	58,8	197	198
08	102,0	105,0	16,7	16,9	57,0	58,0	6,11	6,21	1,79	1,81	233	243	57,3	58,7	178	184
09	103,0	104,0	18,6	18,8	70,0	71,0	5,50	5,50	1,47	1,46	260	267	55,1	55,0	175	177
10	125,0	123,0	18,3	18,3	68,0	68,0	6,84	6,73	1,84	1,81	317	318	*	*	*	*
11	94,8	93,5	19,9	20,7	80,4	87,0	4,80	4,50	1,18	1,07	276	287	*	*	*	*
12	117,2	115,0	17,0	17,2	59,0	60,0	6,89	6,69	1,99	1,92	296	310	*	*	*	*

**Tabla 3**  
**Datos enviados por los participantes - Farinograma**

Nº 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	59,60	59,50	11,60	11,70	16,60	16,70	44	44
02	60,70	60,60	11,60	10,30	15,40	15,40	47	48
03	60,40	60,30	12,00	12,30	16,90	17,40	41	40
04	61,70	61,60	12,00	11,50	18,00	17,50	40	40
05	62,30	62,30	2,40	2,30	4,70	5,30	50	45
06	*	*	*	*	*	*	*	*
07	60,00	60,70	2,20	2,20	14,50	13,10	28	35
08	*	*	*	*	*	*	*	*
09	60,80	60,80	13,50	13,50	17,30	17,80	37	36
10	62,50	62,90	11,50	11,50	21,00	21,00	25	30
11	*	*	*	*	*	*	*	*
12	*	*	*	*	*	*	*	*

**Tabla 4**  
**Datos enviados por los participantes - Extensograma**

Nº Part	Abs. de Agua		Tiempo 45 Minutos								Tiempo 90 Minutos							
	g/100g		Energía (cm <sup>2</sup> )		Resistencia UE		Extensibilidad mm		Relación R/E Relación		Energía (cm <sup>2</sup> )		Resistencia UE		Extensibilidad mm		Relación R/E Relación	
	D1	D2	D1	D2	D1	D2	D1	D2	D1	D2	D1	D2	D1	D2	D1	D2	D1	D2
01	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
02	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
03	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
04	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
05	*	62,0	82	*	270	*	162	*	1,67	*	90	*	340	*	152	*	2,24	*
06	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
07	59,6	59,6	*	*	380	400	160	161	2,37	2,48	*	*	440	480	146	147	3,01	3,27
08	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
09	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
10	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
11	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
12	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

Nº Part	Tiempo 135 Minutos							
	Energía (cm <sup>2</sup> )		Resistencia UE		Extensibilidad mm		Relación R/E Relación	
	D1	D2	D1	D2	D1	D2	D1	D2
01	*	*	*	*	*	*	*	*
02	*	*	*	*	*	*	*	*
03	*	*	*	*	*	*	*	*
04	*	*	*	*	*	*	*	*
05	98,00	*	310,00	*	157,00	*	1,97	*
06	*	*	*	*	*	*	*	*
07	*	*	490,00	470,00	141,00	153,00	3,48	3,07
08	*	*	*	*	*	*	*	*
09	*	*	*	*	*	*	*	*
10	*	*	*	*	*	*	*	*
11	*	*	*	*	*	*	*	*
12	*	*	*	*	*	*	*	*

**Tabla 5**  
**Resultados luego del tratamiento estadístico - Parámetros Generales**

N° Part	Contenido de humedad (g/100 g)		R	Contenido de Cenizas (g/100 g BS)		R	Gluten Húmedo (g/100 g B14%)		R	Gluten seco (g/100 g B14%)		R	Falling Number (Segundos)		R
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
	01	13,50		13,50			0,71	0,71			26,90		26,60		
02	13,35	13,33		0,72	0,72		26,96	26,68		9,04	8,94		424	438	
03	13,46	13,50		0,74	0,74		25,20	25,30		9,50	9,60		436	437	
04	13,45	*	<2	0,69	0,69		25,50	25,30		9,40	9,40		461	470	
05	12,77	12,82		0,68	0,68		24,80	24,90		9,30	9,30		381	388	
06	13,30	13,30		0,72	0,71		26,10	25,70		9,30	9,20		470	466	
07	13,00	13,20	F	0,68	0,69		25,50	25,50		8,94	9,67	C	410	402	
08	12,90	12,90		0,69	0,69		23,60	23,30		8,50	8,50		430	427	
09	13,40	13,40		0,69	0,71		24,40	24,48		8,77	8,91		371	376	
10	13,55	13,75	F	*	*		24,60	24,60		8,80	8,90		409	400	
11	13,35	13,31		0,71	0,71		25,80	26,00		9,50	9,60		464	512	F
12	13,60	13,60		0,72	0,71		26,00	26,00		*	*		403	403	

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 - Alveograma**

Nº Part	Tenacidad (P) (mm H <sub>2</sub> 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	114,0	112,0		18,2	18,3		67,0	68,0		6,26	6,12	
02	114,0	113,0		18,9	18,6		72,0	70,0		6,00	6,10	
03	114,0	116,0		17,7	17,8		63,0	64,0		6,44	6,51	
04	102,0	103,0		19,5	19,1		77,0	74,0		5,59	5,39	
05	107,0	109,0		18,7	19,0		71,0	73,0		*	*	
06	120,0	119,0		16,8	16,2	C	58,0	54,0		7,17	7,33	
07	113,0	114,0		19,3	19,2		76,0	75,0		5,85	5,93	
08	102,0	105,0		16,7	16,9		57,0	58,0		6,11	6,21	
09	103,0	104,0		18,6	18,8		70,0	71,0		5,50	5,50	
10	125,0	123,0		18,3	18,3		68,0	68,0		6,84	6,73	
11	94,8	93,5		19,9	20,7	C	80,4	87,0	C	4,80	4,50	
12	117,2	115,0		17,0	17,2		59,0	60,0		6,89	6,69	

Nº Part	Relación P/L		R	Tbjo. de def. (W) W x 10 <sup>-4</sup> Joules		R	Le (%)		R	W (40) W x 10 <sup>-4</sup> Joules		R
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
01	1,70	1,65		278	272		54,4	53,4		193	187	
02	1,59	1,62		305	294		58,3	57,5		199	196	
03	1,81	1,81		279	285		57,9	58,2		*	*	
04	1,33	1,38		295	287		61,2	61,2		181	182	
05	1,51	1,49		274	287		56,0	56,6		183	187	
06	2,09	2,22	I	281	264		59,4	57,3	C	219	207	C
07	1,50	1,52		315	314		58,8	58,8		197	198	
08	1,79	1,81		233	243		57,3	58,7		178	184	
09	1,47	1,46		260	267		55,1	55,0		175	177	
10	1,84	1,81		317	318		*	*		*	*	
11	1,18	1,07	I	276	287		*	*		*	*	
12	1,99	1,92		296	310		*	*		*	*	

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**  
**Resultados luego del tratamiento estadístico - Farinograma**

Nº 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	59,60	59,50		11,60	11,70		16,60	16,70		44	44	
02	60,70	60,60		11,60	10,30		15,40	15,40		47	48	
03	60,40	60,30		12,00	12,30		16,90	17,40		41	40	
04	61,70	61,60		12,00	11,50		18,00	17,50		40	40	
05	62,30	62,30		2,40	2,30	I	4,70	5,30	I	50	45	
06	*	*		*	*		*	*		*	*	
07	60,00	60,70		2,20	2,20	I	14,50	13,10		28	35	
08	*	*		*	*		*	*		*	*	
09	60,80	60,80		13,50	13,50		17,30	17,80		37	36	
10	62,50	62,90		11,50	11,50		21,00	21,00		25	30	I
11	*	*		*	*		*	*		*	*	
12	*	*		*	*		*	*		*	*	

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 8**  
**Desvíos respecto del valor medio interlaboratorio - Parámetros Generales**

N° Part	Contenido de humedad (g/100 g)		Contenido de Cenizas (g/100 g BS)		Gluten Húmedo (g/100 g B14%)		Gluten seco (g/100 g B14%)		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
01	13,50	1,55	0,71	0,66	26,75	5,29	9,30	1,61	396,5	-5,13
02	13,34	0,35	0,72	1,72	26,82	5,57	8,99	-1,78	431,0	3,12
03	13,48	1,40	0,74	4,91	25,25	-0,61	9,55	4,34	436,5	4,44
04	13,45	1,18	0,69	-1,97	25,40	-0,02	9,40	2,70	465,5	11,38
05	12,79	-3,76	0,68	-3,60	24,85	-2,18	9,30	1,61	384,5	-8,00
06	13,30	0,05	0,72	1,58	25,90	1,95	9,25	1,06	468,0	11,97
07	13,10	-1,46	0,69	-2,89	25,50	0,37	9,31	1,66	406,0	-2,86
08	12,90	-2,96	0,69	-2,18	23,45	-7,70	8,50	-7,13	428,5	2,52
09	13,40	0,80	0,70	-0,62	24,44	-3,80	8,84	-3,42	373,5	-10,64
10	13,65	2,68	*	*	24,60	-3,17	8,85	-3,31	404,5	-3,22
11	13,33	0,27	0,71	0,59	25,90	1,95	9,55	4,34	488,0	16,76
12	13,60	2,30	0,72	1,79	26,00	2,34	*	*	403,0	-3,58

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

**Tabla 9**  
**Desvíos respecto del valor medio interlaboratorio - Alveograma**

Nº Part	Tenacidad (P) (mm H <sub>2</sub> O)		Hinchariento (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	2,2	18,3	-0,3	67,5	0,8	6,2	1,3
02	113,5	2,7	18,8	2,4	71,0	6,0	6,1	-1,0
03	115,0	4,1	17,8	-3,0	63,5	-5,2	6,5	5,9
04	102,5	-7,3	19,3	5,4	75,5	12,8	5,5	-10,2
05	108,0	-2,3	18,9	3,0	72,0	7,5	*	*
06	119,5	8,1	16,5	-9,9	56,0	-16,4	7,3	18,6
07	113,5	2,7	19,3	5,2	75,5	12,8	5,9	-3,6
08	103,5	-6,4	16,8	-8,2	57,5	-14,1	6,2	0,8
09	103,5	-6,4	18,7	2,2	70,5	5,3	5,5	-10,0
10	124,0	12,2	18,3	0,0	68,0	1,6	6,8	11,0
11	94,2	-14,8	20,3	10,9	83,7	25,0	4,7	-23,9
12	116,1	5,0	17,1	-6,6	59,5	-11,1	6,8	11,1

Nº 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	1,5	275,0	-3,5	53,9	-6,1	190,0	1,6
02	1,6	-2,7	299,5	5,1	57,9	0,9	197,5	5,7
03	1,8	9,7	282,0	-1,0	58,1	1,1	*	*
04	1,4	-17,9	291,0	2,2	61,2	6,6	181,5	-2,9
05	1,5	-9,1	280,5	-1,5	56,3	-1,9	185,0	-1,0
06	2,2	30,6	272,5	-4,3	58,4	1,7	213,0	13,9
07	1,5	-8,5	314,5	10,4	58,8	2,4	197,5	5,7
08	1,8	9,1	238,0	-16,5	58,0	1,0	181,0	-3,2
09	1,5	-11,2	263,5	-7,5	55,1	-4,1	176,0	-5,8
10	1,8	10,6	317,5	11,5	*	*	*	*
11	1,1	-31,8	281,5	-1,2	*	*	*	*
12	2,0	18,5	303,0	6,4	*	*	*	*

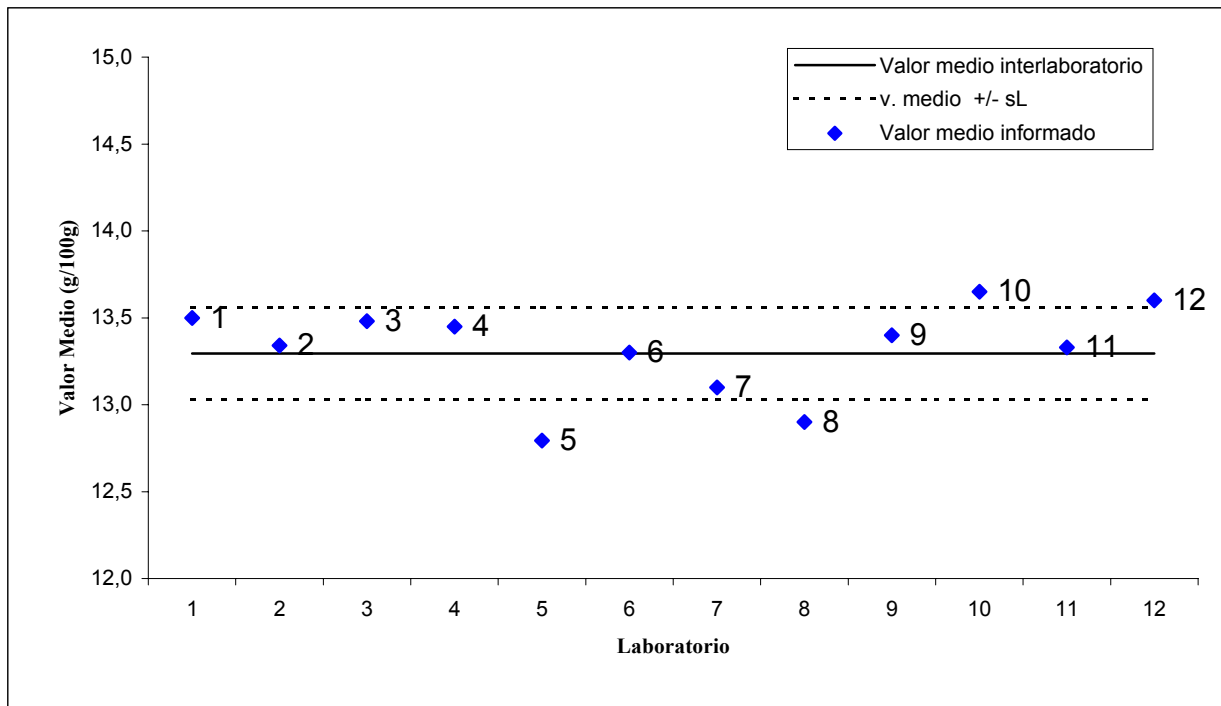
$$\% \text{ desv. v. medio interlab.} = \frac{\text{v. medio} - \text{v. medio interlab.}}{\text{v. medio interlab.}} \times 100$$

**Tabla 10**  
**Desvíos respecto del valor medio interlaboratorio - Farinograma**

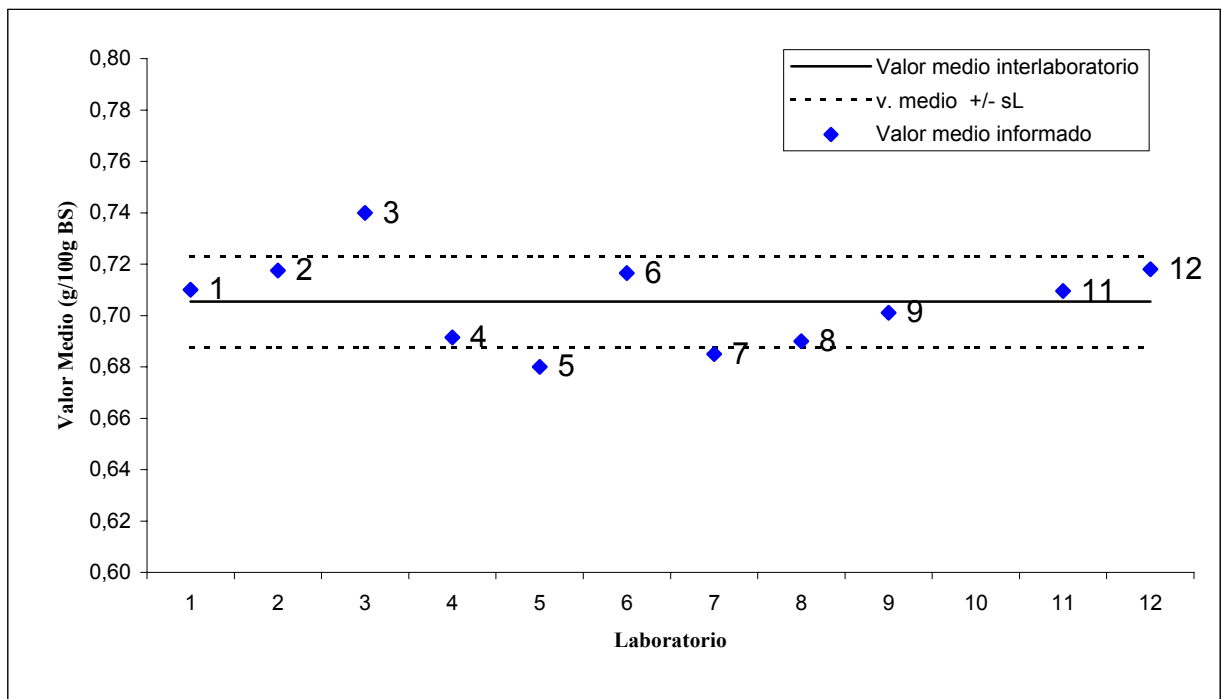
Nº Part	Absorción de Agua ml / 100g B14%		Tiempo de desarrollo min.		Estabilidad min.		Aflojamiento UF	
	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab
01	59,6	-2,4	11,7	-2,2	16,7	-2,3	44,0	7,1
02	60,7	-0,6	11,0	-8,1	15,4	-9,6	47,5	15,7
03	60,4	-1,1	12,2	2,0	17,2	0,6	40,5	-1,4
04	61,7	1,0	11,8	-1,4	17,8	4,1	40,0	-2,6
05	62,3	2,1	2,4	-80,3	5,0	-70,7	47,5	15,7
06	*	*	*	*	*	*	*	*
07	60,4	-1,1	2,2	-81,5	13,8	-19,0	31,5	-23,3
08	*	*	*	*	*	*	*	*
09	60,8	-0,4	13,5	13,3	17,6	3,0	36,5	-11,1
10	62,7	2,7	11,5	-3,5	21,0	23,2	27,5	-33,0
11	*	*	*	*	*	*	*	*
12	*	*	*	*	*	*	*	*

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

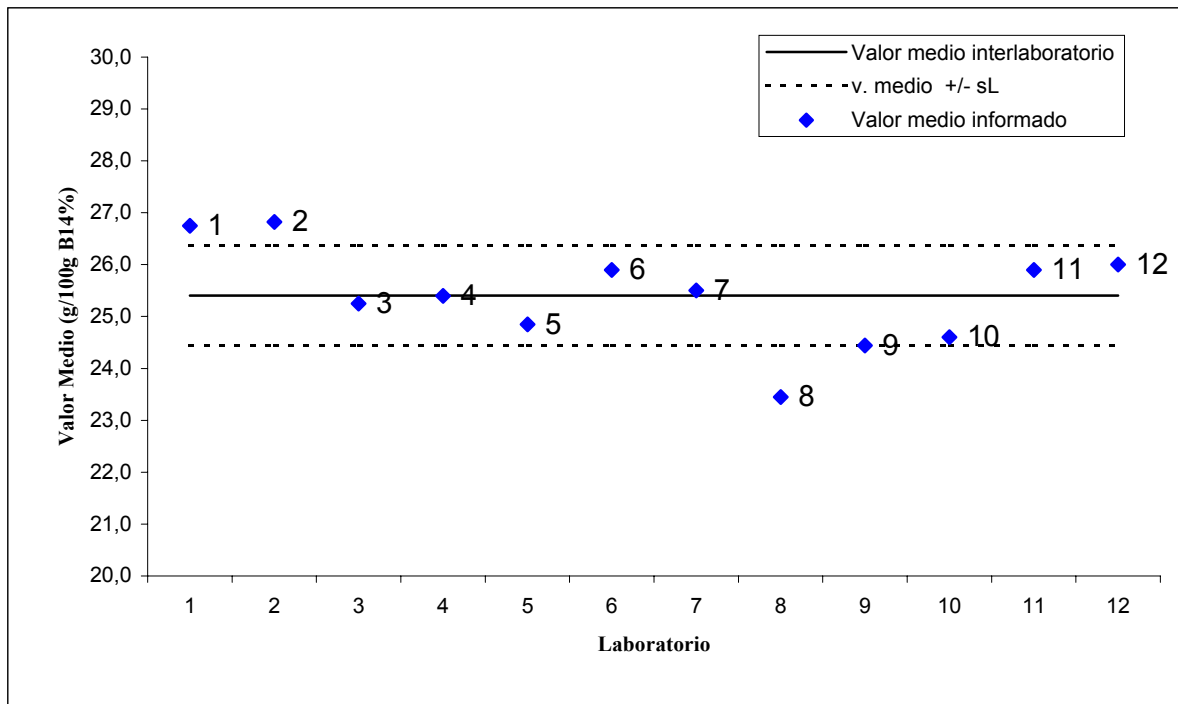
**Gráfico 1**  
**Datos enviados por los participantes - Contenido de humedad**



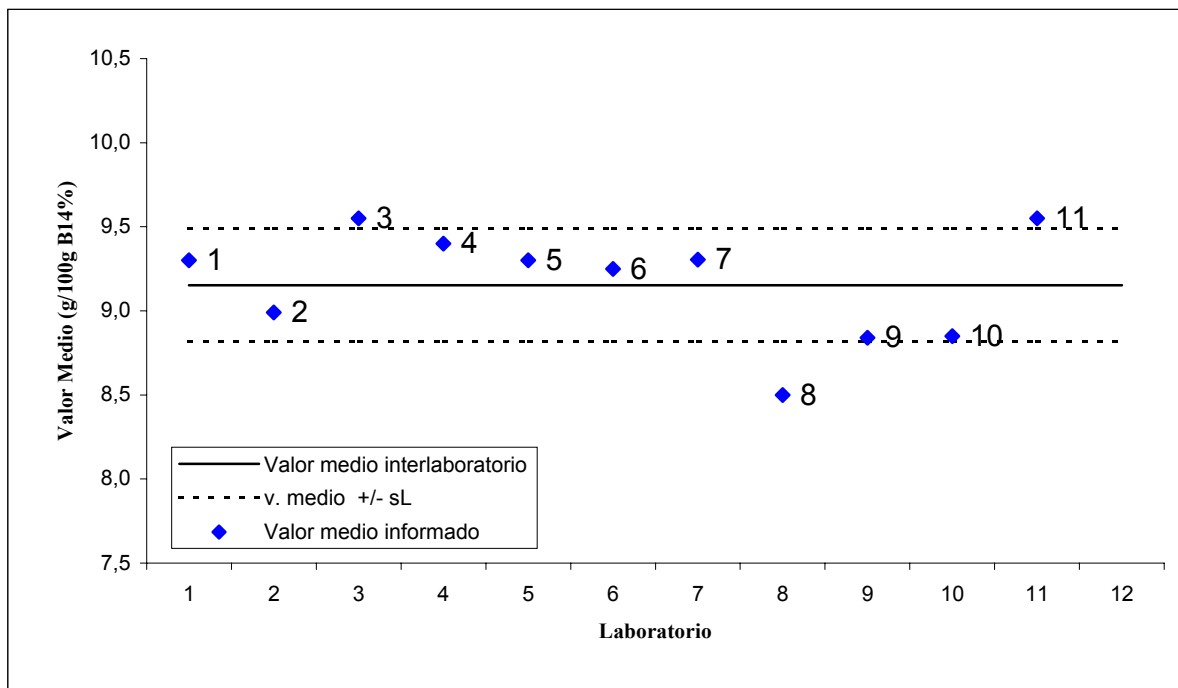
**Gráfico 2**  
**Datos enviados por los participantes - Contenido de cenizas**



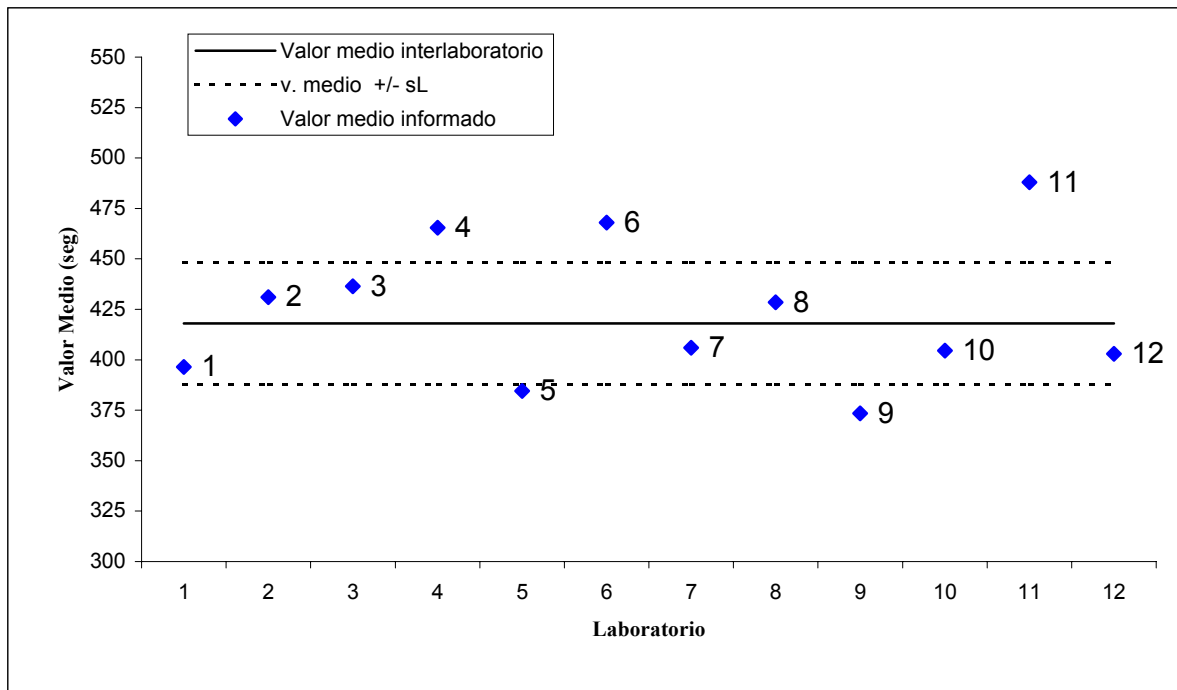
**Gráfico 3**  
**Datos enviados por los participantes - Gluten húmedo**



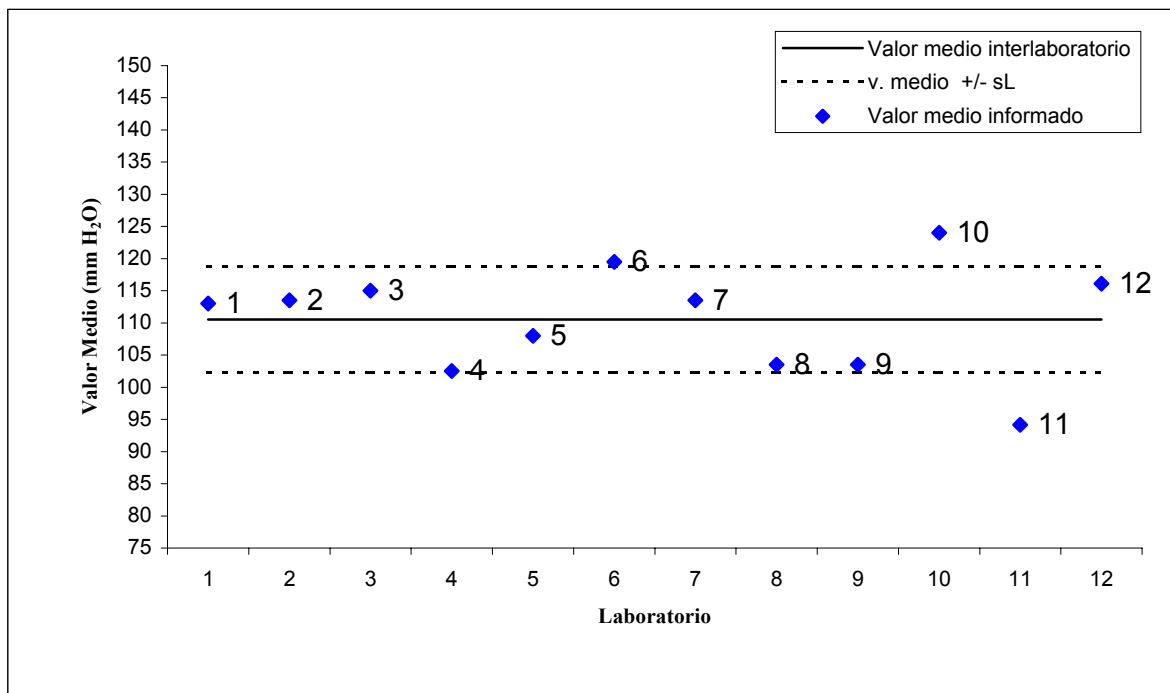
**Gráfico 4**  
**Datos enviados por los participantes - Gluten seco**



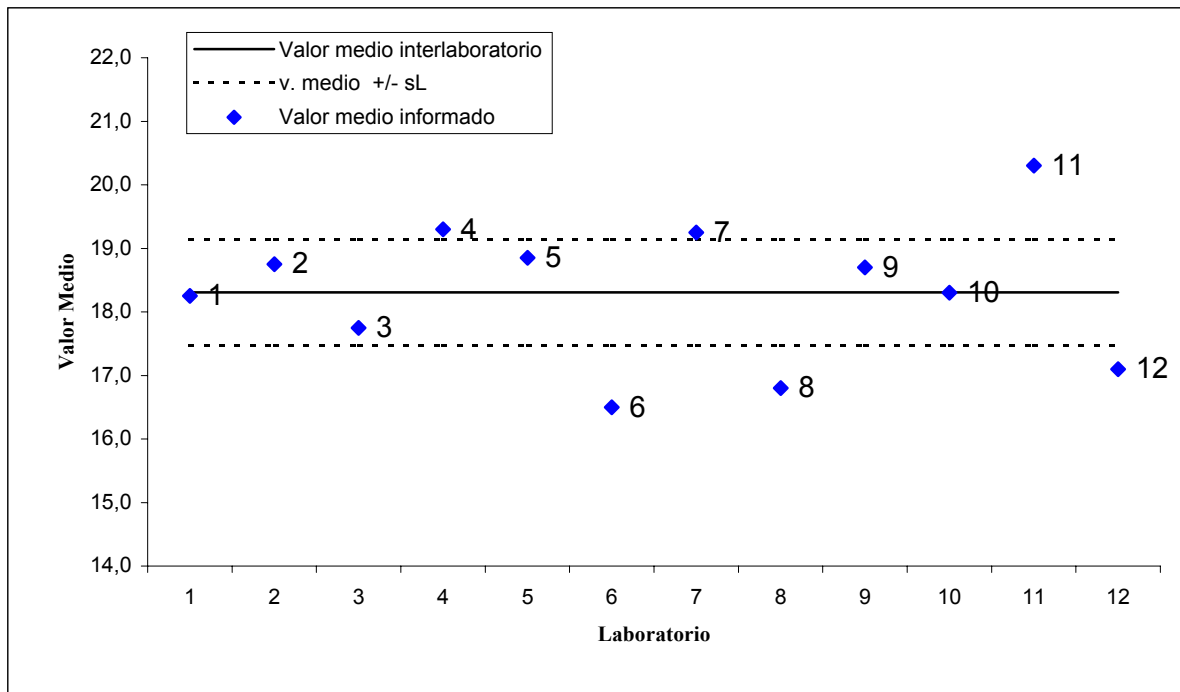
**Gráfico 5**  
**Datos enviados por los participantes - Falling number**



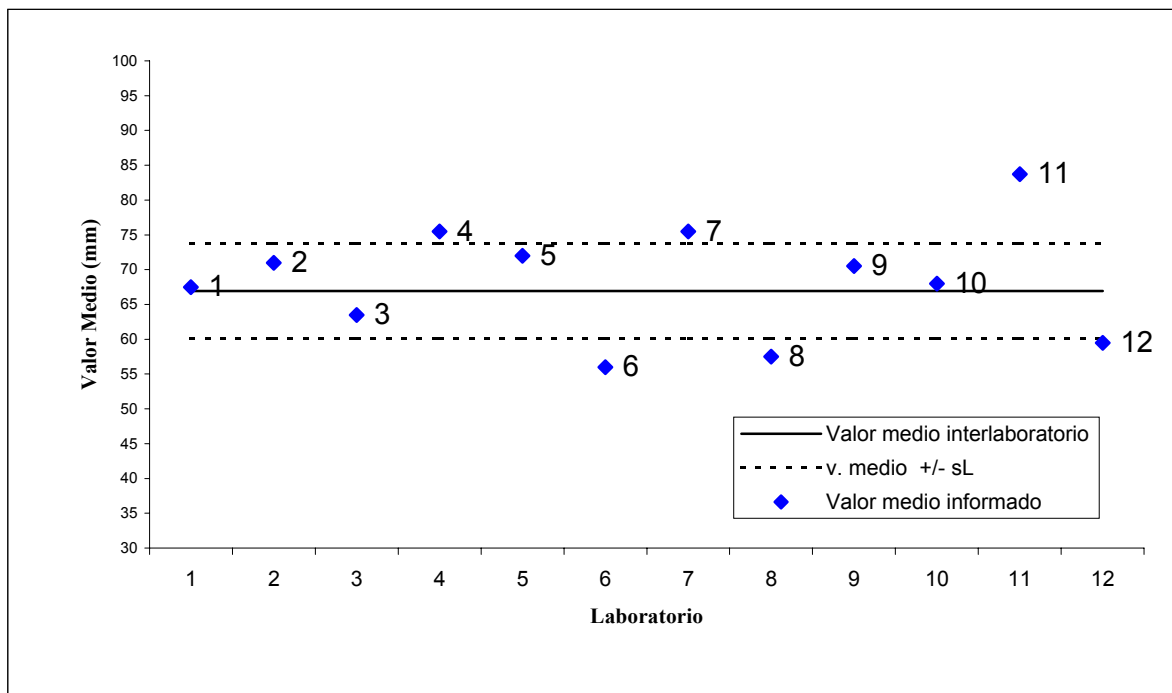
**Gráfico 6**  
**Datos enviados por los participantes - Tenacidad**



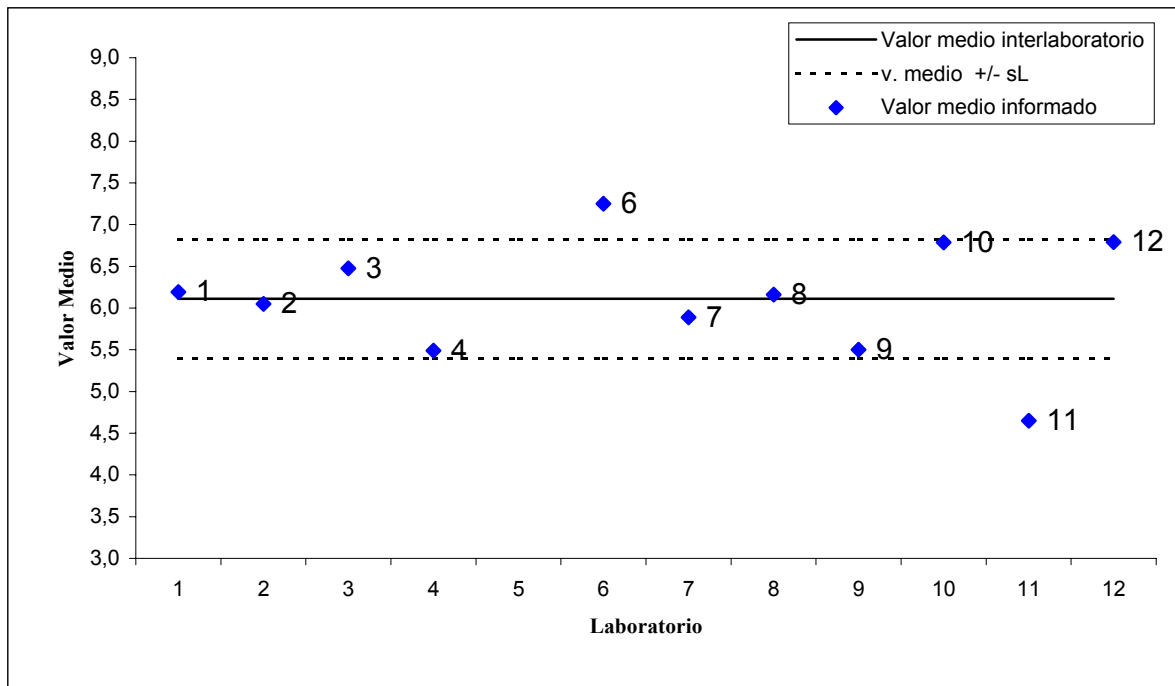
**Gráfico 7**  
**Datos enviados por los participantes - Hinchamiento**



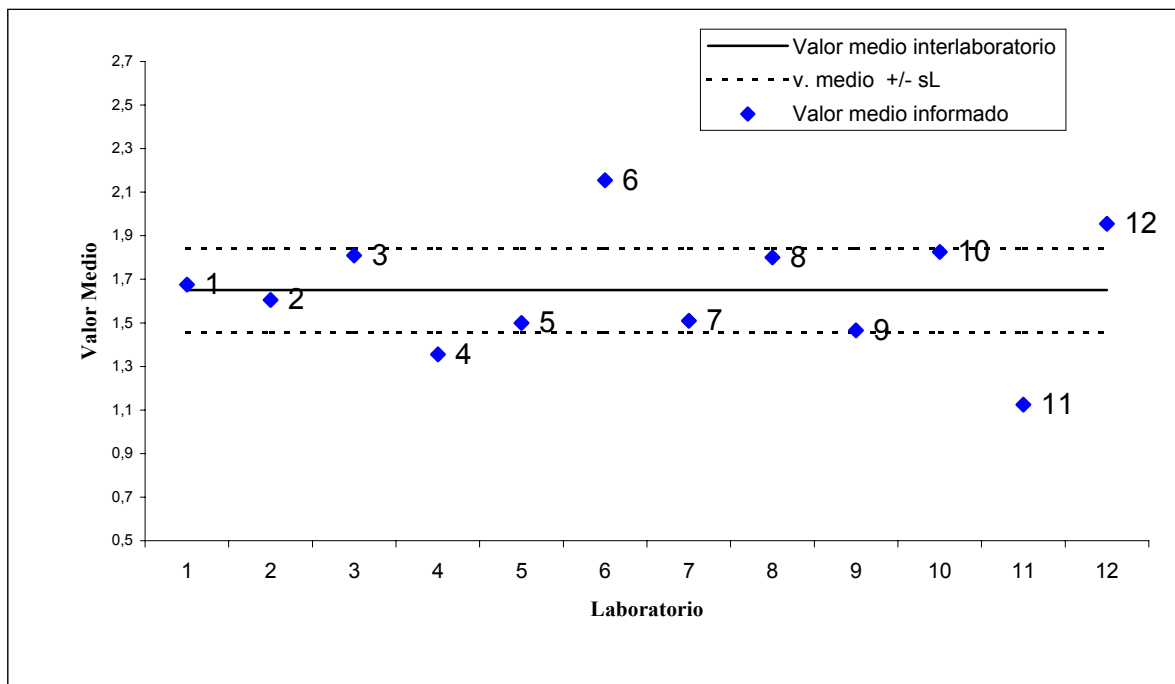
**Gráfico 8**  
**Datos enviados por los participantes - Longitud**



**Gráfico 9**  
**Datos enviados por los participantes - Relación P/G**

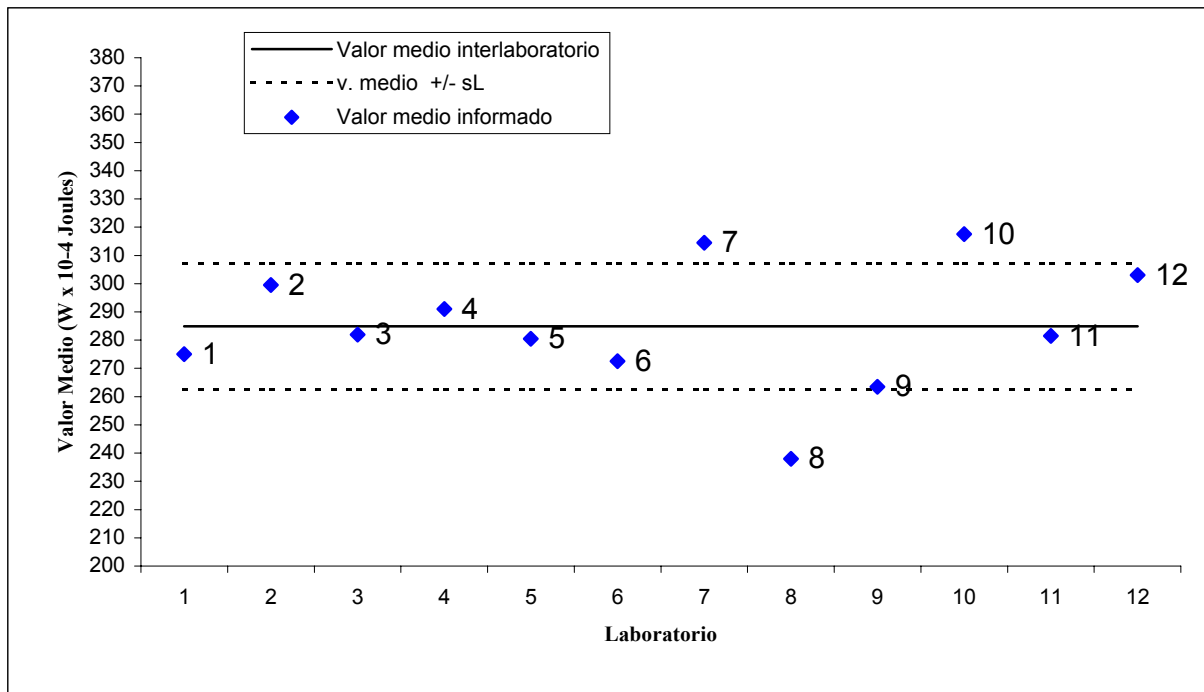


**Gráfico 10**  
**Datos enviados por los participantes - Relación P/L**

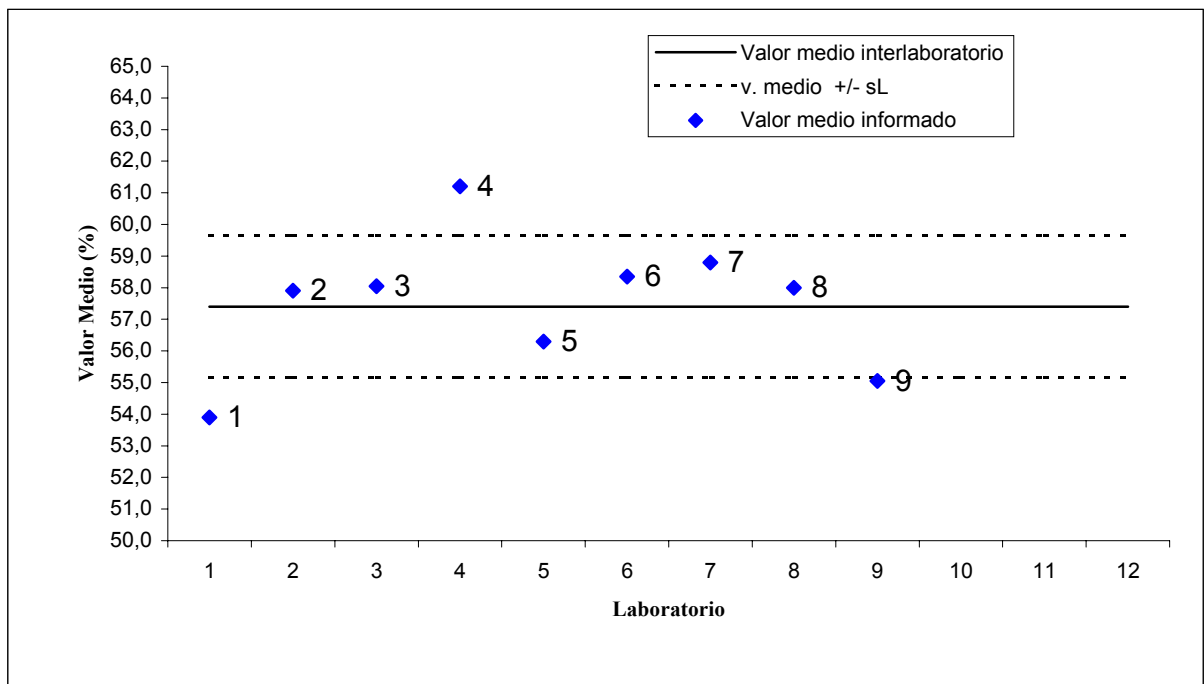




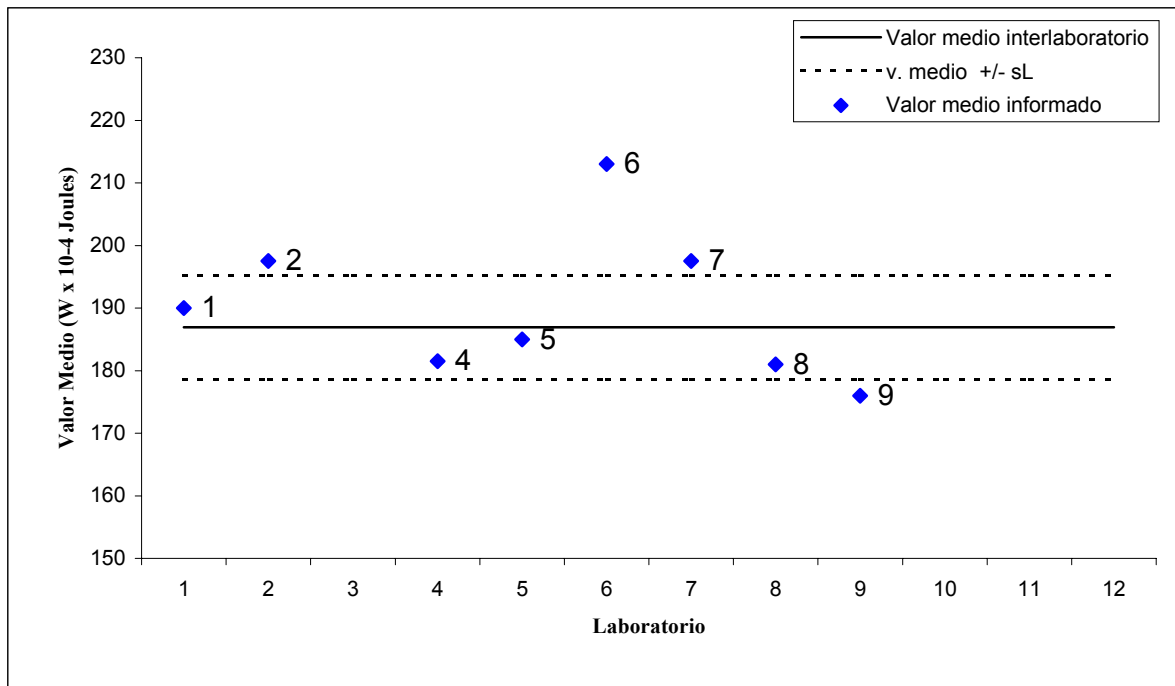
**Gráfico 11**  
**Datos enviados por los participantes - Trabajo de deformación**



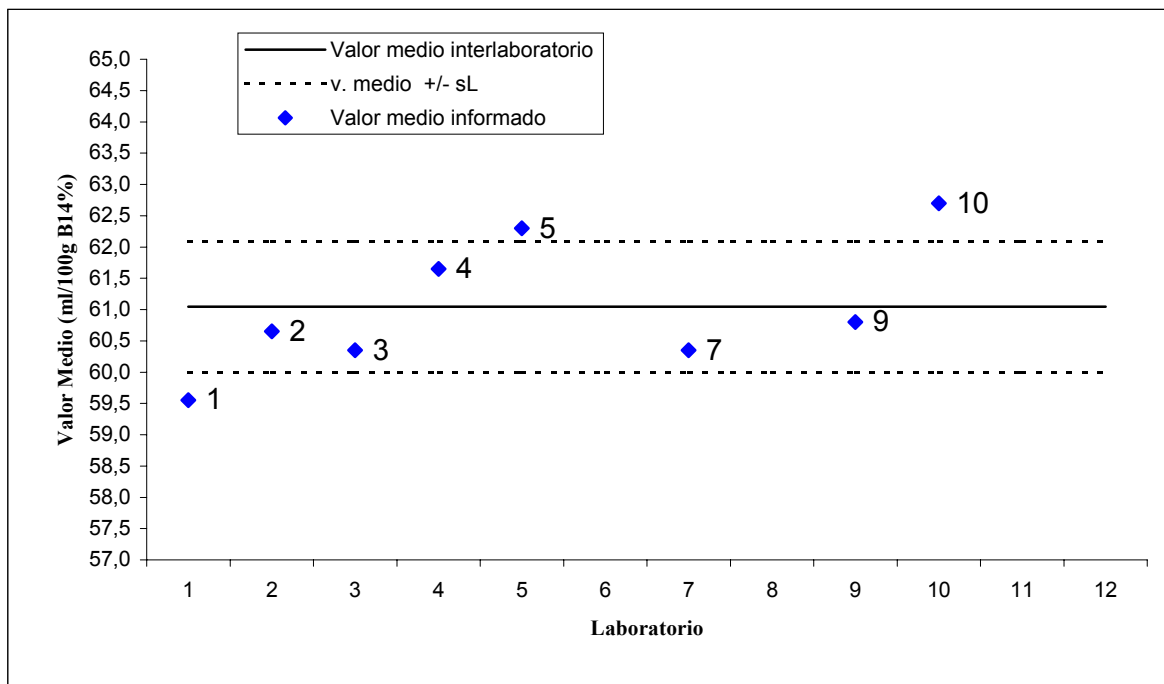
**Gráfico 12**  
**Datos enviados por los participantes - le**



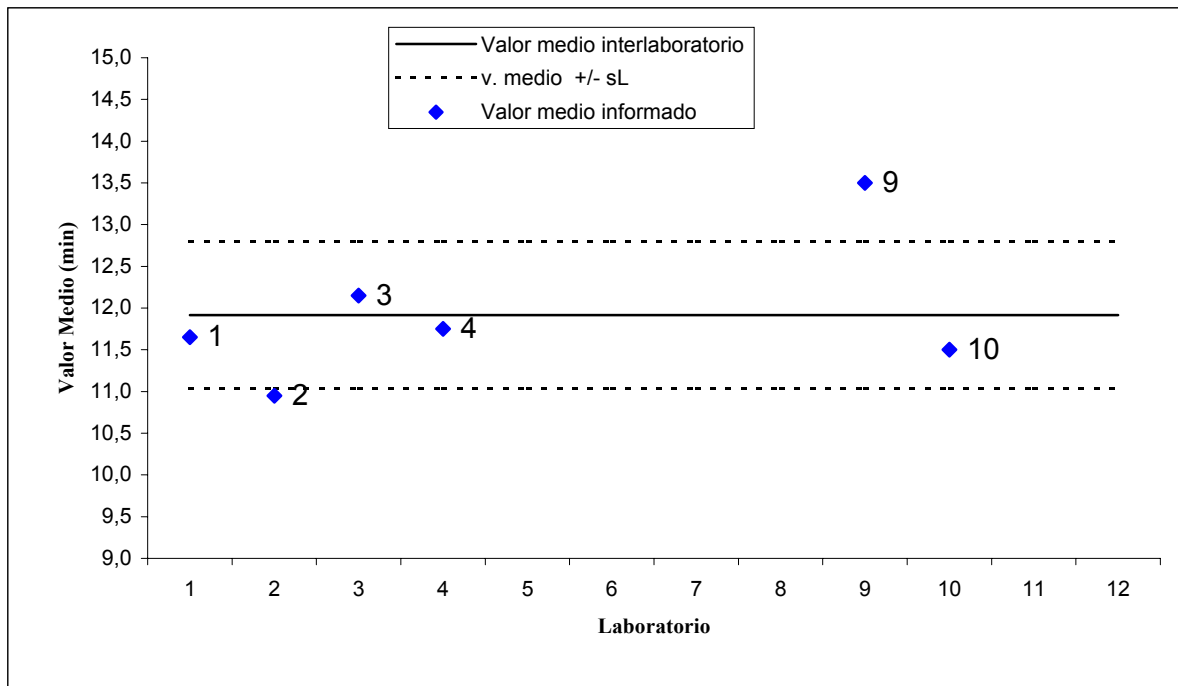
**Gráfico 13**  
**Datos enviados por los participantes - W (40)**



**Gráfico 14**  
**Datos enviados por los participantes - Absorción de agua**



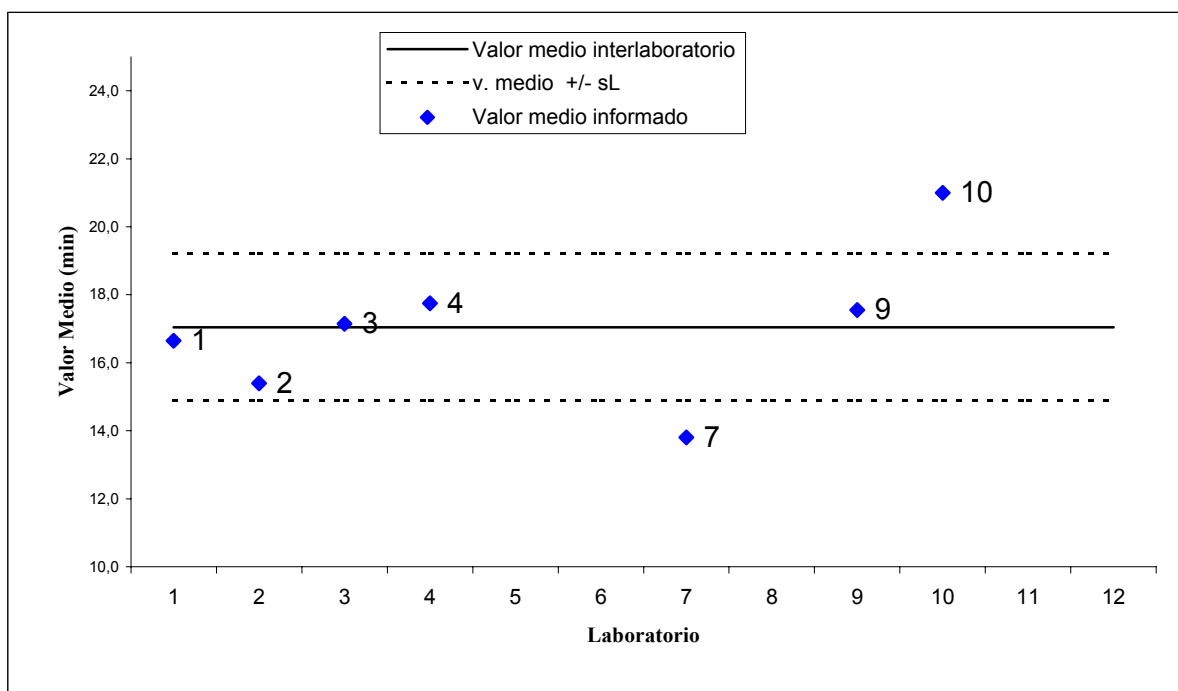
**Gráfico 15**  
**Datos enviados por los participantes - Tiempo de desarrollo**



Laboratorios cuyos valores exceden el ámbito del gráfico:

Lab	V. Medio (min)
7	2,2
5	2,35

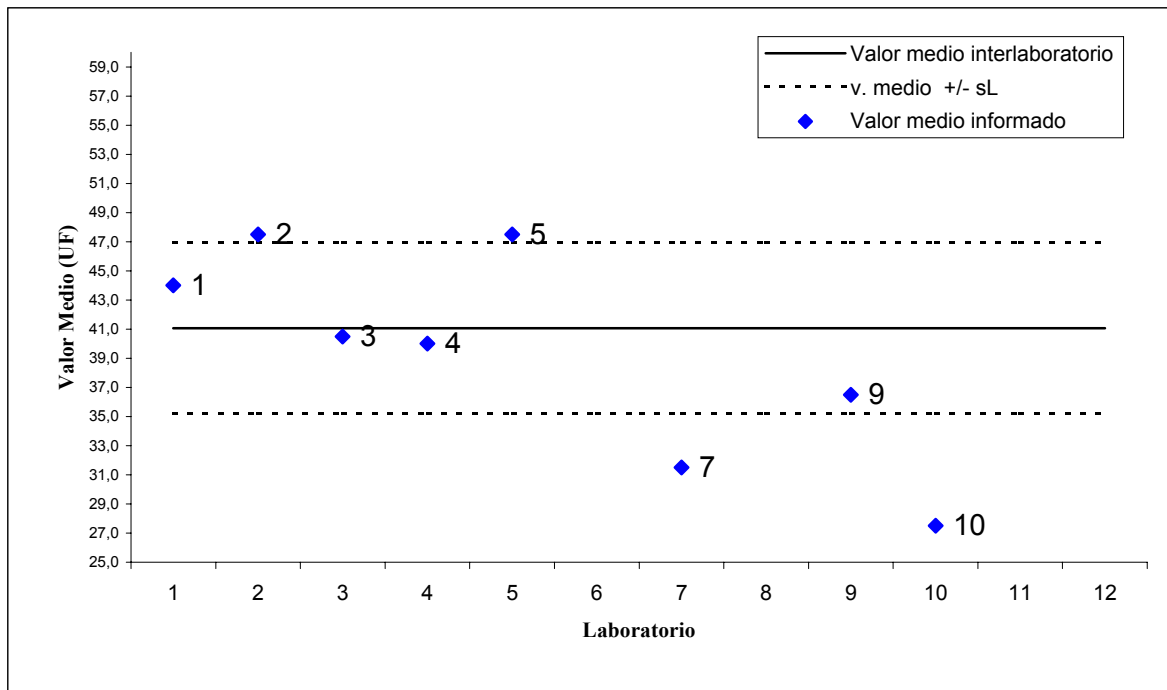
**Gráfico 16**  
**Datos enviados por los participantes - Estabilidad**



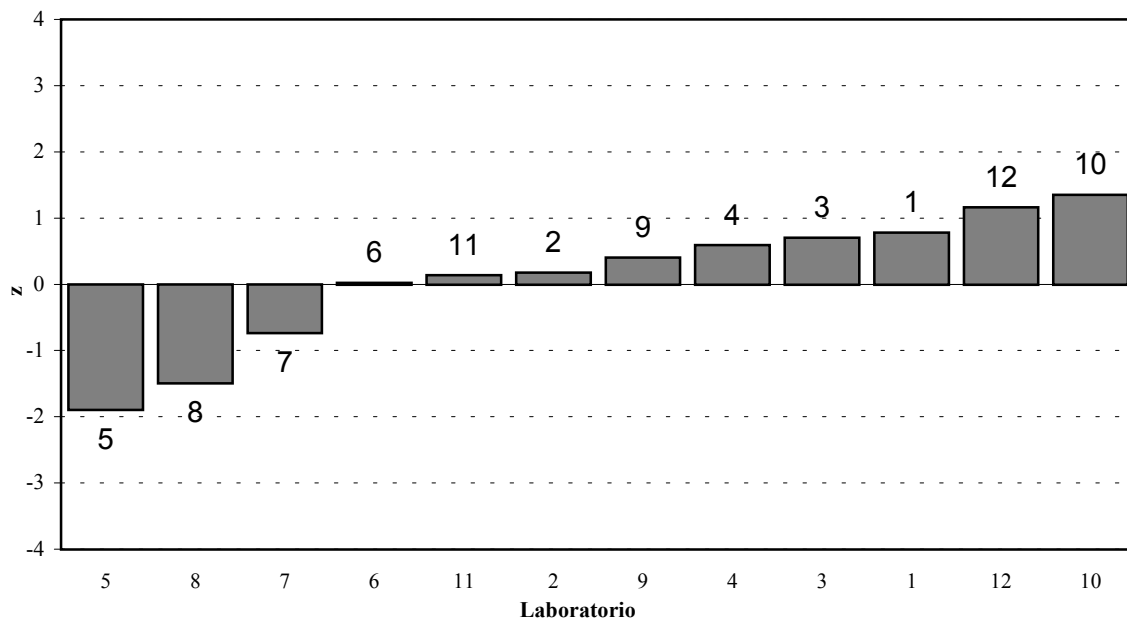
Laboratorio cuyo valor excede el ámbito del gráfico:

Lab	V. Medio (min)
5	2,35

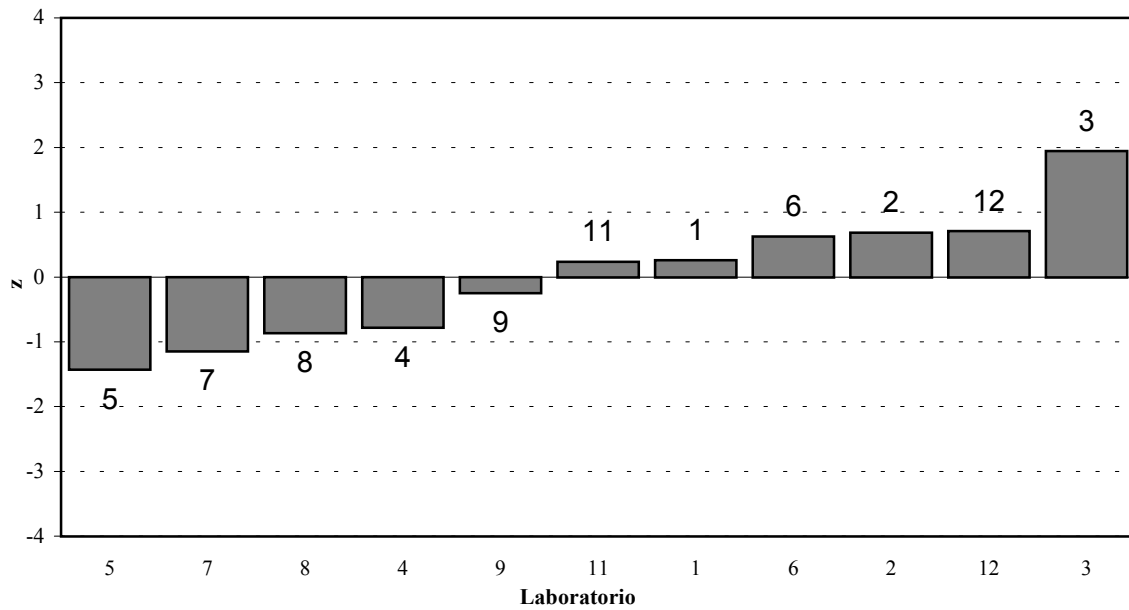
**Gráfico 17**  
**Datos enviados por los participantes - Aflojamiento**



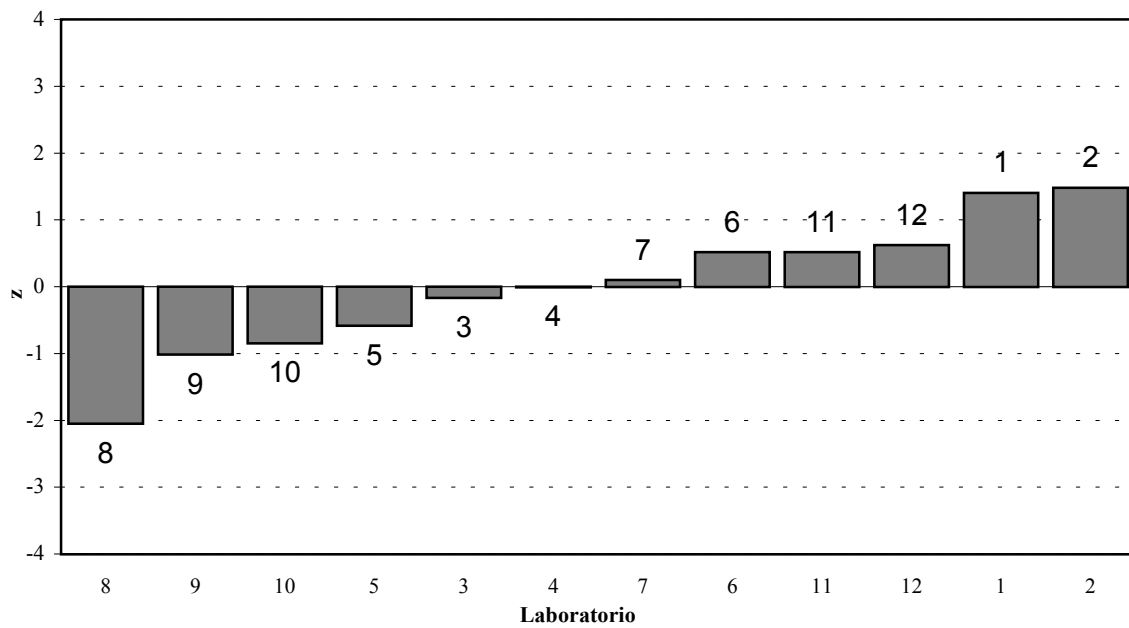
**Gráfico 18**  
**Parámetro z - Contenido de humedad**



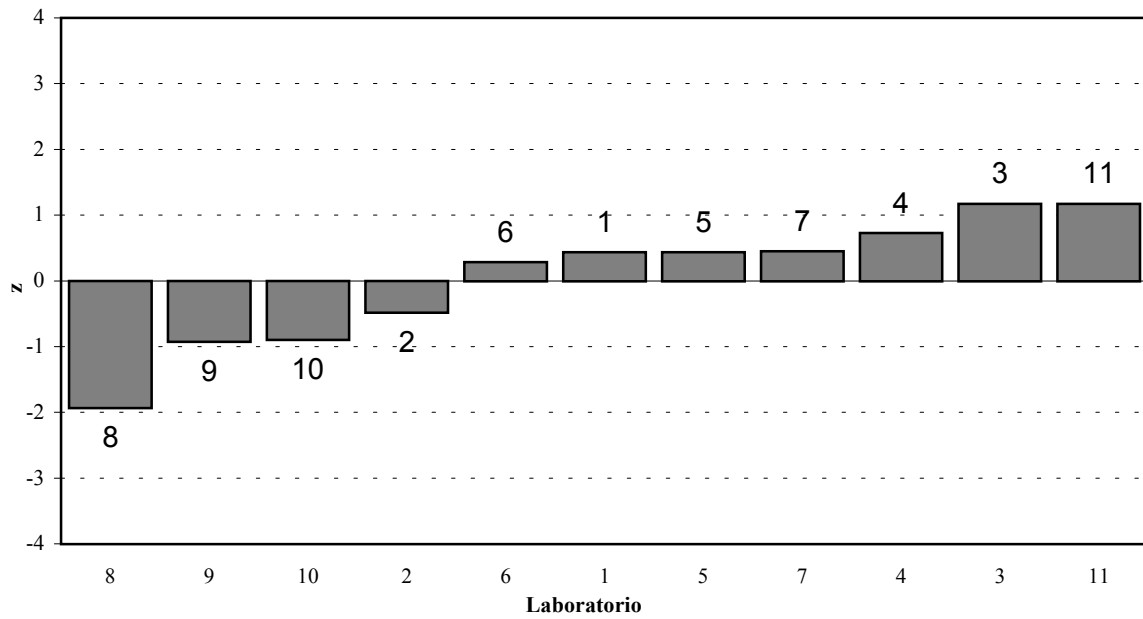
**Gráfico 19**  
**Parámetro z - Contenido de cenizas**



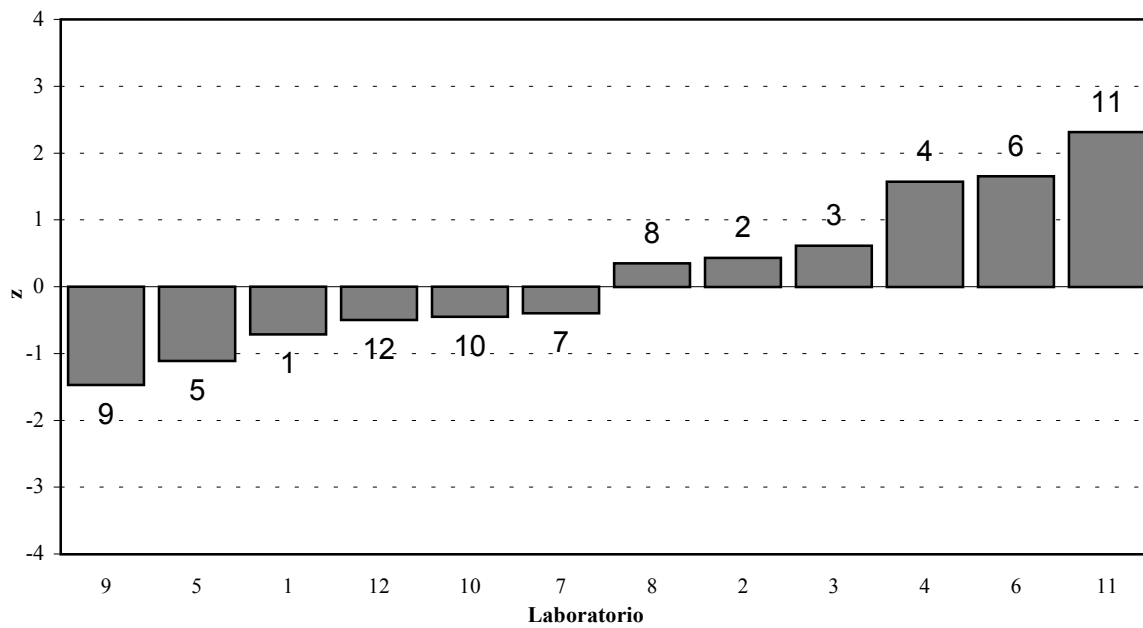
**Gráfico 20**  
**Parámetro z - Gluten húmedo**



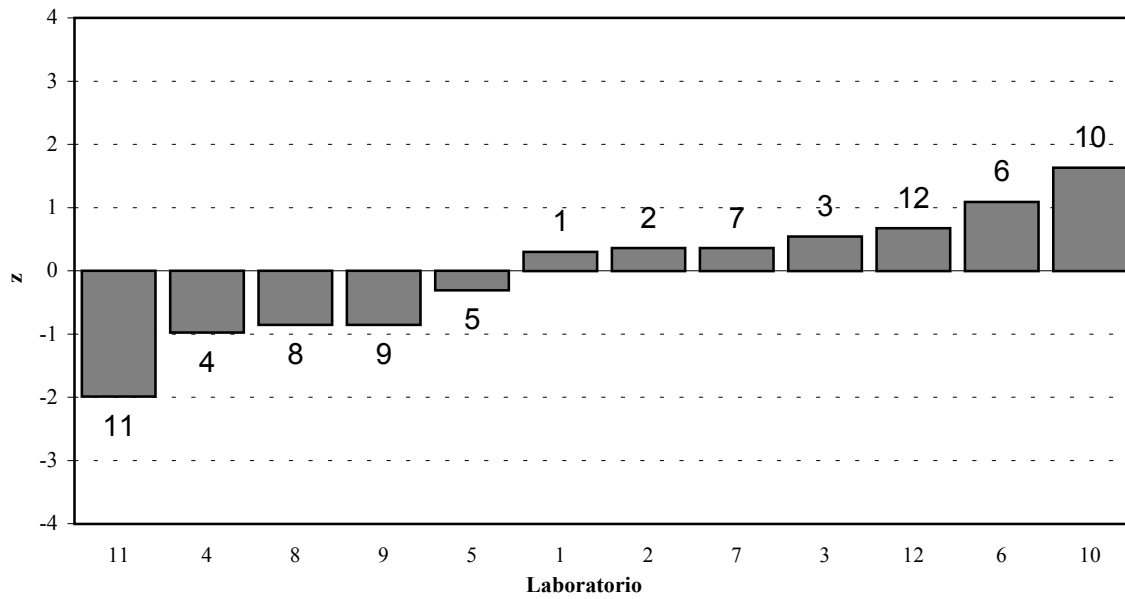
**Gráfico 21**  
**Parámetro z - Gluten seco**



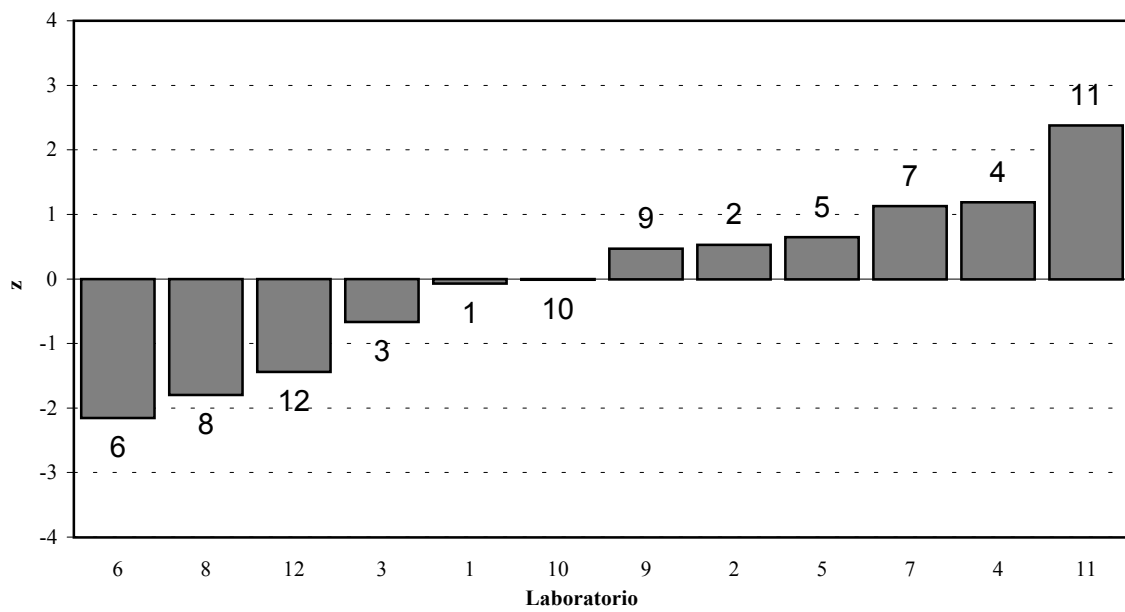
**Gráfico 22**  
**Parámetro z - Falling number**



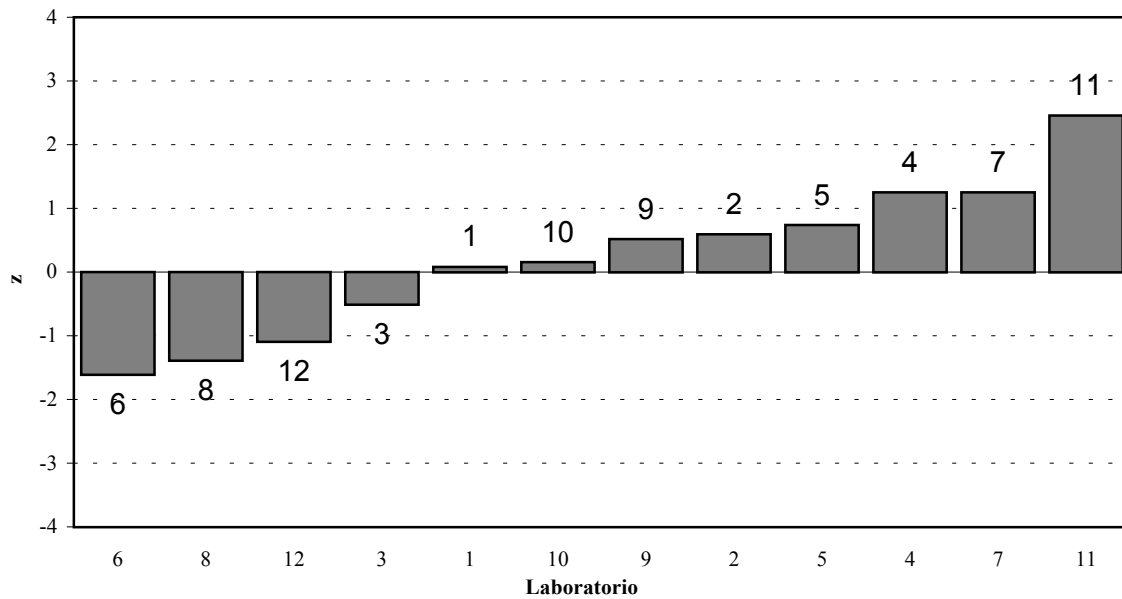
**Gráfico 23**  
**Parámetro z - Tenacidad**



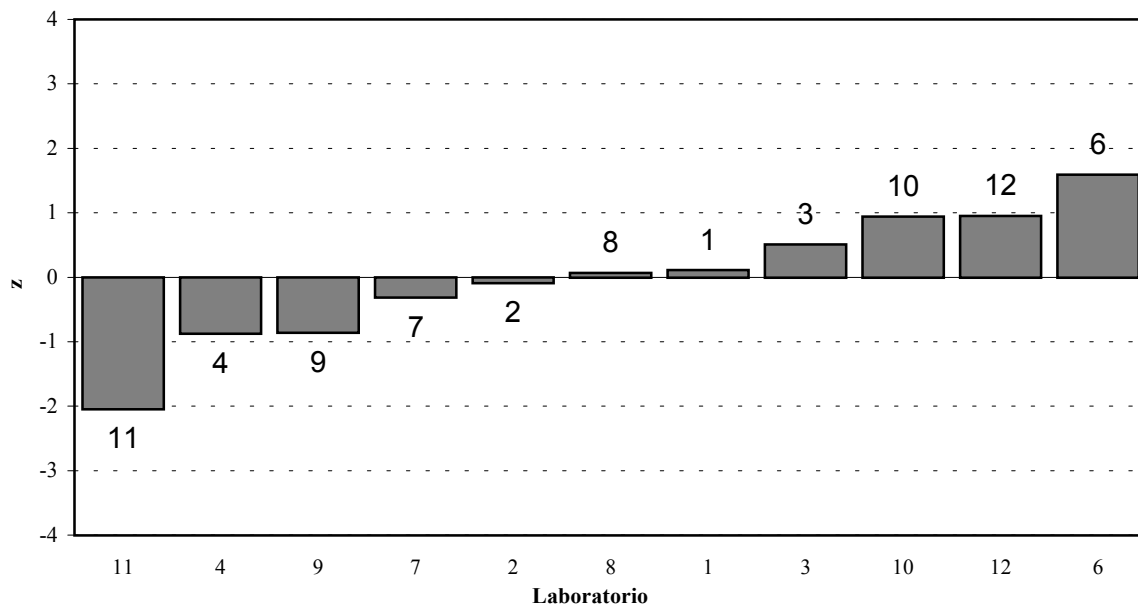
**Gráfico 24**  
**Parámetro z - Hinchamiento**



**Gráfico 25**  
**Parámetro z - Longitud**

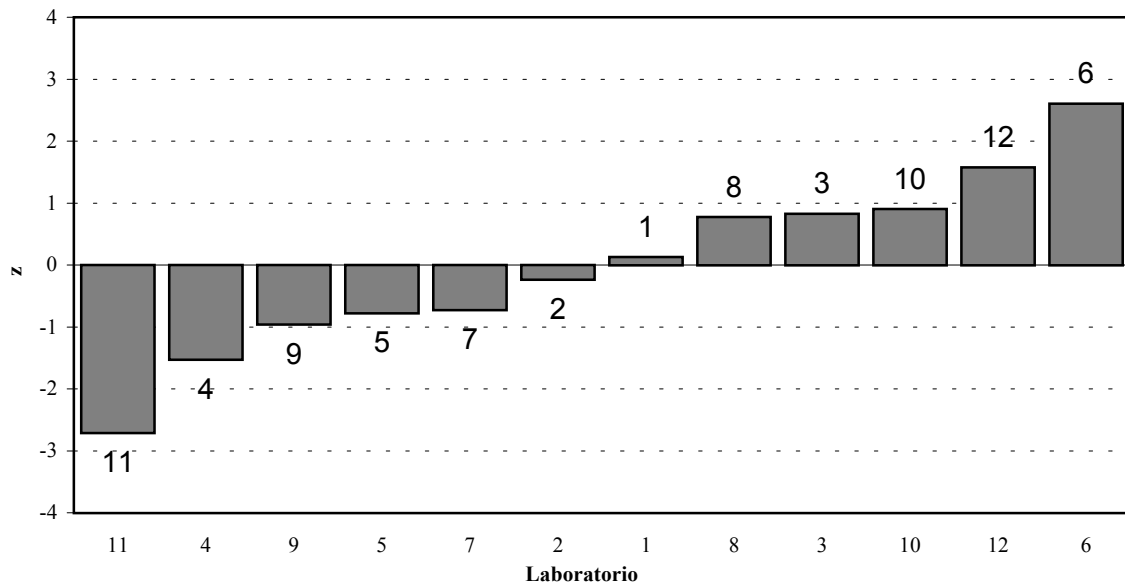


**Gráfico 26**  
**Parámetro z - Relación P/G**

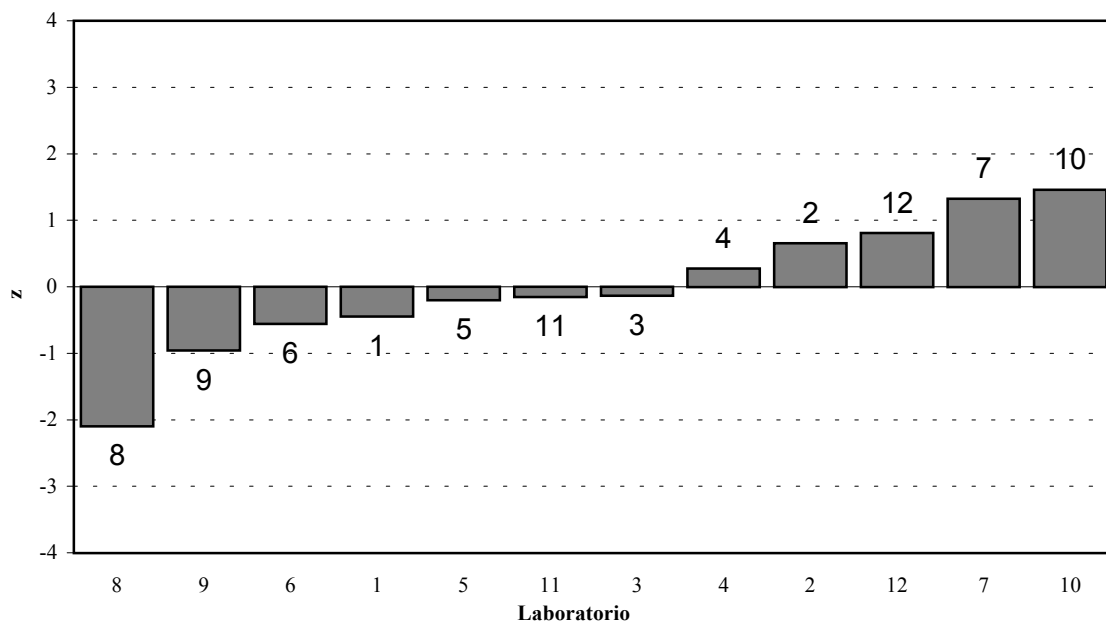




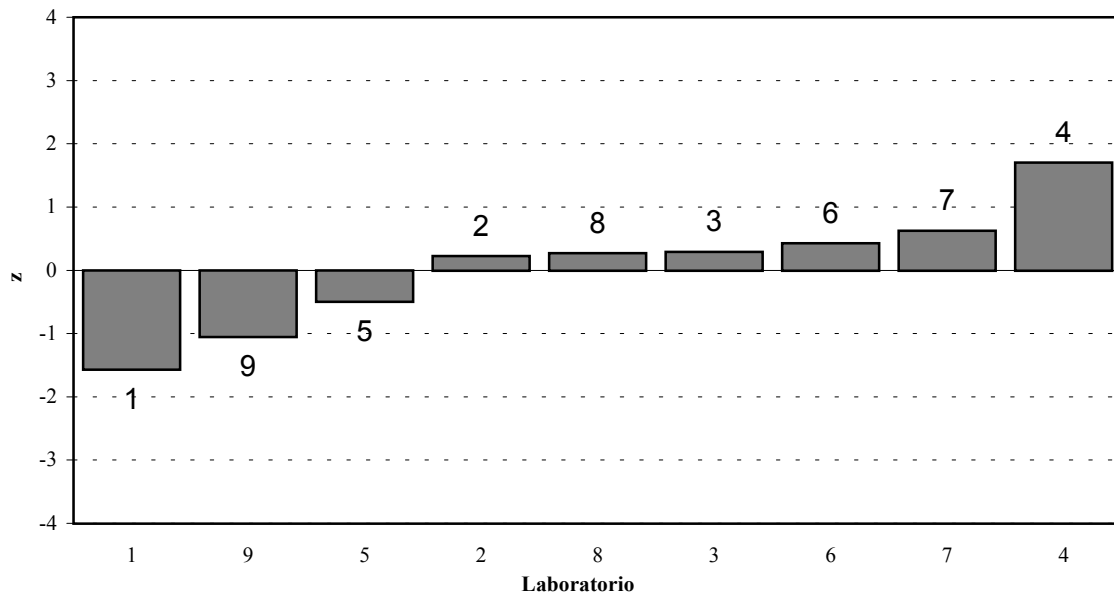
**Gráfico 27**  
**Parámetro z - Relación P/L**



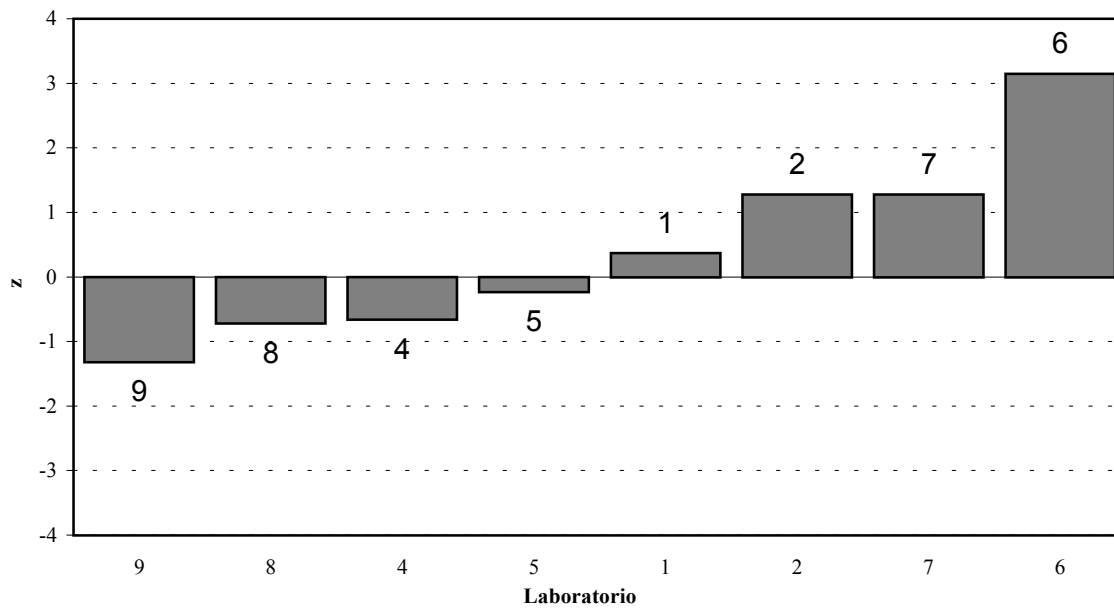
**Gráfico 28**  
**Parámetro z - Trabajo de deformación**



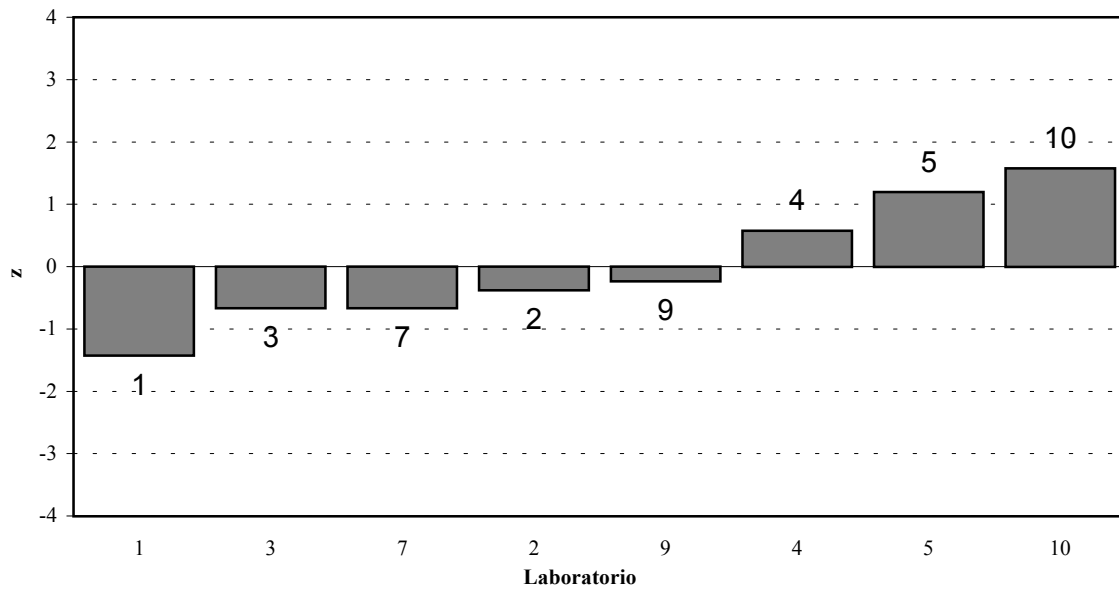
**Gráfico 29**  
**Parámetro z - le**



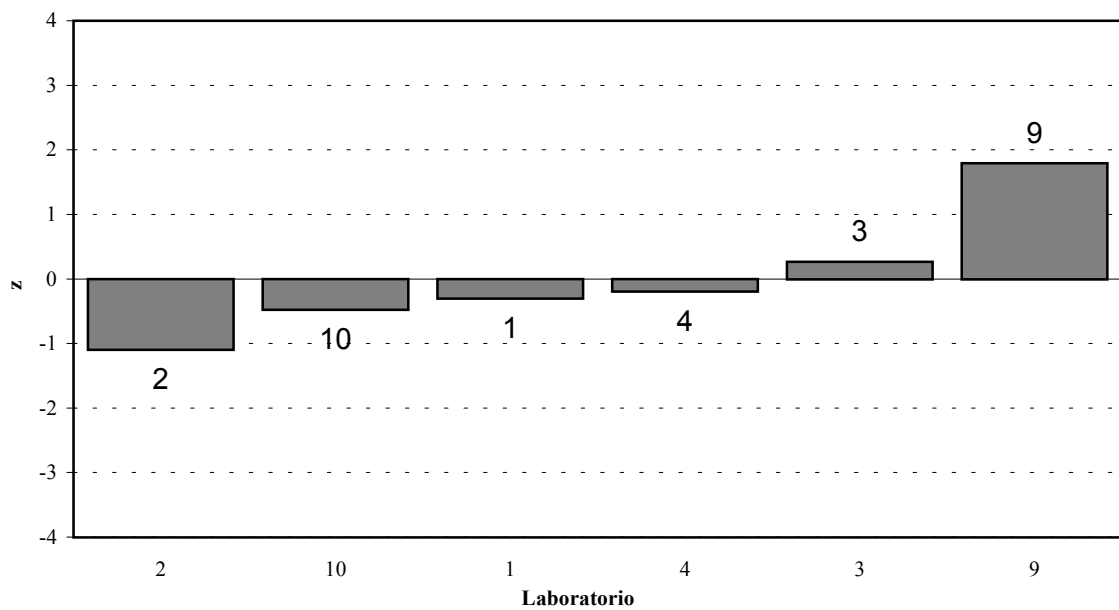
**Gráfico 30**  
**Parámetro z - W (40)**



**Gráfico 31**  
**Parámetro z - Absorción de agua**



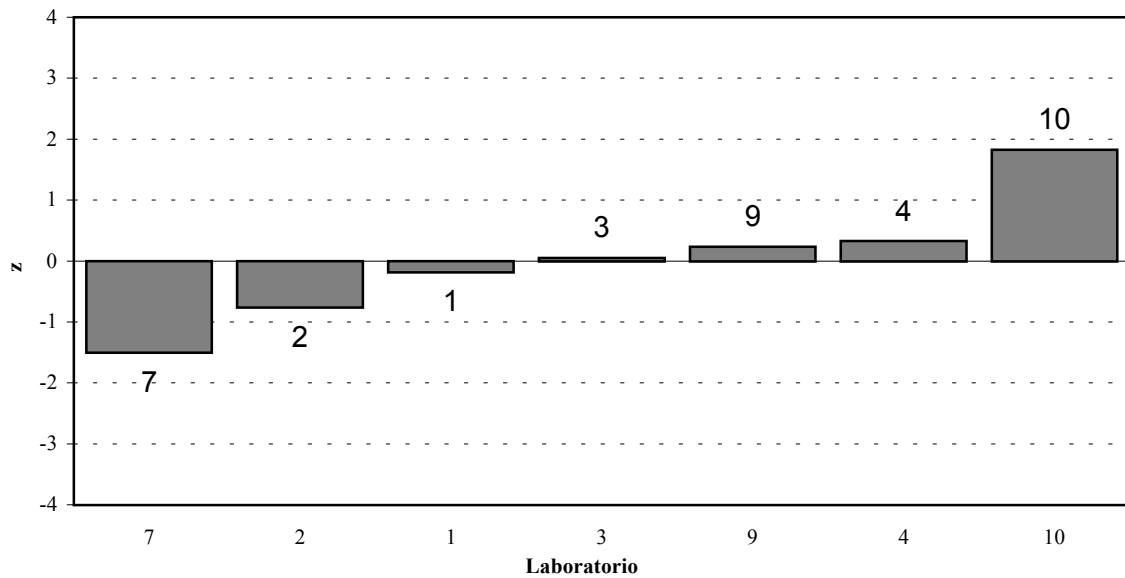
**Gráfico 32**  
**Parámetro z - Tiempo de desarrollo**



Laboratorios cuyos valores exceden el ámbito del gráfico:

Lab	z
7	-11
5	-10,8

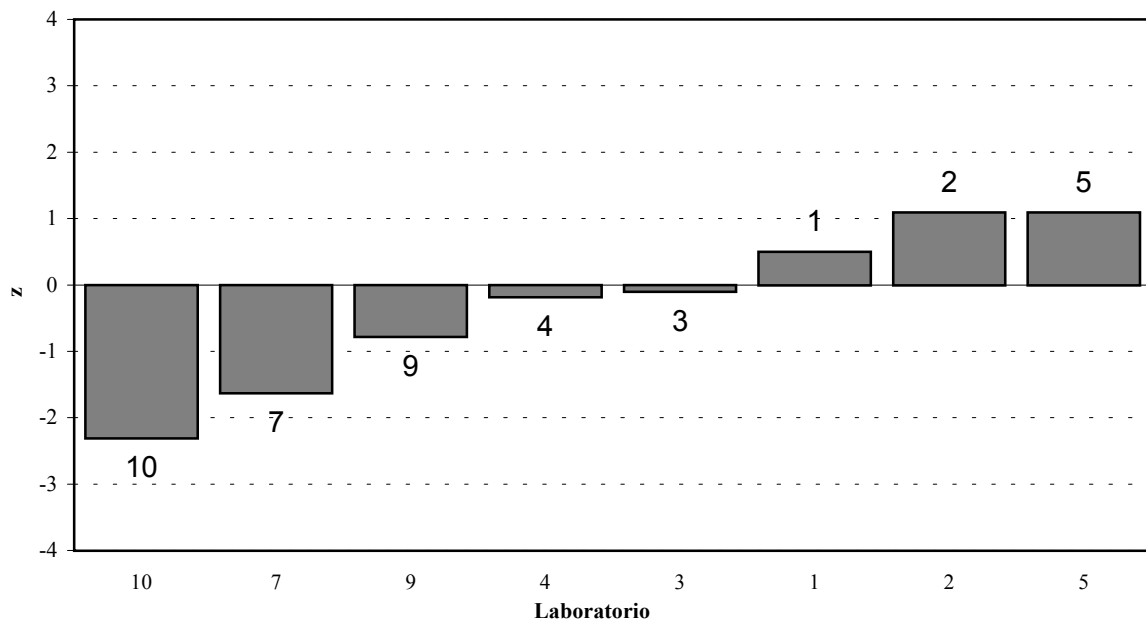
**Gráfico 33**  
**Parámetro z - Estabilidad**



Laboratorio cuyo valor excede el ámbito del gráfico:

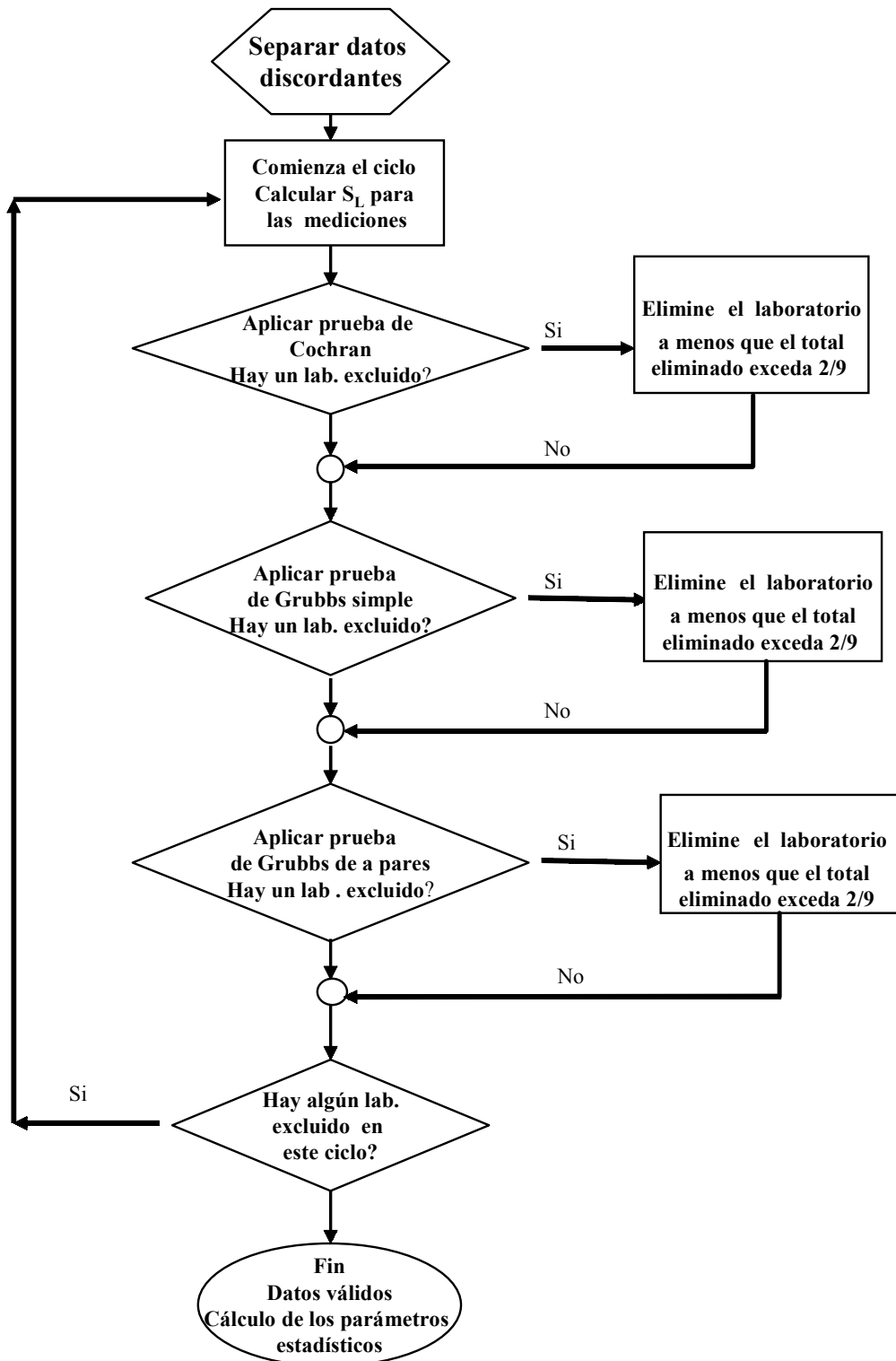
Lab	z
5	-5,6

**Gráfico 34**  
**Parámetro z - Aflojamiento**



## 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