

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)



---

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

Noviembre 2006

---

## Lista de Participantes

**ALEA y Cía. S.A.**  
Ruta 88 km 121  
Quequén, Buenos Aires

**Andres Lagomarsino e Hijos S.A.**  
Manuel Estévez N°58  
Avellaneda, Buenos Aires

**Andres Lagomarsino e Hijos S.A.**  
**Planta Navarro - Molino "Santa Catalina"**  
Calle 9 y 34 s/n  
Navarro, Buenos Aires

**Bolsa de Cereales de Córdoba y  
Cámara de cereales y afines de Córdoba  
tribunal arbitral**  
Bv. Ocampo 317  
Córdoba, Córdoba  
Argentina

**Bolsa de Comercio de Rosario**  
Córdoba 1402  
Rosario, Santa Fe

**Cámara Arbitral de la Bolsa de Cereales**  
Bouchard 454 10° piso  
Buenos Aires

**Canepa Hnos. SAI. CA y F**  
C. Pellegrini 394  
Chivilcoy, Buenos Aires

**Centro Nacional de Diagnóstico y  
Referencia**  
Apdo. 2900  
Managua  
Nicaragua

**Compañía de Alimentos Fargo S.A.**  
**- Planta Villa Tesei**  
**- Planta Pacheco**  
Colectora Panamericana y Marcos Sastre s/n  
El Talar, Pacheco, Buenos Aires

**Laboratorio Control Químico (Trociuk)**  
Ruta Graneros del Sur y Av. Mcal López  
Ciudad de Fram, Itapua  
Paraguay

**Molinos CABODI Hnos.**  
Hipólito Yrigoyen 445  
Rojas, Buenos Aires

**S.A. Miguel Campodonico Ltda.**  
Calle 58 N°331  
La Plata, 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)  
Tco. Mariano Liber (INTI – Cereales y Oleaginosas)  
Micaela Martínez (INTI – Cereales y Oleaginosas)  
María Teresa Espínola (INTI – Cereales y Oleaginosas)  
Melissa Toma (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 suministrada por un proveedor. El lote se subdividió en dos bolsas de 50 kg, que a su vez se separaron en tres porciones cada una (6 fracciones en total). Cada una de las muestra enviadas se compuso de partes iguales de esas seis fracciones mezcladas entre sí..

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.

### 2.2. Homogeneidad

La homogeneidad fue determinada sobre muestras preparadas de igual forma que las enviadas a los participantes.

Los valores obtenidos en los ensayos 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>	29	14,2
	<b>Cenizas (g/100 g BS)</b>	23	0,616
	<b>Gluten húmedo (g/100 g B13,5%)</b>	30	23,3
	<b>Gluten seco (g/100 g B13,5%)</b>	30	8,9
	<b>Falling number (seg)</b>	28	346
	<b>Gluten index</b>	4	99
	<b>Test de Zeleny (ml)</b>	26	30,5
<b>Alveograma</b>	<b>Tenacidad (P) (mm H<sub>2</sub>O)</b>	8	138
	<b>Hinchamiento (G)</b>	8	14,7
	<b>Longitud (L) (mm)</b>	8	44
	<b>Relación P/G</b>	8	9,35
	<b>Relación P/L</b>	8	3,14
	<b>Trabajo de deformación (W x 10<sup>-4</sup> Joules)</b>	8	259
	<b>le (%)</b>	7	58,3

		N° de ensayos	Valor medio obtenido
	<b>Extensograma</b>	<b>Tiempo 45 min</b>	
<b>Energia (cm<sup>2</sup>)</b>		6	111
<b>Resistencia (UE)</b>		6	532
<b>Extensibilidad (mm)</b>		6	132
<b>Relacion R/E</b>		6	4,1
<b>Tiempo 90 min</b>			
<b>Energia (cm<sup>2</sup>)</b>		6	112
<b>Resistencia (UE)</b>		6	616
<b>Extensibilidad (mm)</b>		6	122
<b>Relacion R/E</b>		6	5,5
<b>Tiempo 135 min</b>			
<b>Energia (cm<sup>2</sup>)</b>		6	100
<b>Resistencia (UE)</b>		6	645
<b>Extensibilidad (mm)</b>		6	111
<b>Relacion R/E</b>		6	5,9

## 2. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES

Los datos enviados por los participantes pueden verse en las Tablas 1 a 3, del anexo 1. 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. 9).

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 % del promedio
	<b>Aflojamiento</b>	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 2, para descartar datos estadísticamente anómalos.

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:

		<b>Valor medio interlab.</b>	<b>Desviación estándar interlab. (s<sub>L</sub>)</b>	<b>Desviación estándar interlab. relativa porcentual (s<sub>L</sub> relativa %)</b>
<b>Parámetros generales</b>	<b>Humedad (g/100 g)</b>	13,8	0,3	1,9 %
	<b>Cenizas (g/100 g BS)</b>	0,61	0,01	2,0 %
	<b>Gluten húmedo (g/100 g B 13,5%)</b>	23,9	0,8	3,4 %
	<b>Gluten seco (g/100 g B 13,5%)</b>	8,7	0,3	3,8 %
	<b>Gluten index</b>	99,2	0,9	0,9 %
	<b>Falling number (seg)</b>	374	23	6,0 %
<b>Alveograma</b>	<b>Tenacidad (P) (mm H<sub>2</sub>O)</b>	137,7	6,5	4,7 %
	<b>Hinchamiento (G)</b>	16,0	0,8	4,8 %
	<b>Longitud (L) (mm)</b>	52	5	9,3 %
	<b>Relación P/G</b>	8,8	0,5	5,1 %
	<b>Relación P/L</b>	2,7	0,2	8,4 %
	<b>Trabajo de deformación (W x 10<sup>-4</sup> Joules)</b>	297	28	9,3 %
	<b>le (%)</b>	59,3	2,1	3,6 %
	<b>W (40) (W x 10<sup>-4</sup> Joules)</b>	235,5	12,8	5,4 %
<b>Farinograma</b>	<b>Absorción de agua (ml / 100g B14%)</b>	60,1	0,7	1,1 %
	<b>Tiempo de desarrollo (min)</b>	14,0	1,2	8,8 %
	<b>Estabilidad (min)</b>	22,2	3,3	14,7 %
	<b>Aflojamiento (UF)</b>	31,2	5,4	17,4 %

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 al 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 36.

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>	11	1	1
<b>Cenizas</b>	7	1	4
<b>Gluten húmedo</b>	12	1	---
<b>Gluten seco</b>	11	1	---
<b>Gluten index</b>	4	---	---
<b>Falling number</b>	10	1	---
<b>Tenacidad (P)</b>	9	2	---
<b>Hinchamiento (G)</b>	9	1	---
<b>Longitud (L)</b>	10	1	---
<b>Relación P/G</b>	7	2	---
<b>Relación P/L</b>	10	1	---
<b>Trabajo de deformación</b>	10	1	---
<b>le</b>	9	---	---
<b>W (40)</b>	4	---	---
<b>Absorción de agua</b>	8	1	1
<b>Tiempo de desarrollo</b>	7	1	2
<b>Estabilidad</b>	7	1	2
<b>Aflojamiento</b>	9	---	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**

N° 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%)	
	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2
01	14,0	14,0	0,594	0,585	23,85	23,65	8,77	8,69
02	14,1	14,4	0,3130	0,3500	24,5	24,7	ni	ni
03	14,15	14,11	0,46	0,44	25,1	25,5	9,4	9,3
04	13,92	13,86	0,5032	0,5065	24,2	24,6	8,5	8,9
05	14,20	14,30	0,601	0,593	22,10	22,10	8,10	8,00
06	13,50	13,70	0,600	0,600	22,70	22,40	8,0	7,9
07	13,96	14,05	0,604	0,609	22,2	22,8	8,6	8,6
08	13,60	13,64	0,613	0,611	23,4	23,3	8,6	8,5
09	ni	ni	ni	ni	25,6	25,3	8,80	8,60
10	13,83	13,84	0,629	0,623	23,50	23,50	8,90	8,80
11	13,4	13,4	0,616	0,618	24	24	8,9	9
12	14,04	13,97	ni	ni	23,8	23,8	8,8	8,9
13	13,24	13,25	0,646	0,625	23,7	23,6	9,2	9
14	12,09	12,12	0,795	0,723	ni	ni	ni	ni

N° Part	Gluten Index		Falling Number (Segundos)		Test de Zeleny (ml.)	
	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2
01	99	99	390	387	ni	ni
02	ni	ni	ni	ni	ni	ni
03	ni	ni	381	386	ni	ni
04	99,71	100	378	378	22	22
05	ni	ni	340	337	ni	ni
06	ni	ni	397	391	ni	ni
07	ni	ni	407	404	ni	ni
08	ni	ni	394	384	ni	ni
09	100	100	ni	ni	ni	ni
10	98	98	379	368	ni	ni
11	ni	ni	381	383	ni	ni
12	ni	ni	306	309	ni	ni
13	ni	ni	367	378	ni	ni
14	ni	ni	ni	ni	ni	ni

ni: no informa

El laboratorio 10 también envió los resultados de Gluten expresados en (g/100 g B 14%):

N° Part	Gluten Húmedo (g/100 g B 14%)		Gluten seco (g/100 g B 14%)	
	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2
10	25,67	25,77	8,55	8,58

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

N° Part	Tenacidad (P) (mm H <sub>2</sub> O)		Hinchariento (G)		Longitud (L) (mm)		Relación P/G	
	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2	Dato1	Dato 2
01	139	134	15,7	16,0	50	52	8,85	8,38
02	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
03	148	142	15,5	14,9	50,0	45,0	9,55	9,55
04	138	135	16,0	16,0	52	52	8,62	8,44
05	144	143	16,90	16,70	58	58	8,54	8,58
06	146	143	14,6	15,0	43	46	10	9,55
07	131	129	15,7	15,4	50	48	8,34	8,38
08	140	139	16,0	15,5	52,0	49	8,7	9,0
09	124	119	15,3	16,1	47	52	ni	ni
10	148	148	18,1	18,1	66	66	8,18	8,18
11	123	ni	16,5	ni	55	ni	7,45	ni
12	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
13	132	132	ni	ni	50	50	ni	ni
14	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni

N° Part	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
01	2,78	2,58	291	289	60,3	60,9	245	236
02	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
03	2,96	3,16	300	288	55,0	56,5	ni	ni
04	2,67	2,62	297	291	60,3	60,3	ni	ni
05	2,48	2,47	355	348	ni	ni	ni	ni
06	3,37	3,13	273	281	61	60,3	257	252
07	2,62	2,69	277	265	61,7	62,5	232	229
08	2,68	2,86	304	297	ni	ni	ni	ni
09	2,64	2,29	251	260	61,7	61,0	221	212
10	2,24	2,24	362	358	55,7	54,5	ni	ni
11	2,24	ni	264	ni	55,3	ni	ni	ni
12	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
13	2,66	2,67	271	272	58,3	58,2	ni	ni
14	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni

ni: no informa

**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	61,1	60,9	2,3	2,2	2,4	2,3	43	41
02	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
03	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
04	59,9	59,9	14,7	14,9	20,9	21,4	22	20
05	60,0	ni	2	ni	4	ni	40	ni
06	59,4	59,2	14,2	14,4	30,40	30,0	9	9
07	59,7	59,7	14,5	13,5	20,5	20,5	30,0	30,0
08	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
09	59,7	59,7	15,1	14,9	19,8	19,3	32	29
10	59,3	59,4	16,0	15,1	25,1	24,8	28	28
11	62,5	ni	11m45s	ni	22m30s	ni	25	ni
12	59,9	59,9	11,0	10,8	20,0	19,8	37	37
13	61,6	61,6	13,5	13,5	19,5	19,2	30	30
14	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni

ni: no informa

**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
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
01	14,0	14,0		0,594	0,585		23,85	23,65	
02	14,1	14,4	F	0,3130	0,3500	F	24,5	24,7	
03	14,15	14,11		0,46	0,44	F	25,1	25,5	
04	13,92	13,86		0,5032	0,5065	G	24,2	24,6	
05	14,20	14,30		0,601	0,593		22,10	22,10	
06	13,50	13,70	F	0,600	0,600		22,70	22,40	
07	13,96	14,05		0,604	0,609		22,2	22,8	F
08	13,60	13,64		0,613	0,611		23,4	23,3	
09	ni	ni		ni	ni		25,6	25,3	
10	13,83	13,84		0,629	0,623		23,50	23,50	
11	13,4	13,4		0,616	0,618		24	24	
12	14,04	13,97		ni	ni		23,8	23,8	
13	13,24	13,25		0,646	0,625		23,7	23,6	
14	12,09	12,12	G	0,795	0,723	F	ni	ni	

N° Part	Gluten seco (g/100 g B13,5%)		R	Gluten index		R	Falling Number (Segundos)		R
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
01	8,77	8,69		99	99		390	387	
02	ni	ni		ni	ni		ni	ni	
03	9,4	9,3		ni	ni		381	386	
04	8,5	8,9	F	99,71	100		378	378	
05	8,10	8,00		ni	ni		340	337	
06	8,0	7,9		ni	ni		397	391	
07	8,6	8,6		ni	ni		407	404	
08	8,6	8,5		ni	ni		394	384	
09	8,80	8,60		100	100		ni	ni	
10	8,90	8,80		98	98		379	368	
11	8,9	9		ni	ni		381	383	
12	8,8	8,9		ni	ni		306	309	
13	9,2	9		ni	ni		367	378	
14	ni	ni		ni	ni		ni	ni	

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 <sub>2</sub> O)		R	Hinchariento (G)		R	Longitud (L) (mm)		R	Relación P/G		R
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
01	139	134		15,7	16,0		50	52		8,85	8,38	
02	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	
03	148	142		15,5	14,9		50,0	45,0		9,55	9,55	
04	138	135		16,0	16,0		52	52		8,62	8,44	
05	144	143		16,90	16,70		58	58		8,54	8,58	
06	146	143		14,6	15,0		43	46		10	9,55	
07	131	129		15,7	15,4		50	48		8,34	8,38	
08	140	139		16,0	15,5		52,0	49		8,7	9,0	
09	124	119		15,3	16,1		47	52		ni	ni	
10	148	148		18,1	18,1		66	66		8,18	8,18	
11	123	ni	<2	16,5	ni	<2	55	ni	<2	7,45	ni	<2
12	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	
13	132	132		ni	ni		50	50		ni	ni	
14	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	

N° Part	Relación P/L		R	Tbjo. de def. (W) W x 10-4 Joules		R	Ie (%)		R	W (40) W x 10-4 Joules		R
	Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2		Dato1	Dato 2	
01	2,78	2,58		291	289		60,3	60,9		245	236	
02	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	
03	2,96	3,16		300	288		55,0	56,5		ni	ni	
04	2,67	2,62		297	291		60,3	60,3		ni	ni	
05	2,48	2,47		355	348		ni	ni		ni	ni	
06	3,37	3,13		273	281		61	60,3		257	252	
07	2,62	2,69		277	265		61,7	62,5		232	229	
08	2,68	2,86		304	297		ni	ni		ni	ni	
09	2,64	2,29		251	260		61,7	61,0		221	212	
10	2,24	2,24		362	358		55,7	54,5		ni	ni	
11	2,24	ni	<2	264	ni	<2	55,3	ni	<2	ni	ni	
12	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	
13	2,66	2,67		271	272		58,3	58,2		ni	ni	
14	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	

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	61,1		60,9			2,3	2,2		I	2,4	
02	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	
03	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	
04	59,9	59,9		14,7	14,9		20,9	21,4		22	20	
05	60,0	ni	<2	2	ni	<2	4	ni	<2	40	ni	<2
06	59,4	59,2		14,2	14,4		30,40	30,0		9	9	I
07	59,7	59,7		14,5	13,5		20,5	20,5		30,0	30,0	
08	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	
09	59,7	59,7		15,1	14,9		19,8	19,3		32	29	
10	59,3	59,4		16,0	15,1		25,1	24,8		28	28	
11	62,5	ni	<2	11m45s	ni	<2	22m30s	ni	<2	25	ni	<2
12	59,9	59,9		11,0	10,8		20,0	19,8		37	37	
13	61,6	61,6		13,5	13,5		19,5	19,2		30	30	
14	ni	ni		ni	ni		ni	ni		ni	ni	

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**

Nº Part	Humedad (g/100 g)		Cenizas (g/100 g BS)		Gluten Húmedo (g/100 g B13,5%)	
	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab
01	14,0	1,2	0,590	-3,4	23,8	-0,5
02	14,3	3,0	0,332	-45,7	24,6	3,1
03	14,1	2,1	0,450	-26,3	25,3	6,0
04	13,9	0,4	0,505	-17,3	24,4	2,2
05	14,3	3,0	0,597	-2,2	22,1	-7,4
06	13,6	-1,7	0,600	-1,7	22,6	-5,5
07	14,0	1,2	0,607	-0,6	22,5	-5,7
08	13,6	-1,6	0,612	0,3	23,4	-2,2
09	ni	---	ni	---	25,5	6,6
10	13,8	0,0	0,626	2,6	23,5	-1,6
11	13,4	-3,2	0,617	1,1	24,0	0,5
12	14,0	1,2	ni	---	23,8	-0,3
13	13,2	-4,3	0,636	4,1	23,7	-0,9
14	12,1	-12,5	0,759	24,3	ni	---

Nº Part	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
02	8,7	0,4	99,0	-0,2	388,5	3,9
03	ni	---	ni	---	ni	---
04	9,4	7,5	ni	---	383,5	2,6
05	8,7	0,0	99,9	0,6	378,0	1,1
06	8,1	-7,5	ni	---	338,5	-9,5
07	8,0	-8,6	ni	---	394,0	5,4
08	8,6	-1,1	ni	---	405,5	8,5
09	8,6	-1,7	ni	---	389,0	4,0
10	8,7	0,0	100,0	0,8	ni	---
11	8,9	1,7	98,0	-1,2	373,5	-0,1
12	9,0	2,9	ni	---	382,0	2,2
13	8,9	1,7	ni	---	307,5	-17,8
14	9,1	4,6	ni	---	372,5	-0,4
no infor	ni	---	ni	---	ni	---

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



**Tabla 8**  
**Desvíos respecto del valor medio interlaboratorio - Alveograma**

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	136,5	-0,9	15,9	-0,8	51,0	-1,5	8,6	-2,1
02	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---
03	145,0	5,3	15,2	-4,8	47,5	-8,3	9,6	8,5
04	136,5	-0,9	16,0	0,2	52,0	0,4	8,5	-3,1
05	143,5	4,2	16,8	5,2	58,0	12,0	8,6	-2,8
06	144,5	4,9	14,8	-7,3	44,5	-14,1	9,8	11,0
07	130,0	-5,6	15,6	-2,6	49,0	-5,4	8,4	-5,0
08	139,5	1,3	15,8	-1,4	50,5	-2,5	8,9	0,5
09	121,5	-11,8	15,7	-1,7	49,5	-4,4	ni	---
10	148,0	7,5	18,1	13,3	66,0	27,4	8,2	-7,1
11	123,0	-10,7	16,5	3,3	55,0	6,2	7,5	-15,4
12	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---
13	132,0	-4,1	ni	---	50,0	-3,5	ni	---
14	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---

Nº Part	Relación P/L		Tbjo. de def. (W) W x 10-4 Joules		Ie (%)		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	2,7	-0,4	290,0	-2,2	60,6	2,3	240,5	2,1
02	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---
03	3,1	13,7	294,0	-0,8	55,8	-5,9	ni	---
04	2,6	-1,7	294,0	-0,8	60,3	1,8	ni	---
05	2,5	-8,0	351,5	18,5	ni	---	ni	---
06	3,3	20,8	277,0	-6,6	60,7	2,3	254,5	8,1
07	2,7	-1,3	271,0	-8,6	62,1	4,8	230,5	-2,1
08	2,8	3,0	300,5	1,3	ni	---	ni	---
09	2,5	-8,4	255,5	-13,8	61,4	3,5	216,5	-8,1
10	2,2	-16,7	360,0	21,4	55,1	-7,0	ni	---
11	2,2	-16,7	264,0	-11,0	55,3	-6,7	ni	---
12	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---
13	2,7	-0,9	271,5	-8,4	58,3	-1,7	ni	---
14	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---

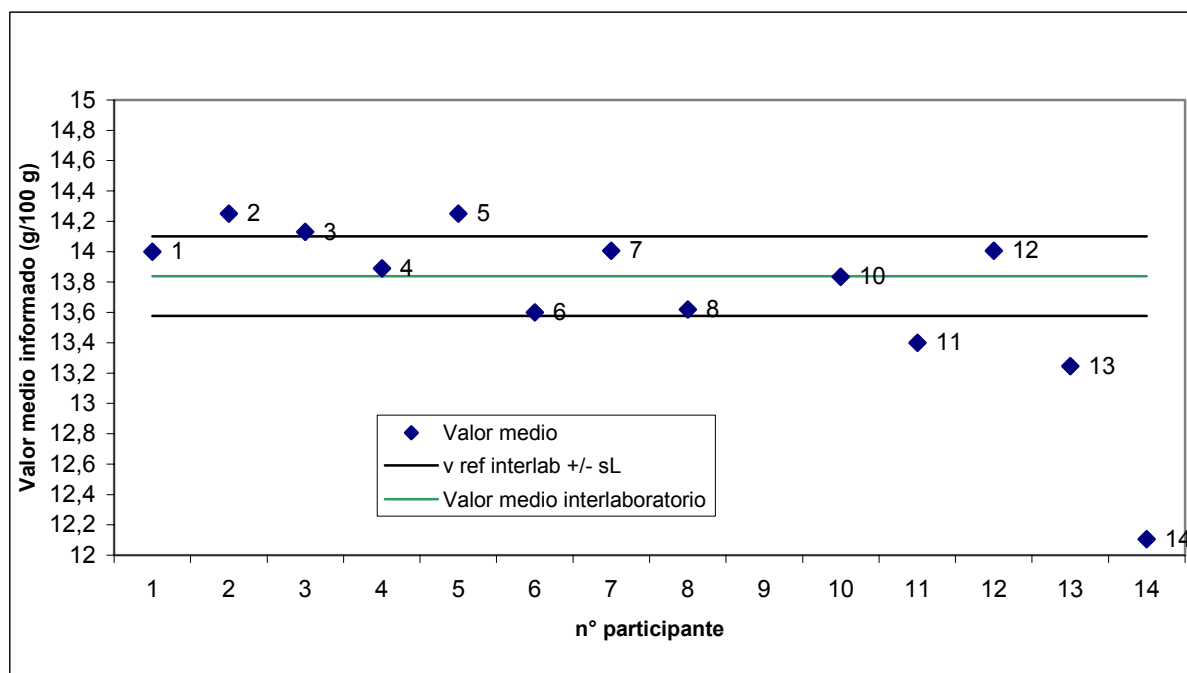
$$\% \text{ desv. v. medio interlab.} = \frac{\text{v. medio} - \text{v. medio interlab.}}{\text{v. medio interlab.}} \times 100$$

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

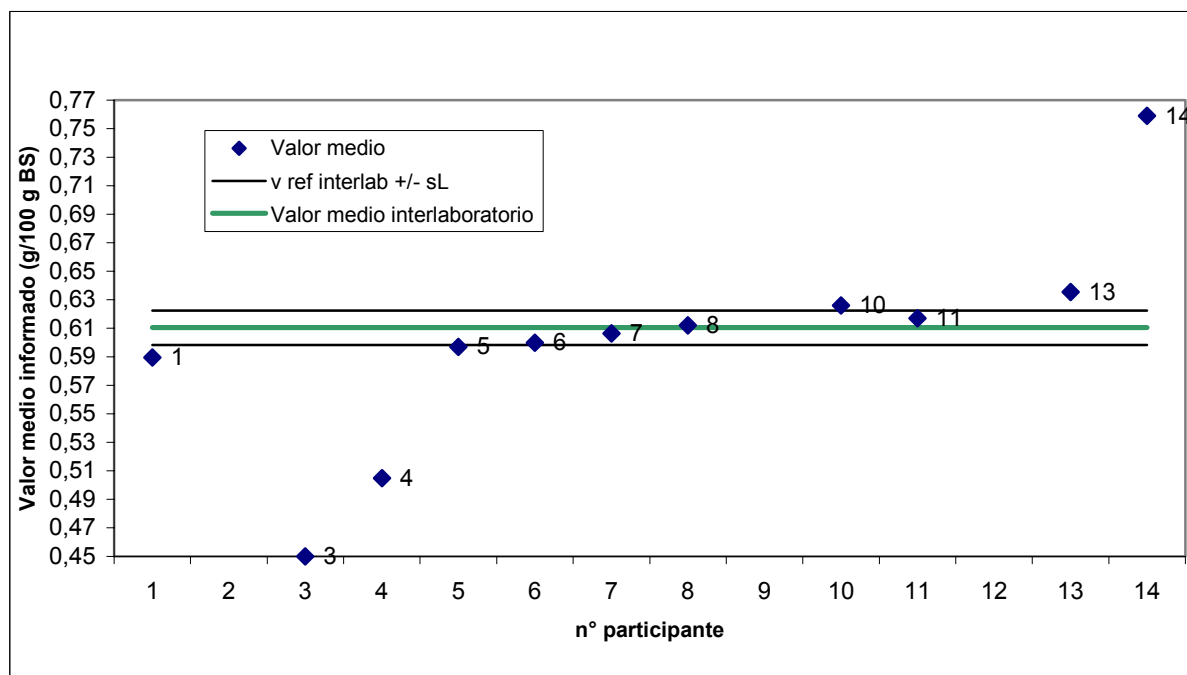
N° Part	Absorción de Agua ml / 100g B14%		Tiempo de desarrollo min.		Estabilidad min.		Aflojamiento UF	
	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab	V. medio	% desv.v. medio interlab
01	61,0	1,6	2,3	-83,9	2,4	-89,4	42,0	34,6
02	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---
03	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---
04	59,9	-0,3	14,8	5,7	21,2	-4,9	21,0	-32,7
05	60,0	-0,1	2,0	-85,7	4,0	-82,0	40,0	28,1
06	59,3	-1,3	14,3	2,1	30,2	35,9	9,0	-71,2
07	59,7	-0,6	14,0	-0,1	20,5	-7,8	30,0	-3,9
08	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---
09	59,7	-0,6	15,0	7,1	19,6	-12,1	30,5	-2,3
10	59,4	-1,2	15,6	11,0	25,0	12,2	28,0	-10,3
11	62,5	4,1	11,8	-16,1	22,5	1,2	25,0	-19,9
12	59,9	-0,3	10,9	-22,2	19,9	-10,5	37,0	18,5
13	61,6	2,6	13,5	-3,6	19,4	-12,9	30,0	-3,9
14	ni	---	ni	---	ni	---	ni	---

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

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



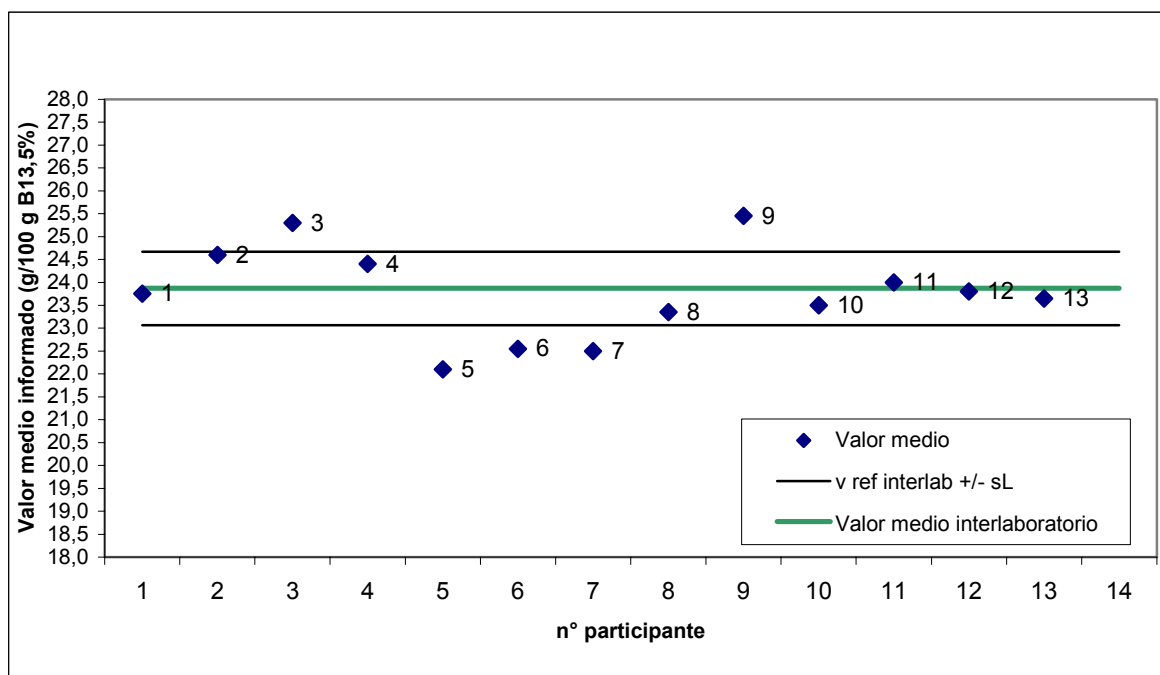
**Gráfico 2**  
**Datos enviados por los participantes - Contenido de cenizas**



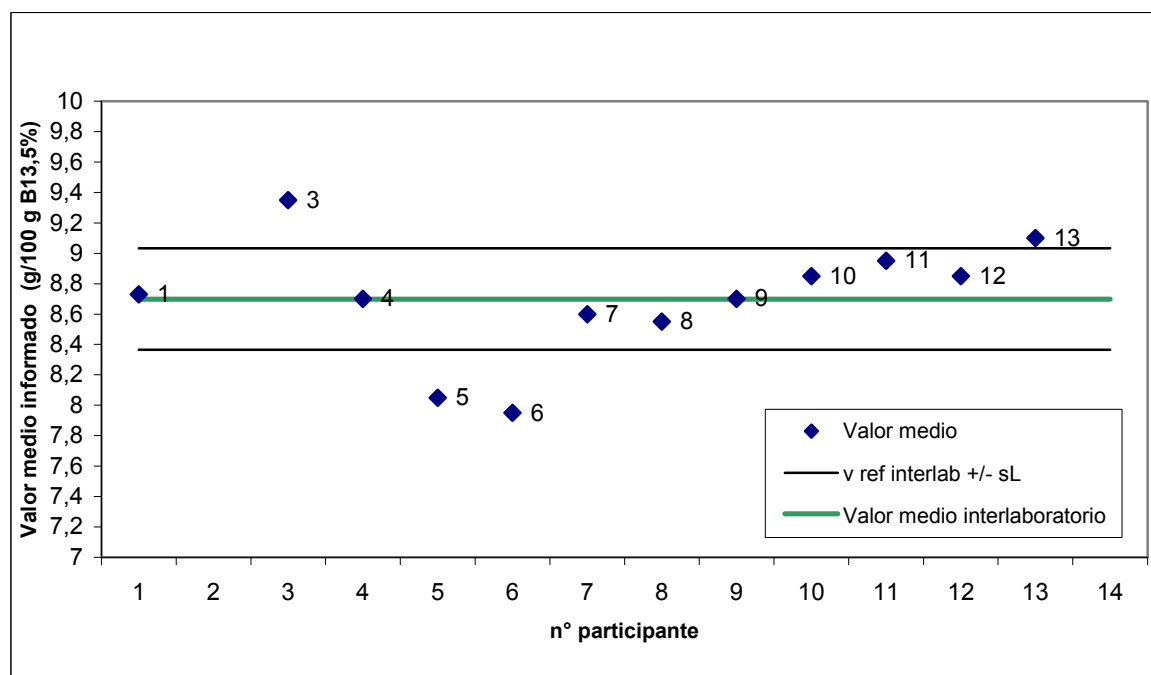
Laboratorio cuyo valor excede el ámbito del gráfico:

Lab	V. Medio
2	0,33

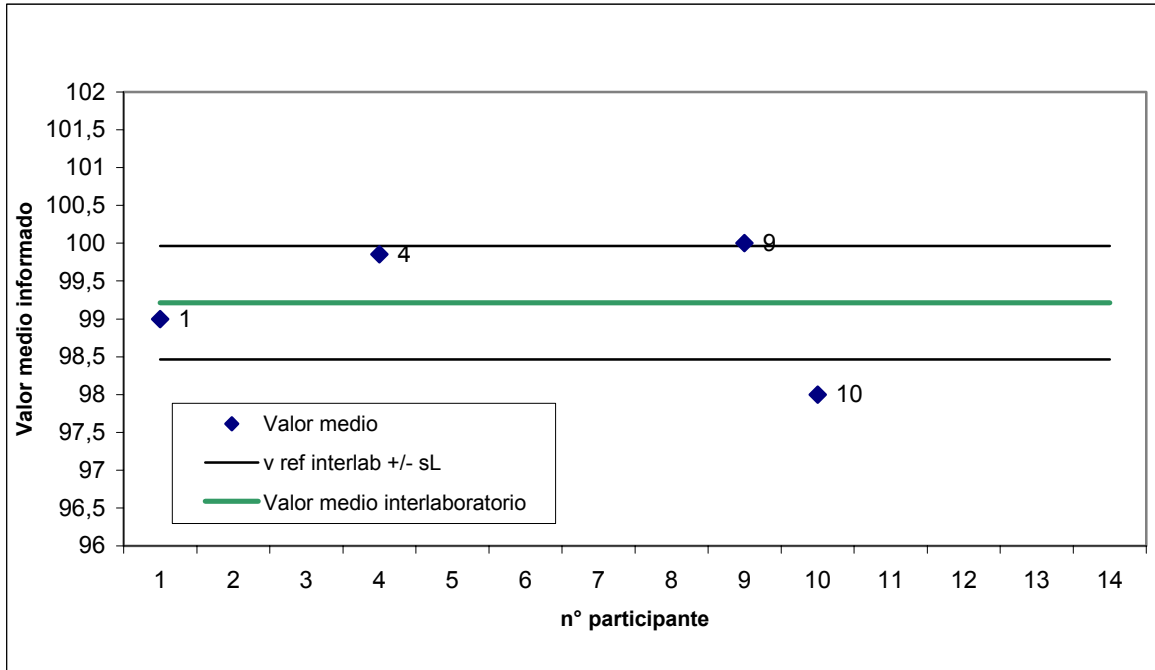
**Gráfico 3**  
**Datos enviados por los participantes - Gluten húmedo**



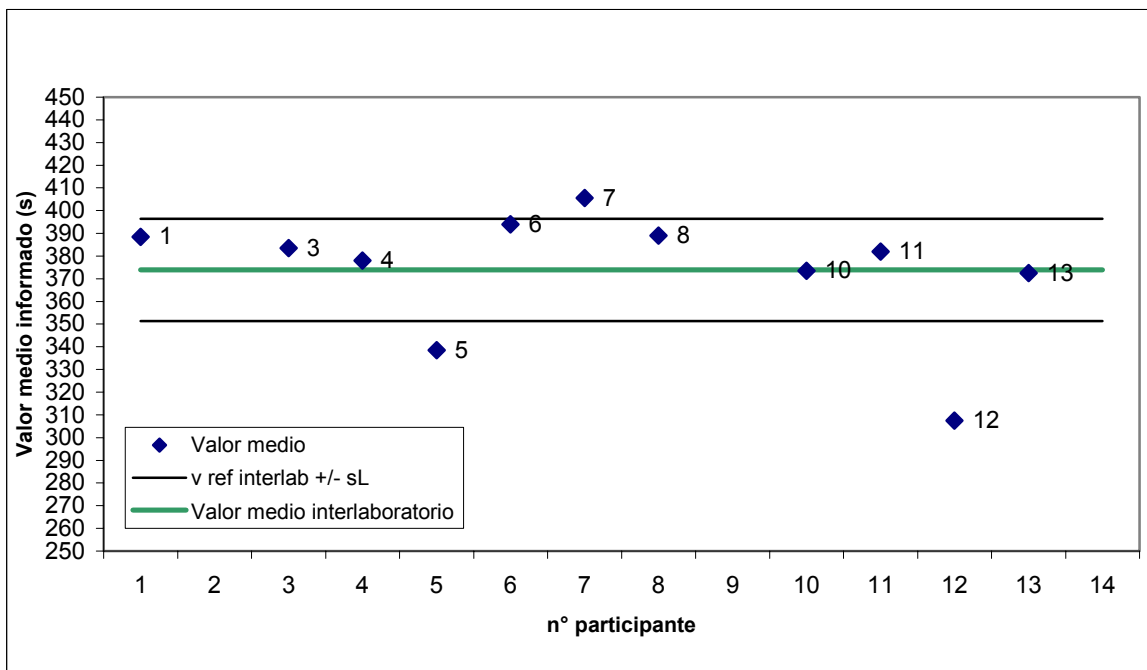
**Gráfico 4**  
**Datos enviados por los participantes - Gluten seco**



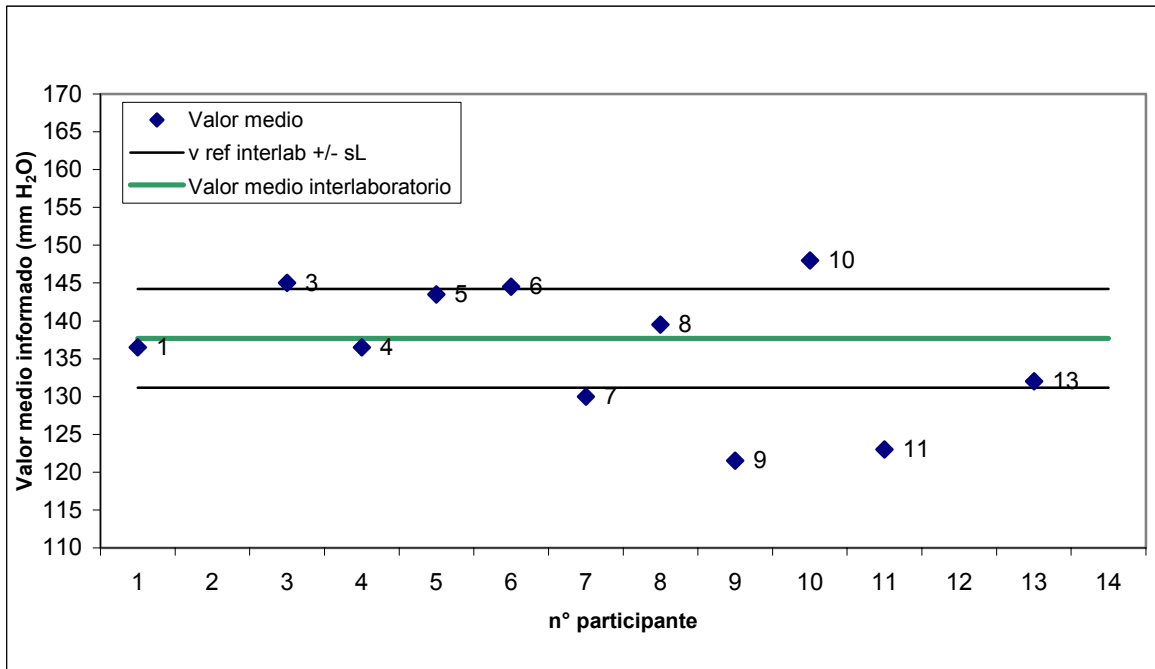
**Gráfico 5**  
**Datos enviados por los participantes - Gluten Index**



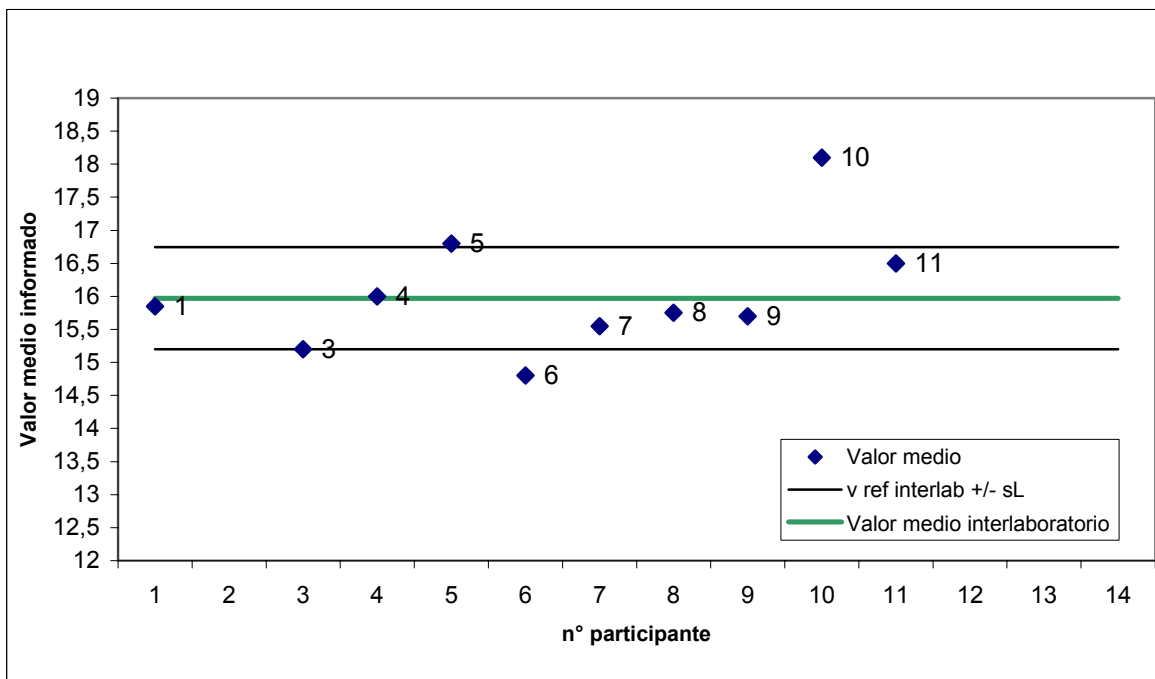
**Gráfico 6**  
**Datos enviados por los participantes - Falling number**



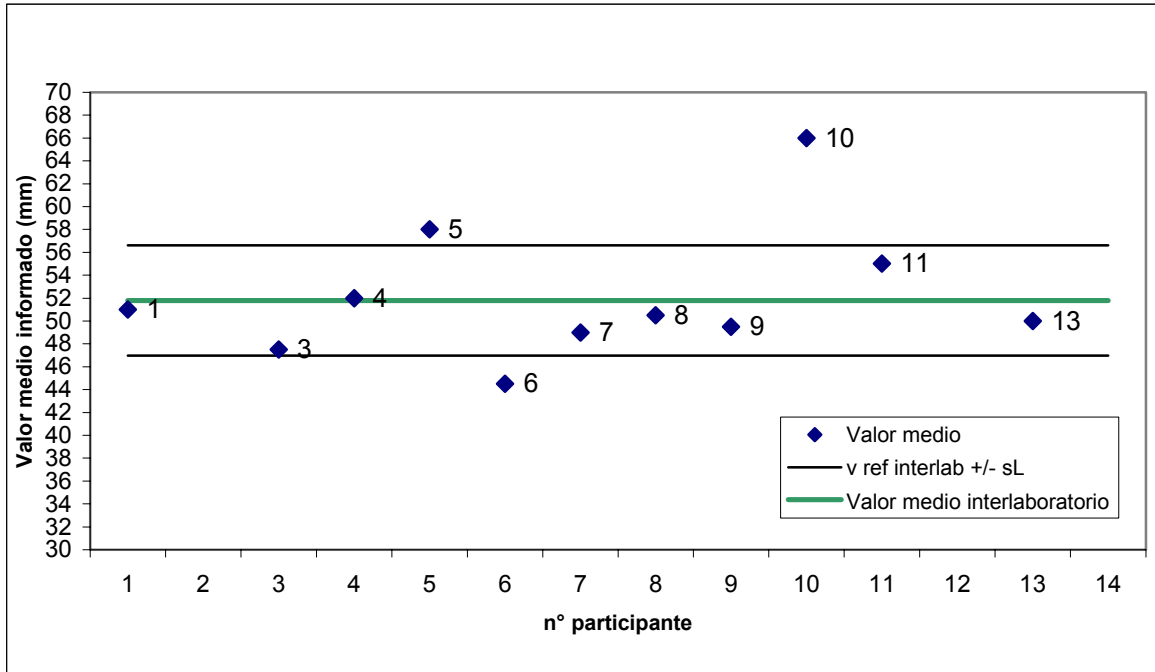
**Gráfico 7**  
**Datos enviados por los participantes - Tenacidad**



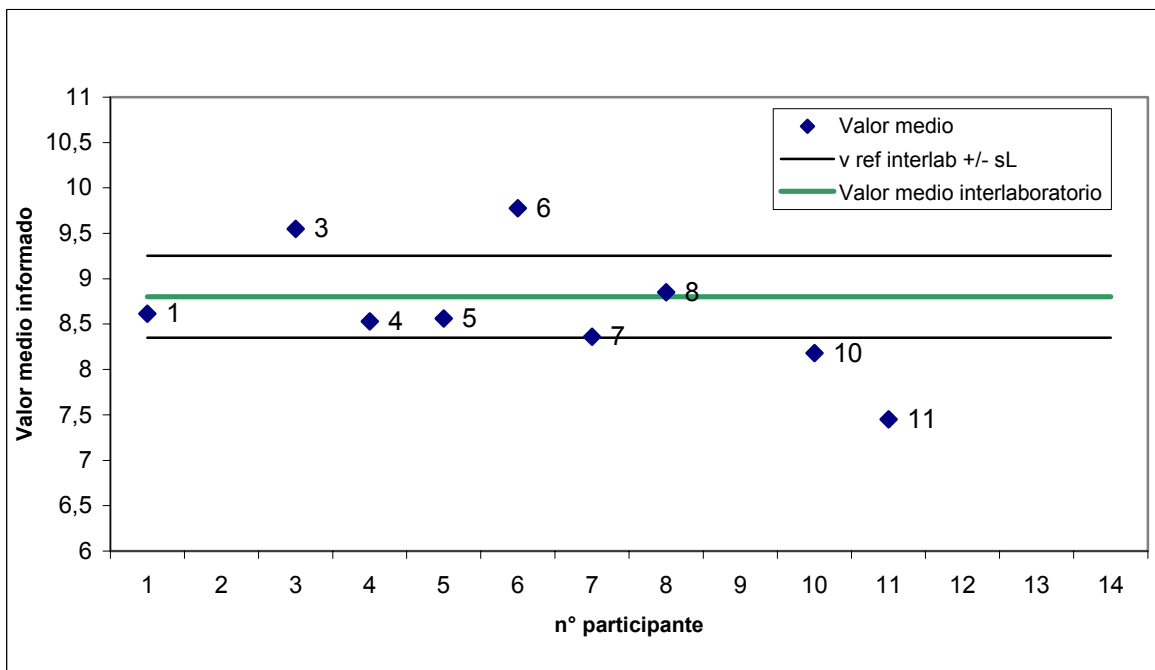
**Gráfico 8**  
**Datos enviados por los participantes - Hinchamiento**



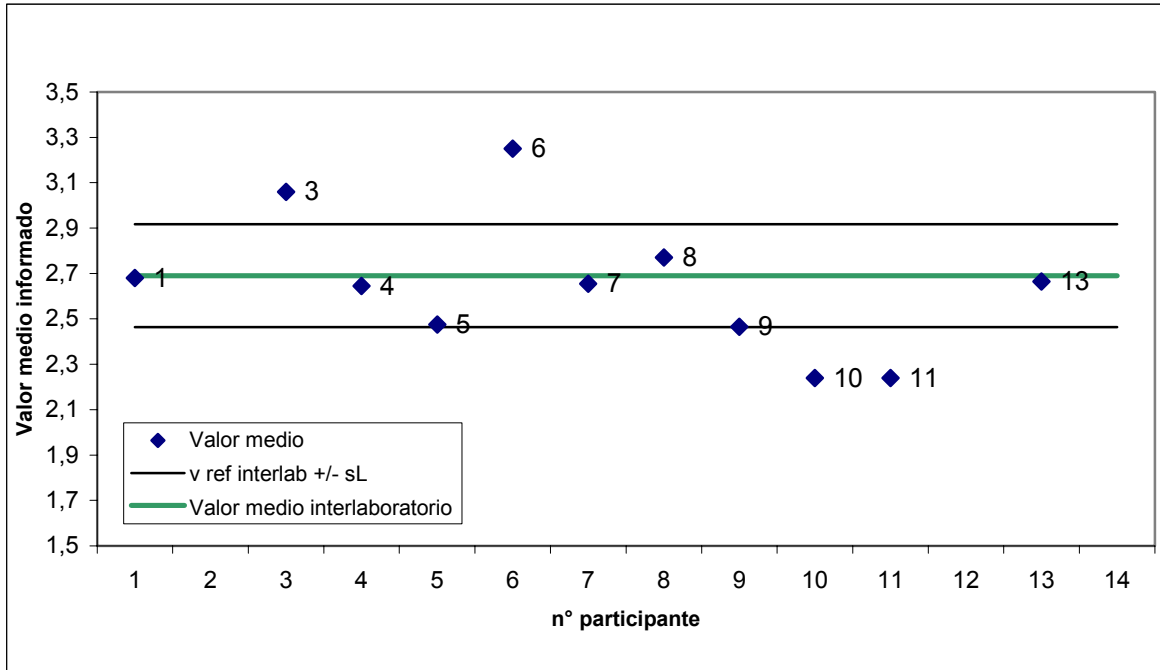
**Gráfico 9**  
**Datos enviados por los participantes - Longitud**



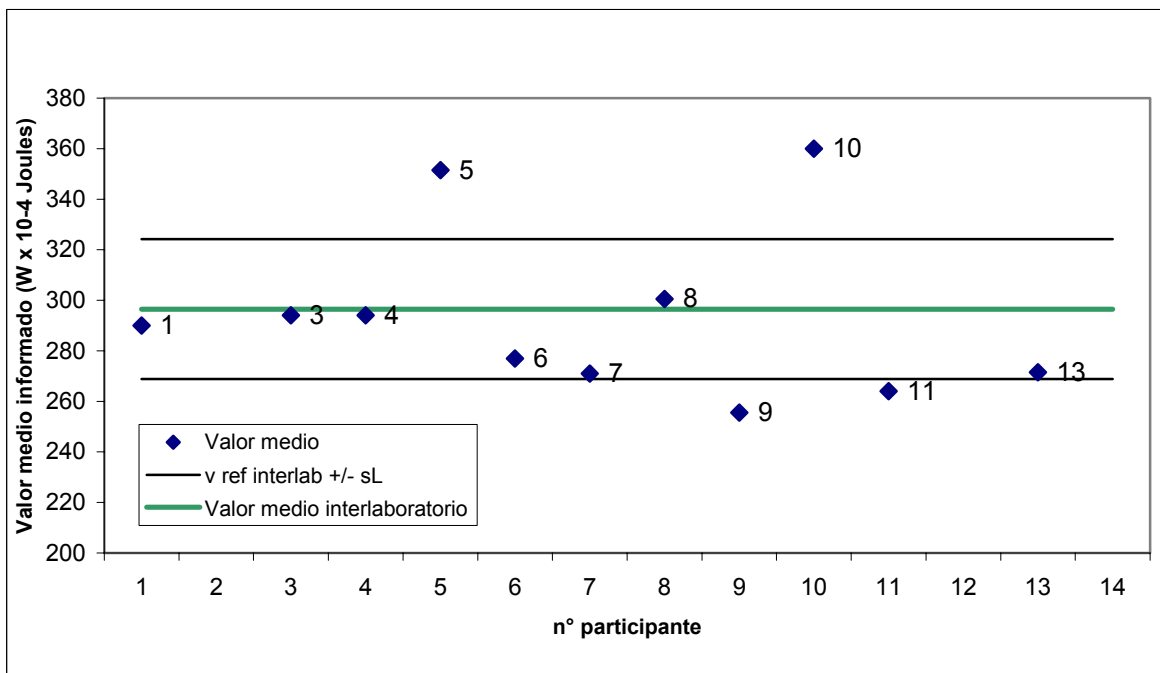
**Gráfico 10**  
**Datos enviados por los participantes - Relación P/G**



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

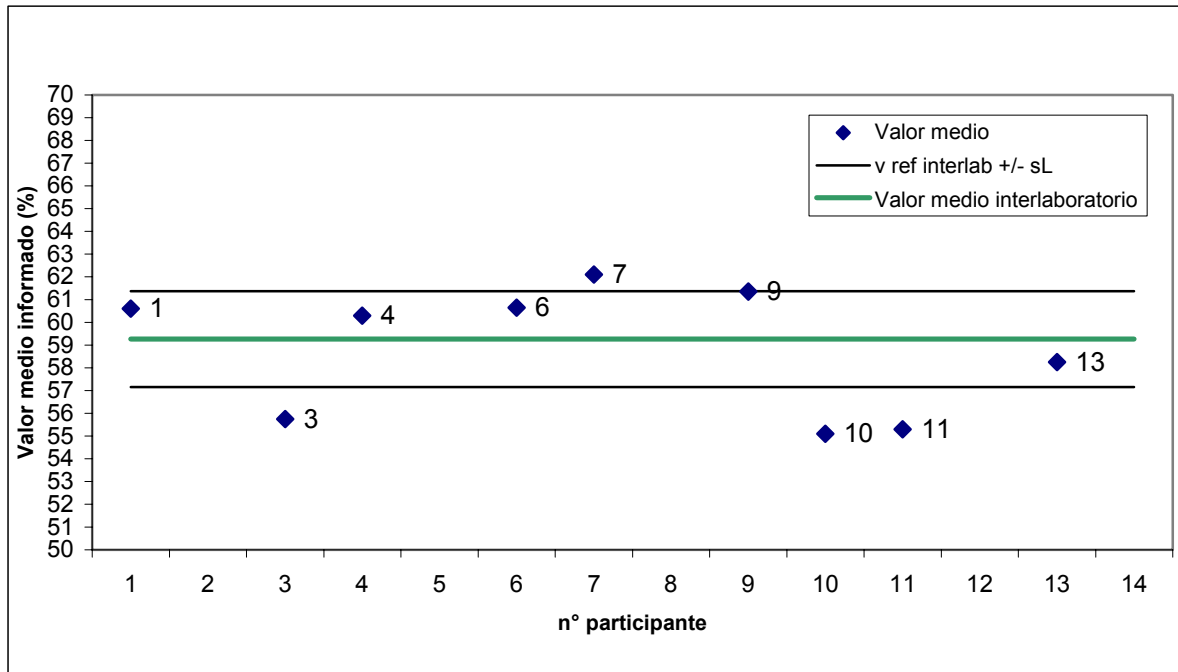


**Gráfico 12**  
**Datos enviados por los participantes - Trabajo de deformación**

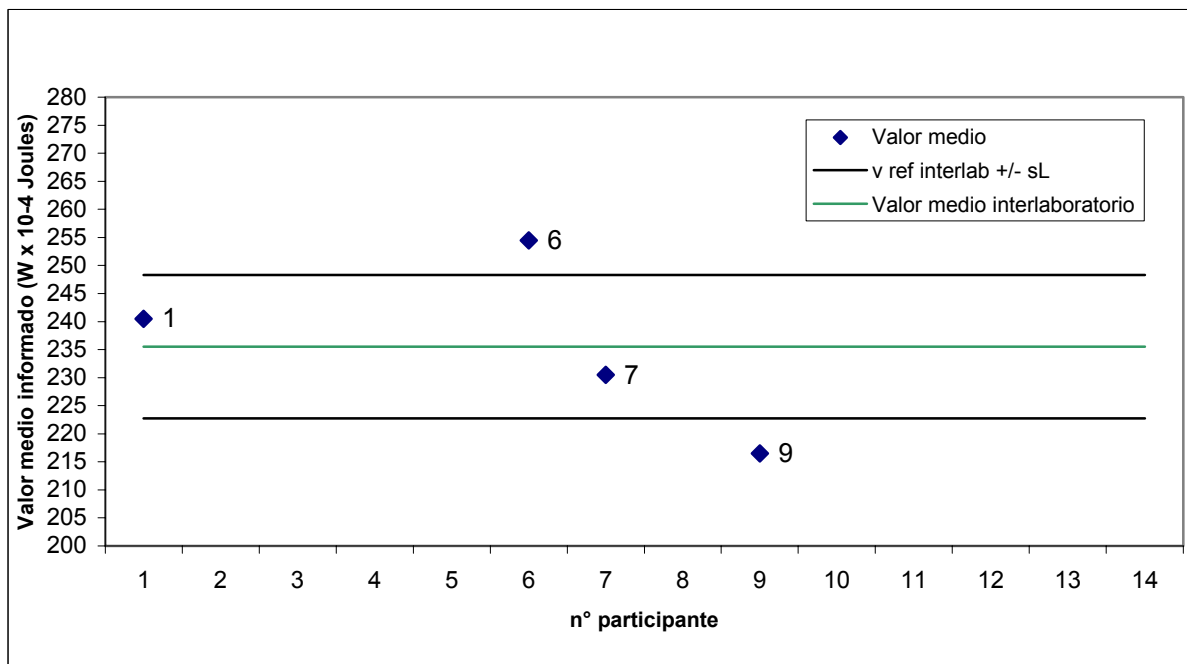




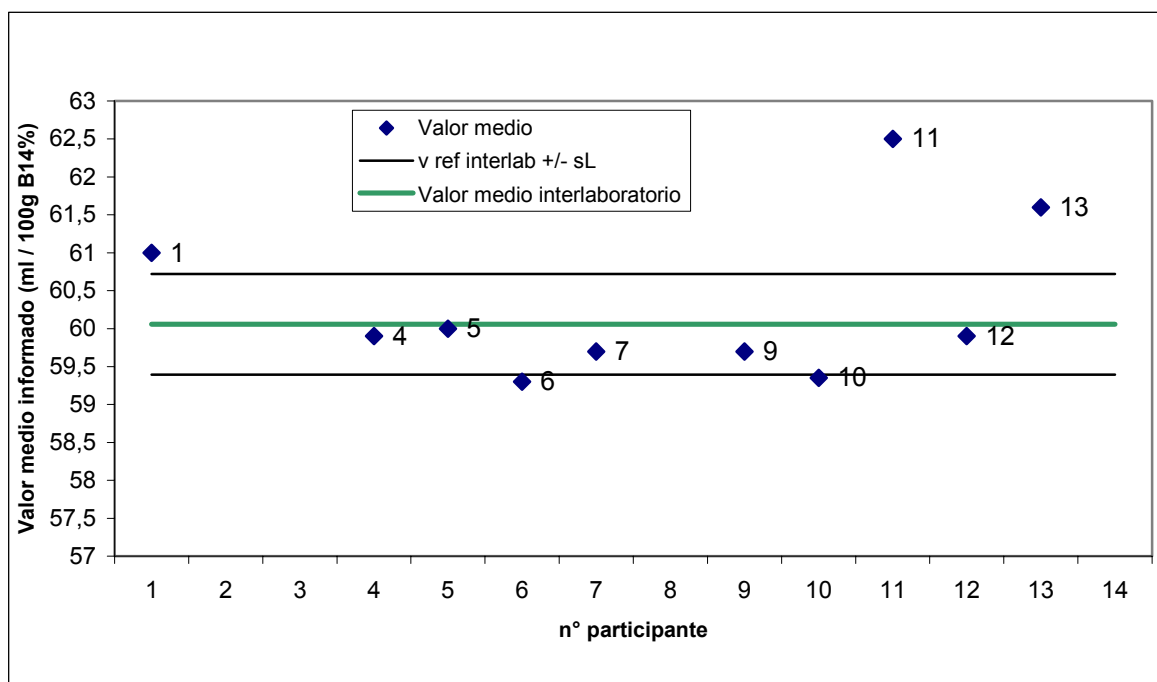
**Gráfico 13**  
**Datos enviados por los participantes - Ie**



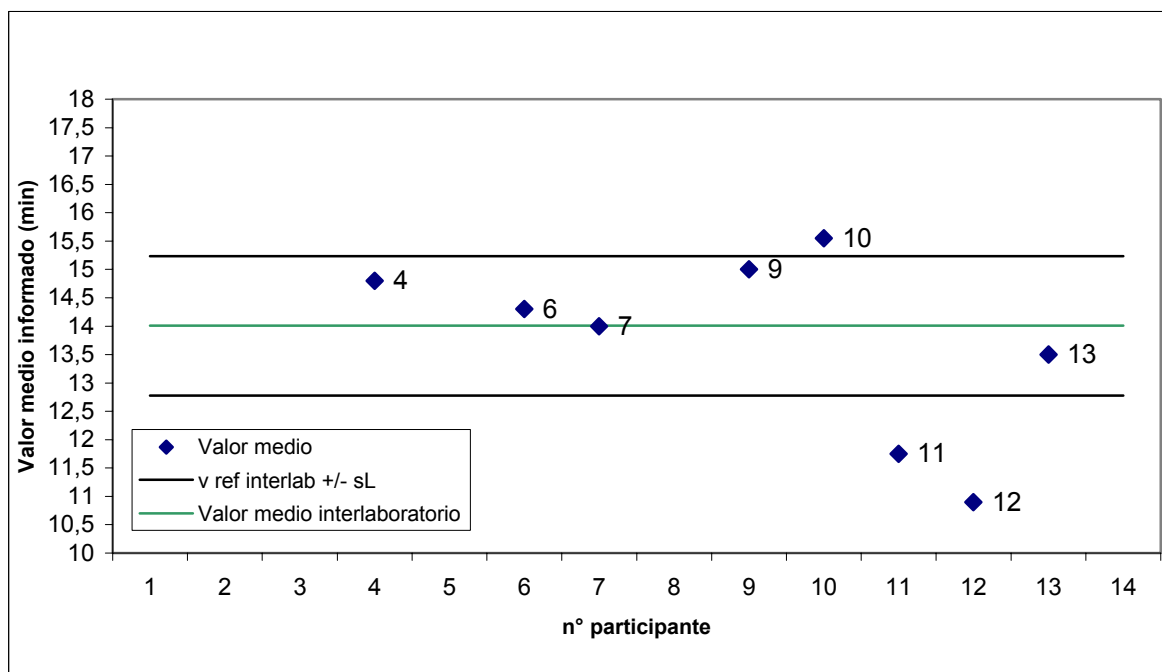
**Gráfico 14**  
**Datos enviados por los participantes - W (40)**



**Gráfico 15**  
**Datos enviados por los participantes - Absorción de agua**



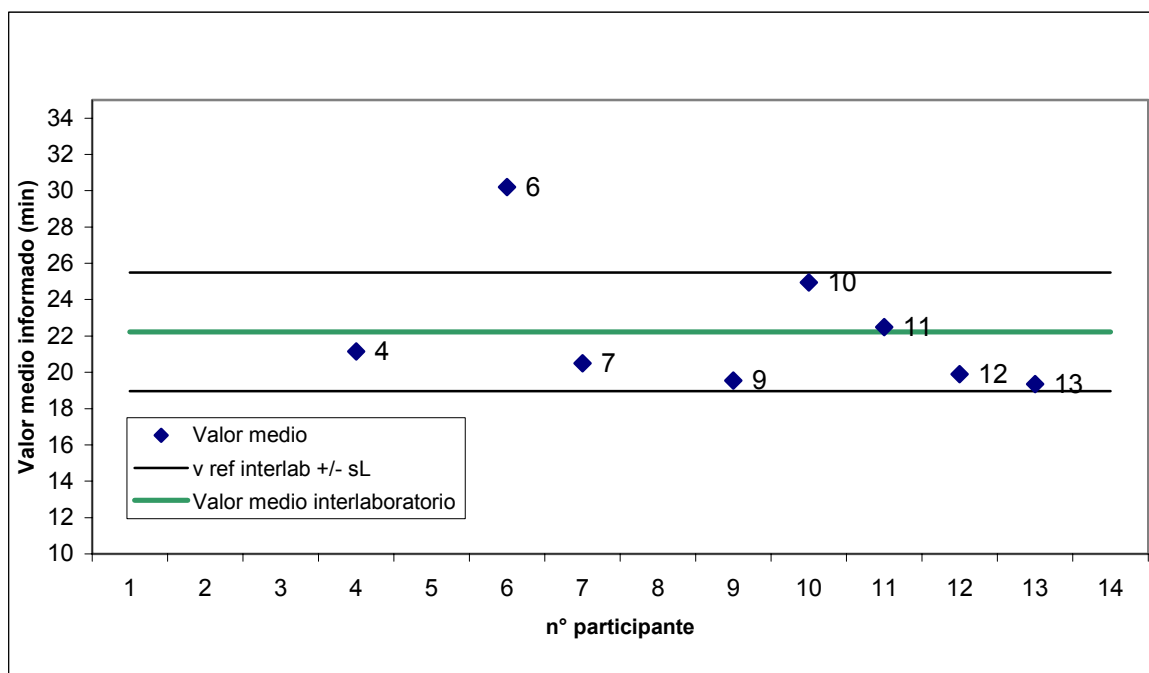
**Gráfico 16**  
**Datos enviados por los participantes - Tiempo de desarrollo**



Laboratorios cuyos valores exceden el ámbito del gráfico

Lab	V. Medio
1	2,25
5	2

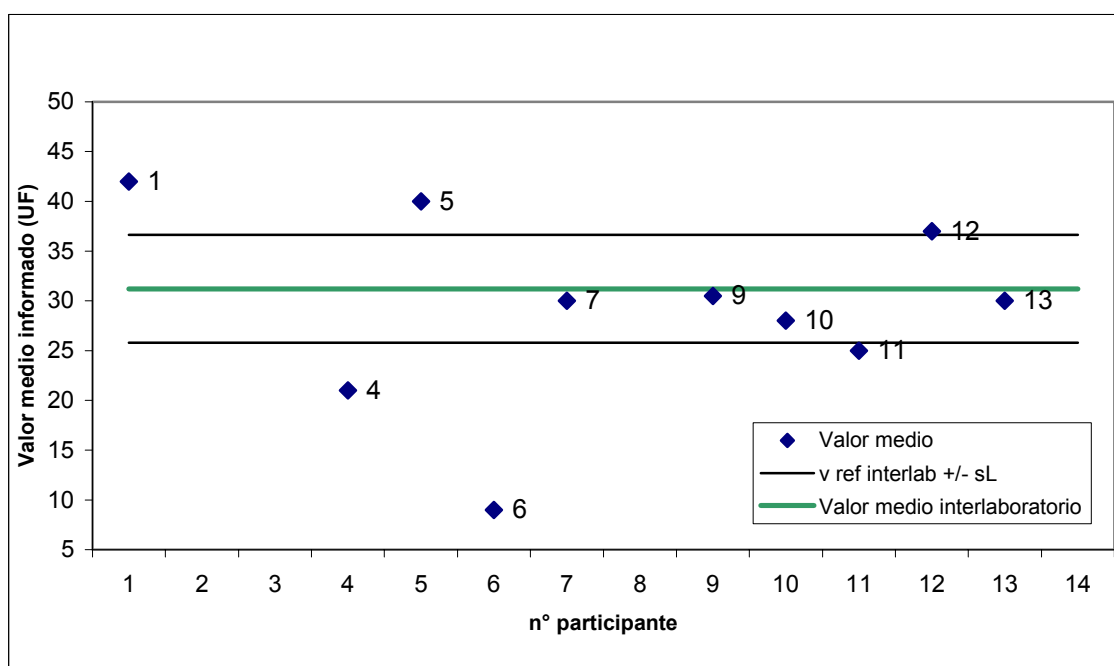
**Gráfico 17**  
**Datos enviados por los participantes - Estabilidad**



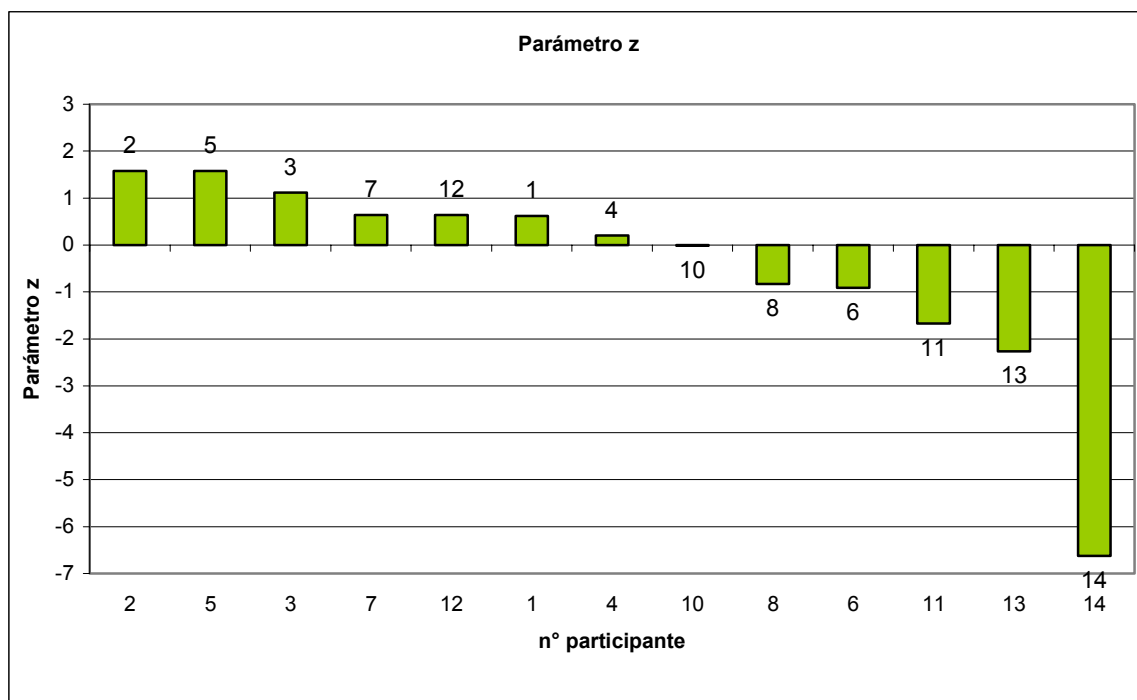
Laboratorios cuyos valores exceden el ámbito del gráfico

Lab	V. Medio
1	2,35
5	4

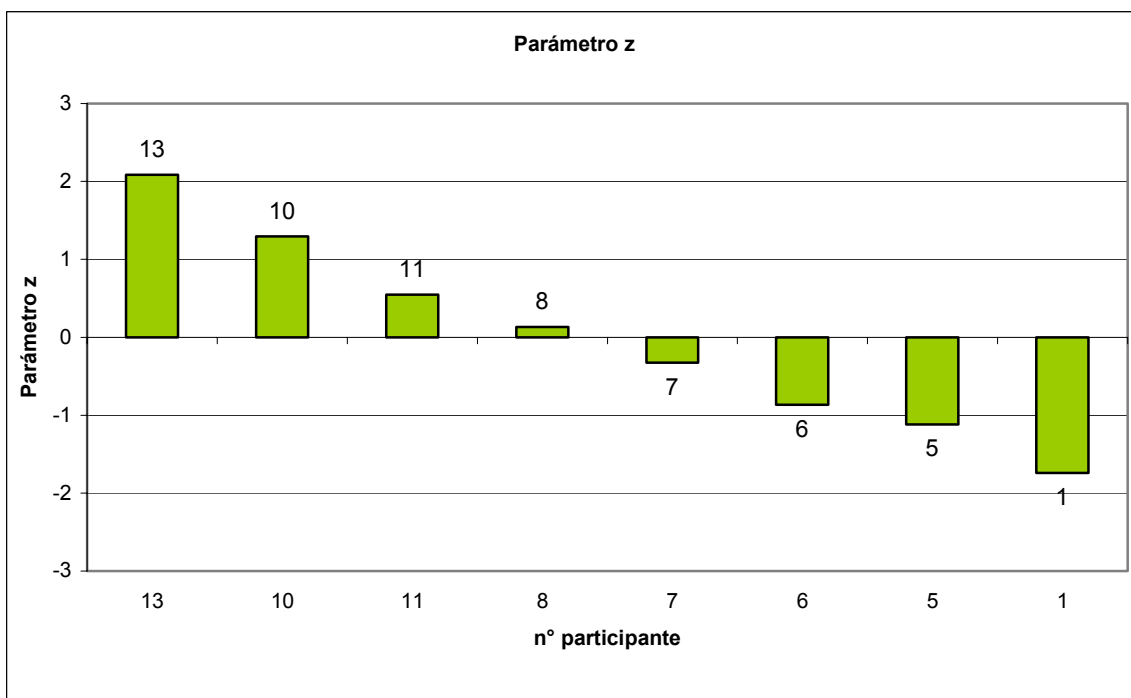
**Gráfico 18**  
**Datos enviados por los participantes - Aflojamiento**



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



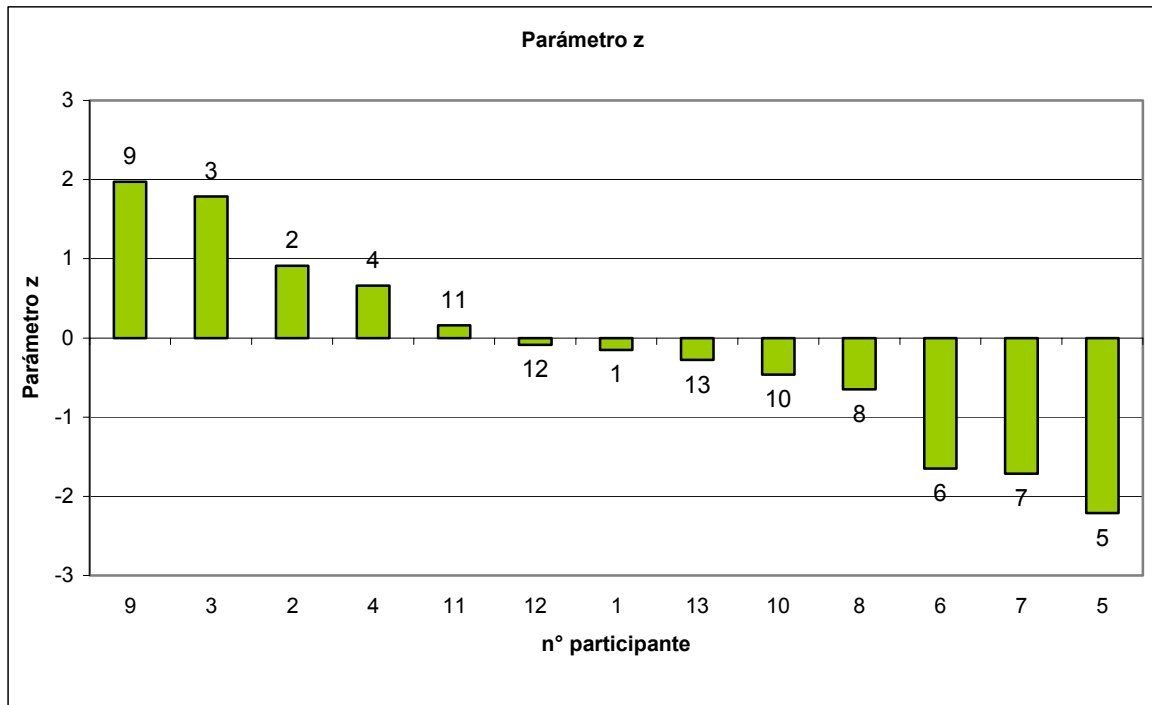
**Gráfico 20**  
**Parámetro z - Contenido de cenizas**



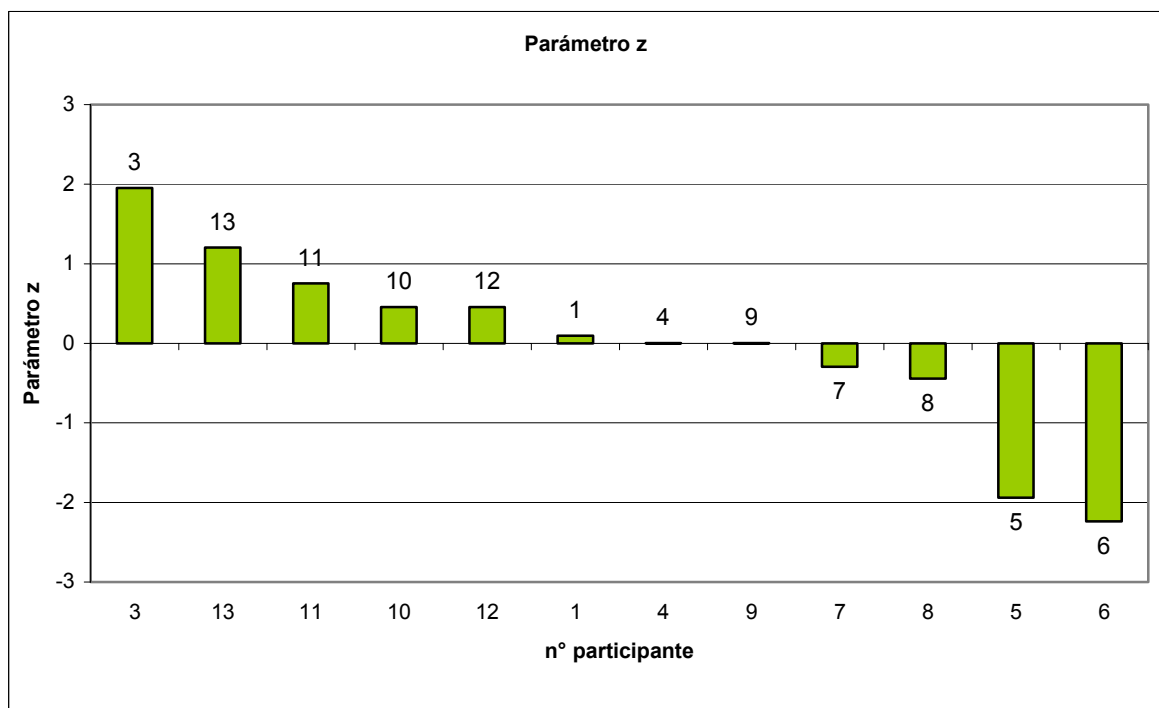
Laboratorios cuyos valores exceden el ámbito del gráfico:

Lab	z	Lab	z
14	12,4	3	-13,4
4	-8,8	2	-23,2

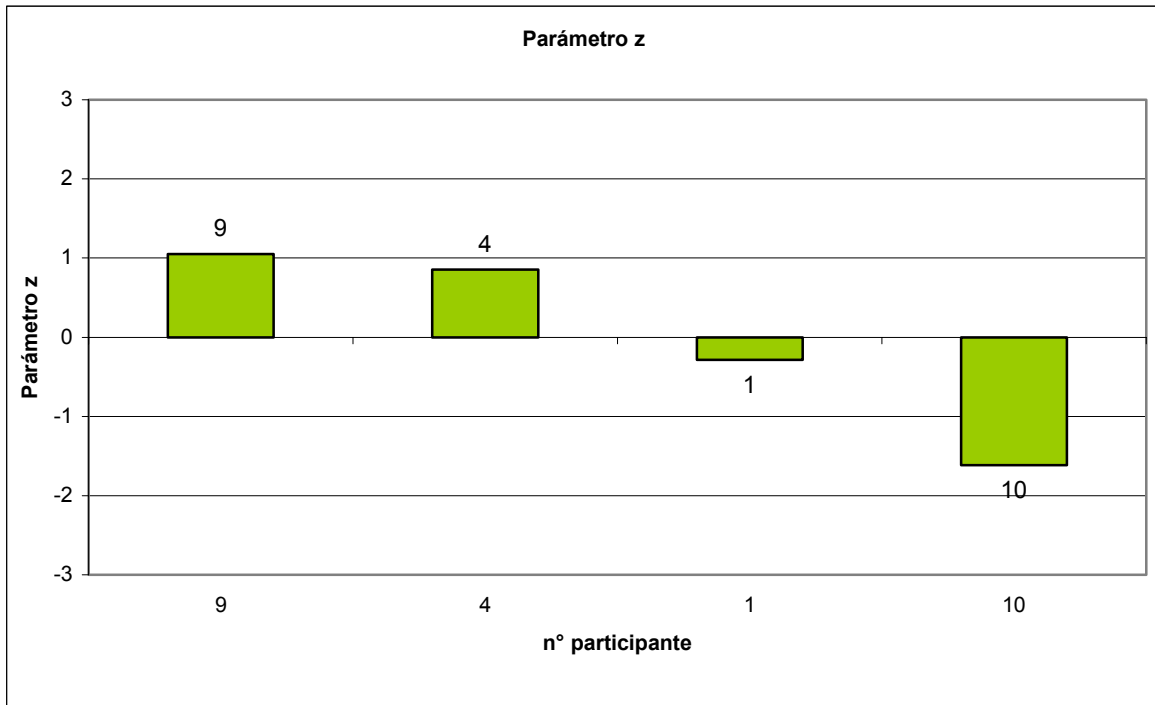
**Gráfico 21**  
**Parámetro z - Gluten húmedo**



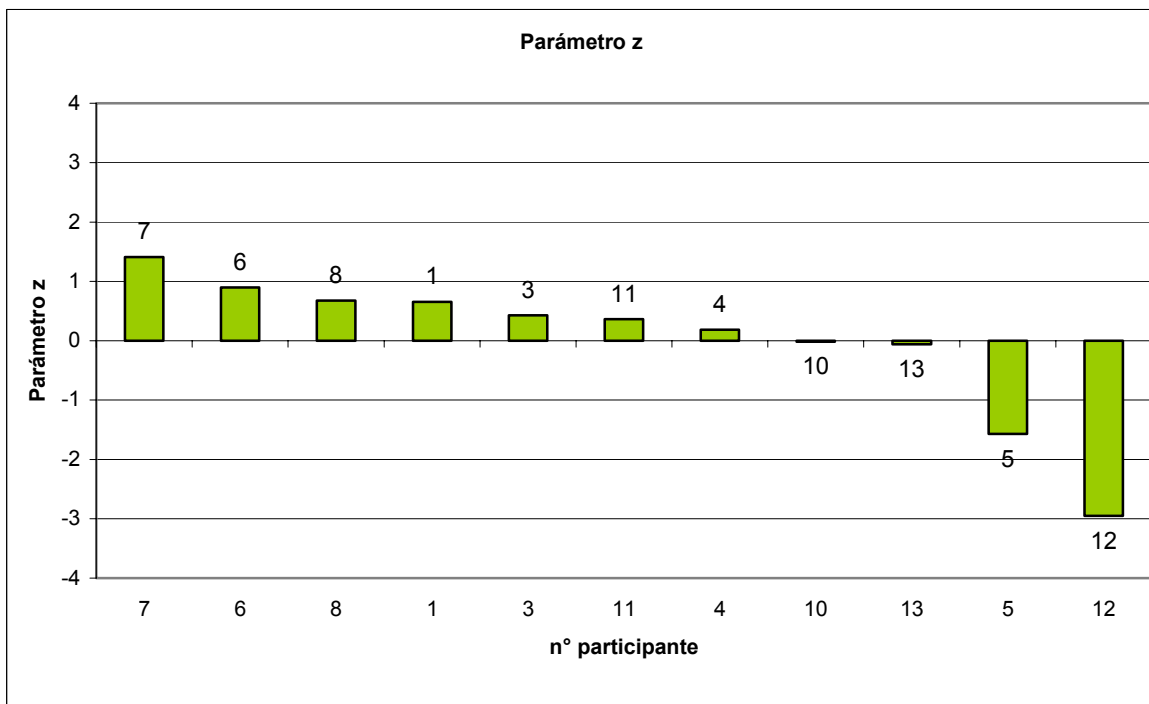
**Gráfico 22**  
**Parámetro z - Gluten seco**



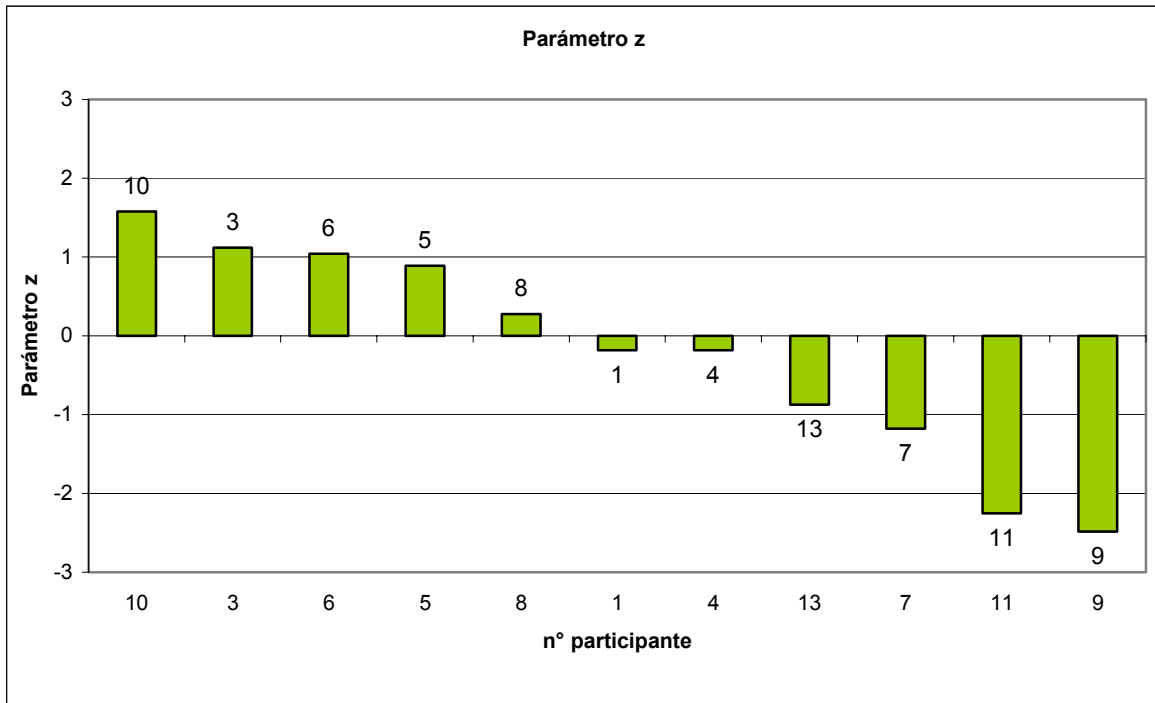
**Gráfico 23**  
**Parámetro z - Gluten index**



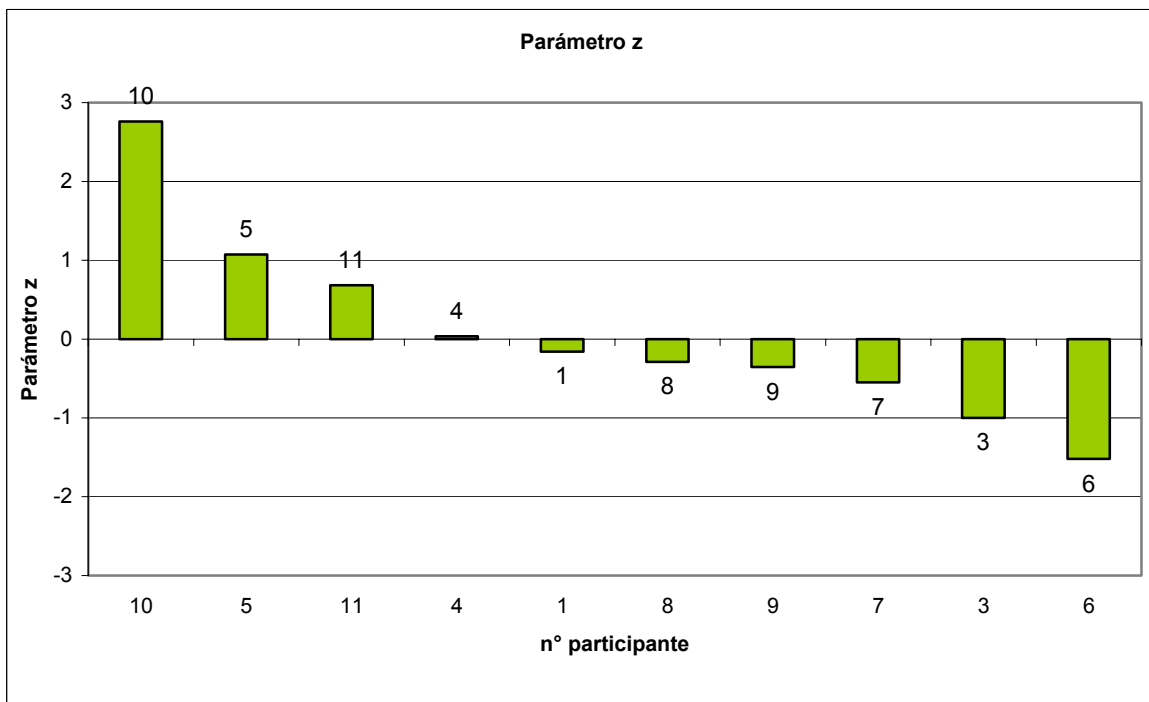
**Gráfico 24**  
**Parámetro z - Falling number**



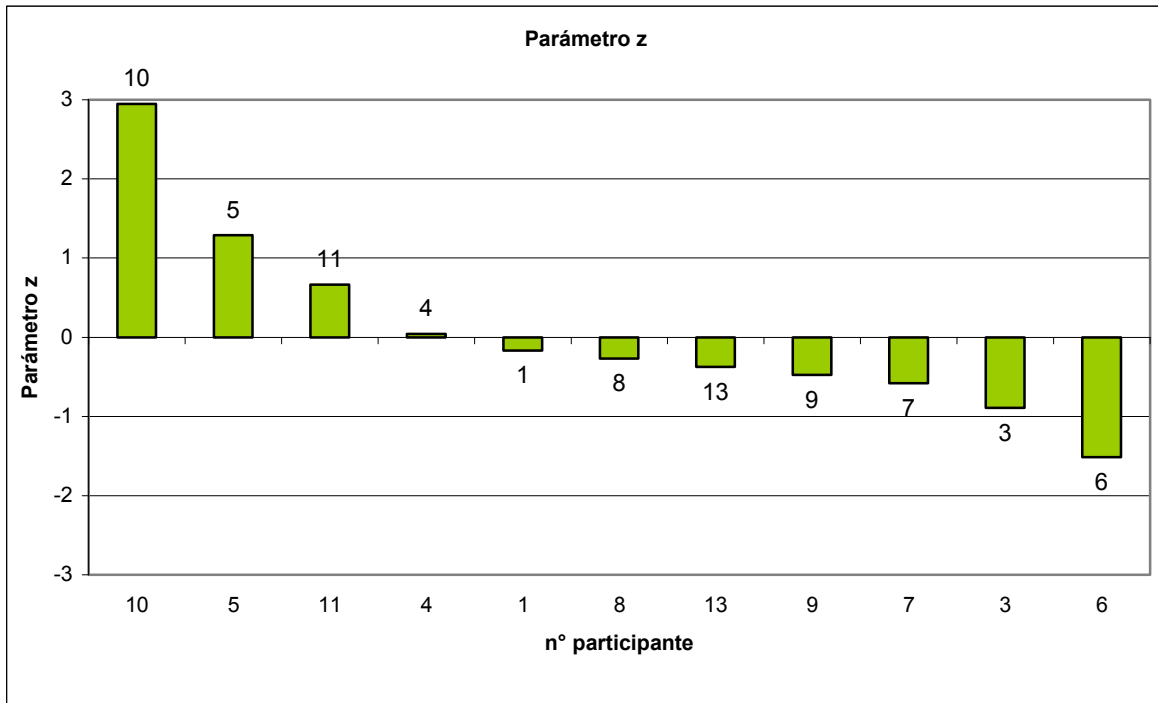
**Gráfico 25**  
**Parámetro z - Tenacidad**



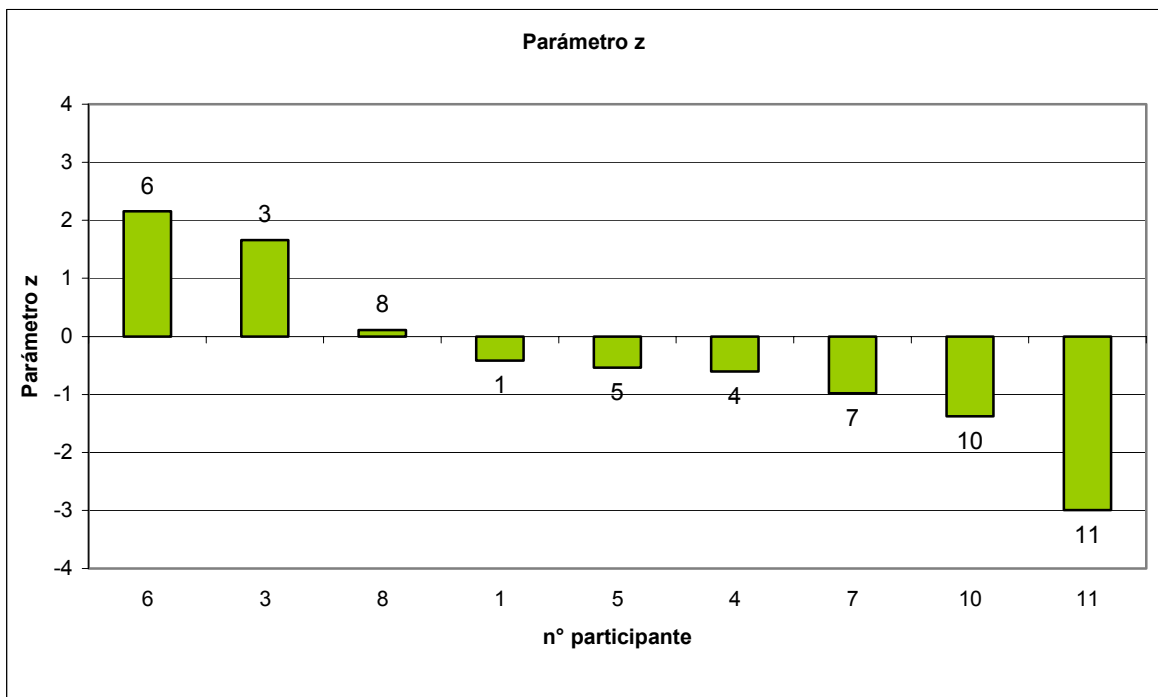
**Gráfico 26**  
**Parámetro z - Hinchamiento**



**Gráfico 27**  
**Parámetro z - Longitud**

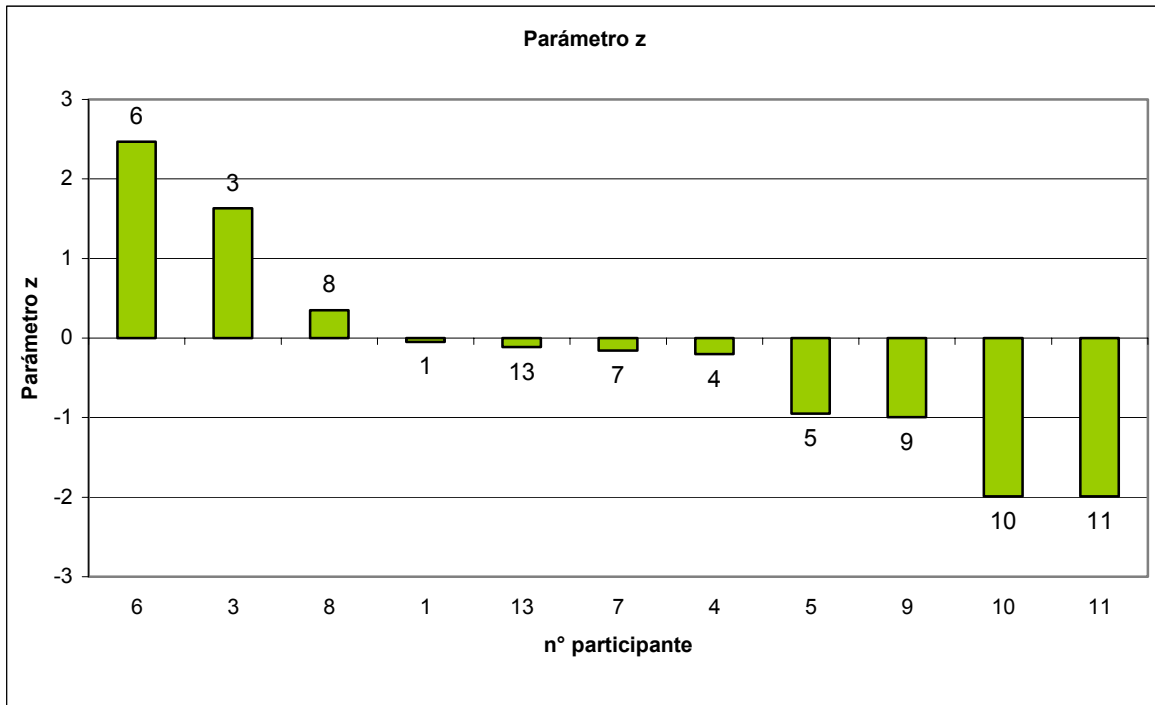


**Gráfico 28**  
**Parámetro z - Relación P/G**

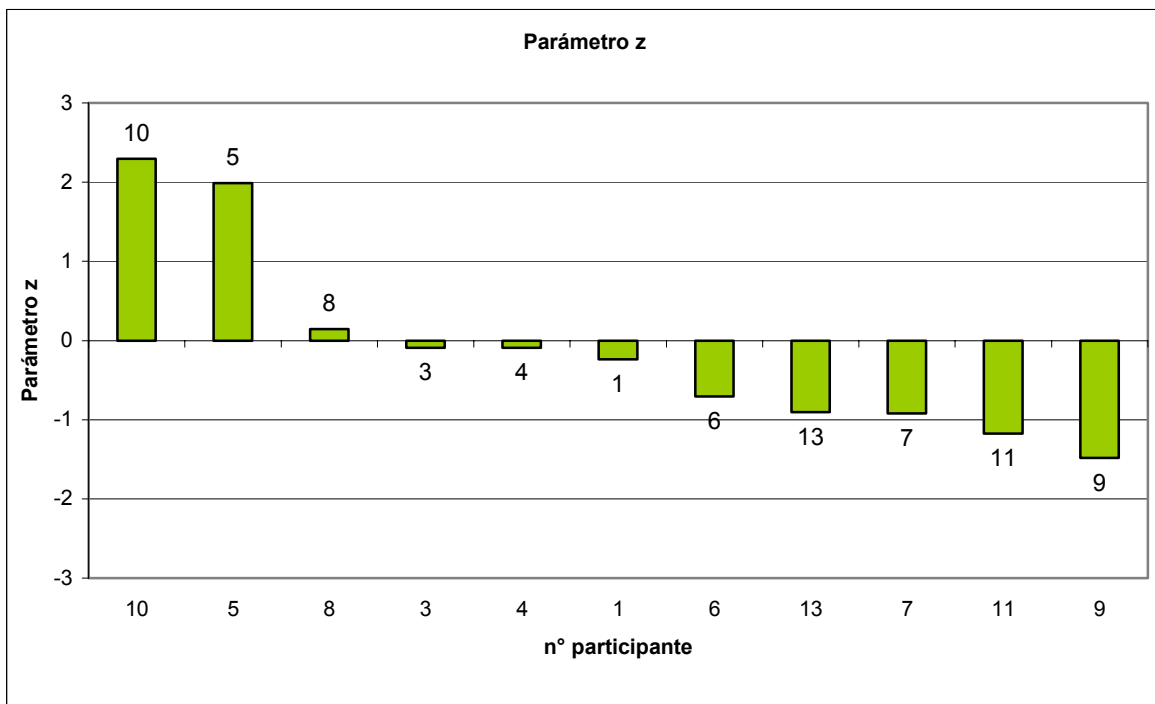




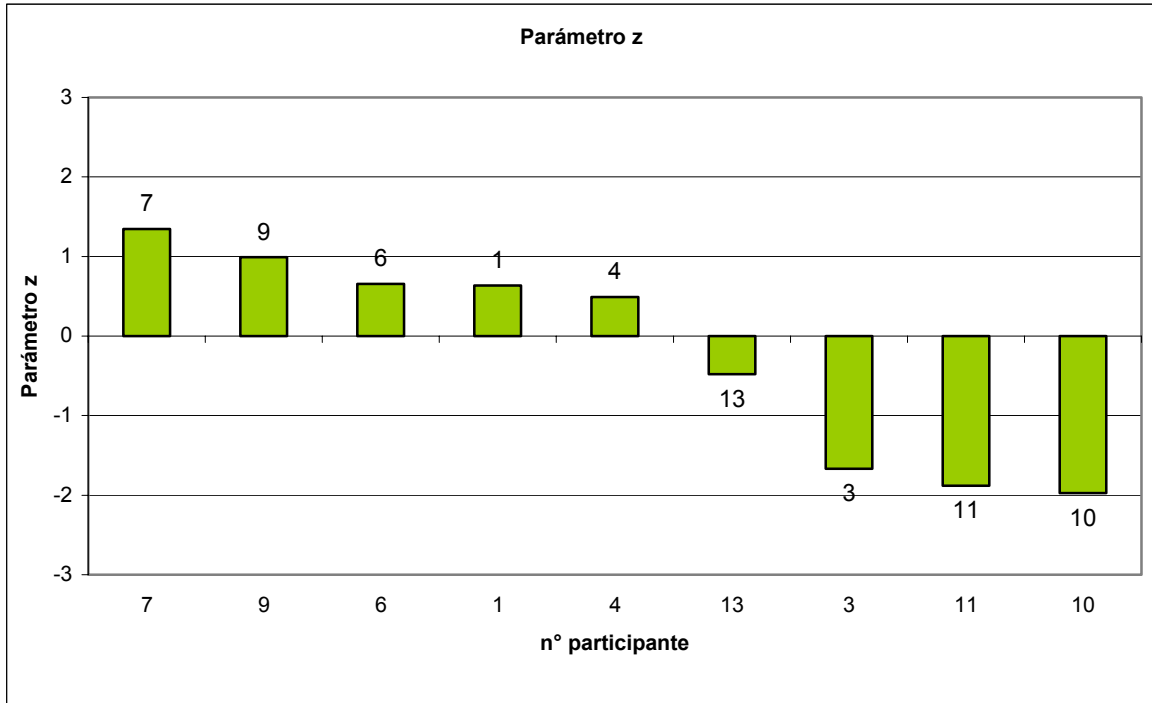
**Gráfico 29**  
**Parámetro z - Relación P/L**



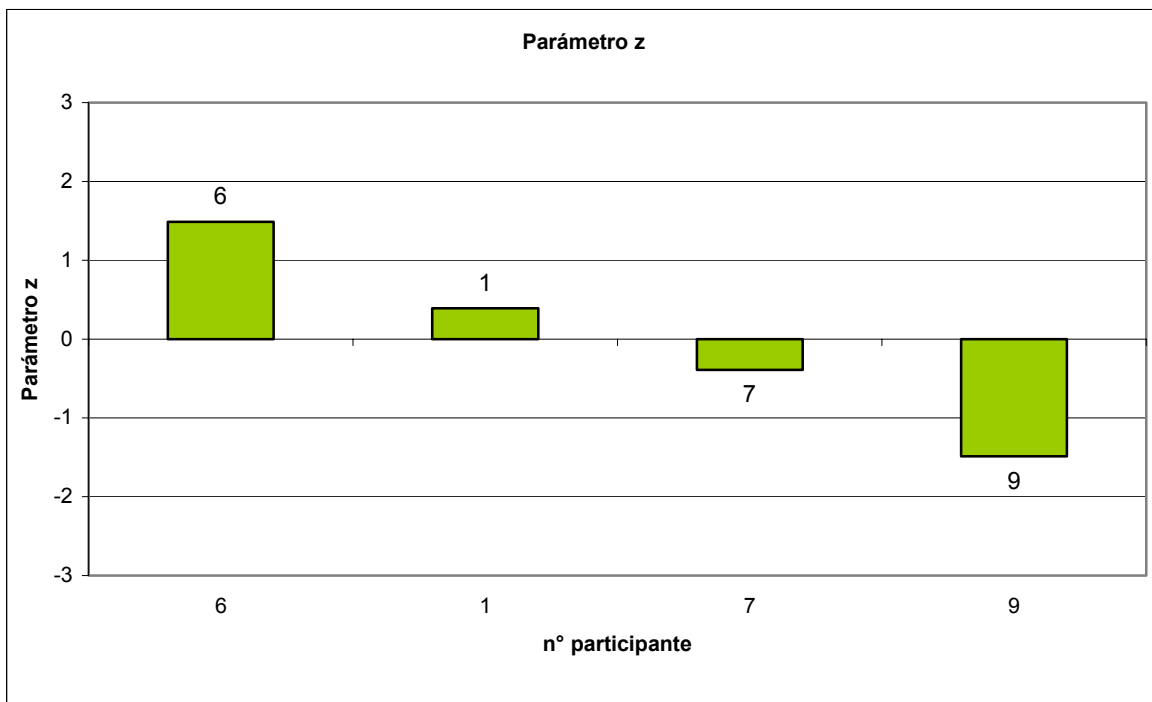
**Gráfico 30**  
**Parámetro z - Trabajo de deformación**



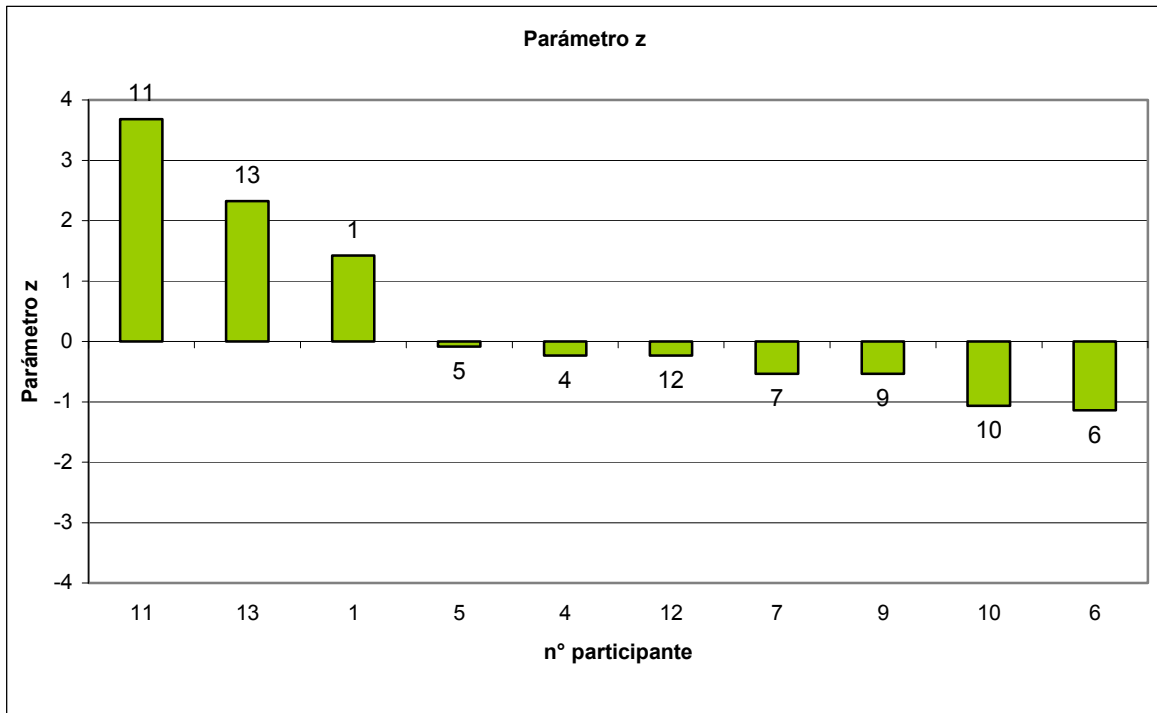
**Gráfico 31**  
**Parámetro z - le**



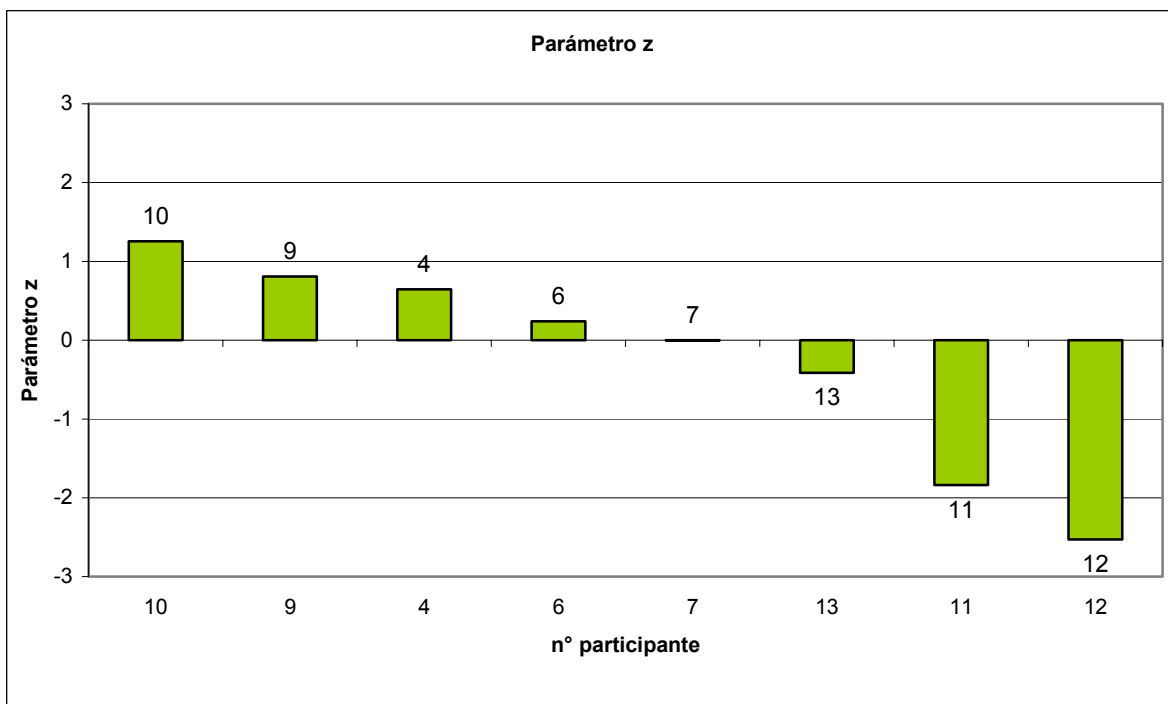
**Gráfico 32**  
**Parámetro z - W (40)**



**Gráfico 33**  
**Parámetro z - Absorción de agua**



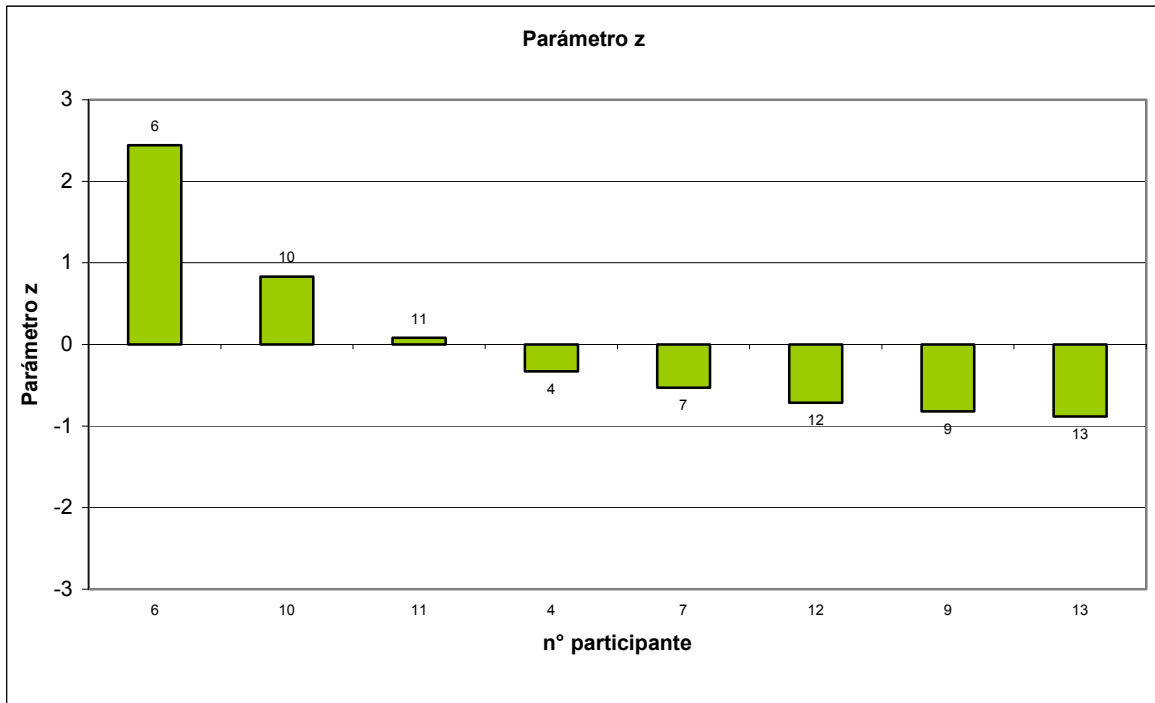
**Gráfico 34**  
**Parámetro z - Tiempo de desarrollo**



Laboratorios cuyos valores exceden el ámbito del gráfico:

Lab	z
1	-9,6
5	-9,8

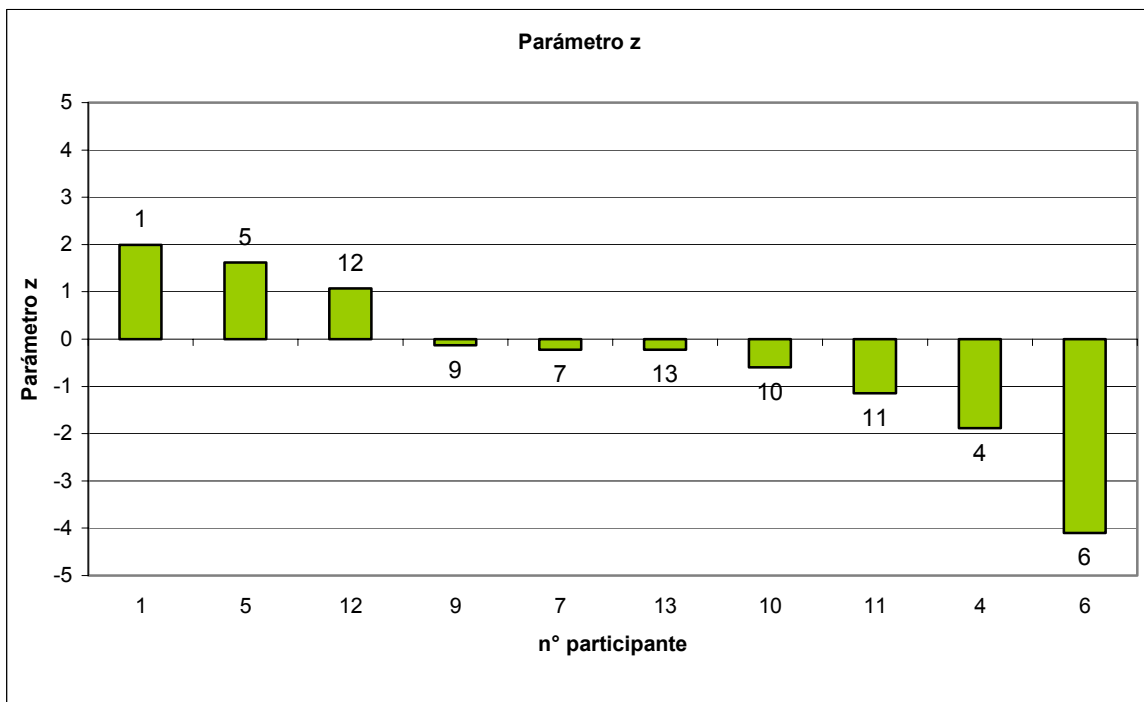
**Gráfico 35**  
**Parámetro z - Estabilidad**



Laboratorios cuyos valores exceden el ámbito del gráfico:

Lab	z
1	-6,1
5	-5,6

**Gráfico 36**  
**Parámetro z - Aflojamiento**



## ANEXO 2

### 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.

**Desviación estándar de repetibilidad:** Es la desviación 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.

**Desviación estándar de la reproducibilidad:** Es la desviación estándar de resultados de ensayos obtenidos en condiciones de reproducibilidad. Es un parámetro de 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 reproducibilidad.

## Tratamiento de los resultados

### Definiciones Generales

$n$  = número de datos

$x_i$  = datos

Valor medio =  $\bar{x} =$  media aritmética =  $(\sum x_i) / n$

Desviación estándar =  $S_d = [ \sum (x_i - \bar{x})^2 / (n - 1) ]^{1/2}$

% de desviación respecto del valor medio =  $[ (x_i - \bar{x}) / \bar{x} ] 100$

% de desviación respecto del valor de referencia =  $[ (x_i - \text{val. ref.}) / \text{val. ref.} ] 100$

### 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:  $x_i - \text{val. ref.}$  ( 5 ).

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

El valor de la desviación estándar que se utiliza puede ser fijado a priori por acuerdo de los participantes basándose en expectativas de desempeño. También puede ser estimado a partir de los resultados del interlaboratorio luego de eliminar los datos discordantes 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 una desviación estándar unitaria. 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 la desviación estándar de esos  $L$  promedios (designada como la  $s$  original). Se calcula la desviación estándar 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 la desviación estándar como sigue:

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

El más alto 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 desviaciones 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.

## BIBLIOGRAFIA

1. ISO 5725. Parts 1-6 (1994). Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.
2. ISO 13528 (Draft 2002). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
3. ISO/IEC Guide 43 (1997). 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.
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. 65, 9, 2123 - 2144 (1993).  
Pure & Appl. Chem., Vol. 78, 1, 145 - 196 (2006).
7. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Eurachem, 2<sup>nd</sup> Ed. (2000).
8. Guide to the expression of uncertainty in measurement. ISO, Geneva, Switzerland 1993.
9. 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