

INSTITUTO BOLIVIANO DE METROLOGÍA
IBMETRO



INFORME FINAL
ENSAYO DE APTITUD

EQ-0148


**“DETERMINACIÓN DE MACRO Y
MICRONUTRIENTES EN HARINA DE QUINUA”**

MATRIZ: HARINA DE QUINUA

DIRECCIÓN DE METROLOGÍA
INDUSTRIAL Y CIENTÍFICA – DMIC


Año 2023

Elaborado por:	Yamil Acho Sarzuri	Fecha:	2023-12-28
Revisado por:	Jose Luis Gonzales Quino	Fecha:	2023-12-27

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME PRELIMINAR DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 2 de 19	Vigente desde: 2023-06-25	

ÍNDICE GENERAL

1.	INTRODUCCIÓN.....	3
2.	OBJETIVOS.....	3
3.	ORGANIZACIÓN	3
4.	UNIDAD DE COORDINACIÓN	4
5.	MATERIALES DE REFERENCIA - ÍTEMS DE ENSAYO	4
6.	VALORES DE REFERENCIA	4
7.	CONFIDENCIALIDAD	6
8.	EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO.....	6
9.	RESULTADOS	7
9.1.	Humedad en Harina de Quinoa.....	7
9.2.	Cenizas en Harina de Quinoa.....	9
9.3.	Proteína en Harina de Quinoa.....	10
9.4.	Grasas Totales en Harina de Quinoa	12
9.5.	Fibra Cruda en Harina de Quinoa.....	13
9.6.	Hierro en Harina de Quinoa.....	15
9.7.	Calcio en Harina de Quinoa	16
10.	LABORATORIOS PARTICIPANTES.....	18
11.	CONCLUSIONES	18
12.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	19

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME PRELIMINAR DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 3 de 19	Vigente desde: 2023-06-25	

1. INTRODUCCIÓN

El Instituto Boliviano de Metrología a través de la Unidad de Metrología Química viene organizando rondas de Ensayo de Aptitud dirigida a apoyar a los laboratorios que realizan ensayos en el área de alimentos, para mejorar las capacidades analíticas y de gestión en laboratorios bolivianos.

Cabe resaltar que para que un laboratorio se ha considerado necesario que asegure la confiabilidad de sus resultados. La participación regular en programas de ensayos de aptitud es uno de los medios disponibles para que los laboratorios demuestren su desempeño.

La participación en estos programas es un requisito establecido en las normas de competencia técnica para laboratorios de ensayo. También es un requisito exigido por la Dirección Técnica de Acreditación en Bolivia (DTA-CRI-015) y en algunos casos puede ser un requerimiento establecido en la legislación vigente.

2. OBJETIVOS

- Determinar el desempeño de los laboratorios que realizan ensayos en la determinación de macro y micronutrientes en Harina de Quinua con la finalidad de mejorar la confiabilidad de sus resultados y contar con criterios objetivos para evaluar su capacidad técnica.
- Promover el uso regular de los ensayos de aptitud como una herramienta para el aseguramiento interno de la calidad en los laboratorios.
- Otorgar criterios objetivos para identificar problemas (por ejemplo, con el desempeño del personal o la calibración del instrumental) e iniciar acciones correctivas.
- Establecer el nivel de exactitud y el grado de comparación en métodos de ensayo y en forma similar, hacer seguimiento a métodos establecidos y proveer confianza adicional a los clientes de los laboratorios.

3. ORGANIZACIÓN



Unidad de Metrología Química - UMQ


Dirección de Metrología Industrial y Científica - IBMETRO

La Paz, Av. Camacho casi esq. Bueno N° 1488

Tel/Fax (591-2) 2147945 – 2372046 int. 340

Celular corp. (+591) 72015382

Web: www.ibmetro.gob.bo

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME PRELIMINAR DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 4 de 19	Vigente desde: 2023-06-25	

4. UNIDAD DE COORDINACIÓN

COMITÉ CIENTIFICO - TÉCNICO

Ing. Yamil Acho – Coordinador Técnico del ensayo de aptitud

Lic. Julian Morales – Responsable estadístico del ensayo de aptitud

Lic. Jose Luis Gonzales – Supervisor de Metrología Química

Ing. Henry Paco Mariño – Director de Metrología Industrial y Científica

PERSONAL DE APOYO

Lic. Jimena Torrez – Colaborador Técnico

Lic. Gilda Cruz – Colaborador Técnico

Ing. Maria Gamboa – Colaborador Técnico

5. MATERIALES DE REFERENCIA - ÍTEMS DE ENSAYO

Cada participante recibió el ítem de ensayo con las siguientes características descritos en la siguiente tabla:

Tabla 1. Descripciones del ítem de los ítems del Ensayo de Aptitud EQ-0148/2023.

Matriz	Cantidad de muestra	Parámetros
Harina de Quinua	Aprox. 70 g	Humedad Cenizas Proteínas Grasas Totales Fibra cruda Hierro Calcio


6. VALORES DE REFERENCIA

El valor asignado x_{pt} para los diferentes parámetros se obtuvo a partir de la mediana de los resultados, calculada según la siguiente ecuación:

$$Mediana = X_{\frac{n+1}{2}} \quad \text{Si "n" es impar} \quad (1)$$

$$Mediana = \frac{X_{\frac{n}{2}} + X_{\frac{n+1}{2}}}{2} \quad \text{Si "n" es par} \quad (2)$$

Siendo x_i el promedio individual de las mediciones de cada muestra (A y B), el cual fue calculado según la siguiente ecuación:

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME PRELIMINAR DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 5 de 19	Vigente desde: 2023-06-25	

$$x_i = \frac{Valor_1 + Valor_2}{2} \quad (3)$$

Siendo Valor 1 y Valor 2 los resultados reportados por los laboratorios (para la muestra A y B).

Para cada parámetro la dispersión asignada se calculó como la Mediana de la Dispersión Absoluta (MAD), calculada de la siguiente manera:

$$\sigma_{pt} = MAD = 1,4826 * Me | x_i - Me_{x_i} | \quad (4)$$

Dónde:

Me =valor de la mediana

x_i =resultados de cada Laboratorio

Me_{x_i} =mediana de los resultados de cada Laboratorio

La incertidumbre estándar de cada uno de los valores asignados ha sido estimada mediante la siguiente expresión:

$$u(x_{pt}) = \frac{1,25 * \sigma^*}{\sqrt{p}} \quad (5)$$


Siendo

σ^* = desviación estándar robusta (MAD) obtenida mediante la ecuación 4

p = Número de Laboratorios participantes en el parámetro

Para la evaluación de desempeño de Calcio en Harina Quinoa al haber solo 2 valores reportados por los participantes, fue el Laboratorio de Química Inorgánica del IBMETRO quien asignó el valor de referencia, el cual fue medido utilizando material de referencia *NIST Standard Reference Material 3234 Soy Flour* como Material de Referencia de Control interno con resultados satisfactorios. El estadístico de dispersión para este parámetro fue calculado utilizando el modelo general de Horwitz, el cual calcula la máxima reproducibilidad de acuerdo a la fracción en masa.

$$\sigma_{pt} = \begin{cases} 0,22c & \text{cuando } c < 1,2 * 10^{-7} \\ 0,02c^{0,8495} & \text{cuando } 1,2 * 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \\ 0,01c^{0,5} & \text{cuando } c > 0,138 \end{cases} \quad (6)$$

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME PRELIMINAR DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 6 de 19	Vigente desde: 2023-06-25	

7. CONFIDENCIALIDAD

Los resultados del Ensayo de Aptitud han sido tratados con absoluta confidencialidad, cada participante fue identificado por un código individual, que solo es conocido por el laboratorio participante y por la Unidad de Coordinación del ensayo.

8. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

El tratamiento de los datos para la evaluación del desempeño estará basado en la Norma ISO 13528:2022, "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons". El desempeño de cada laboratorio participante en el Ensayo de Aptitud será evaluado mediante el z-score.

$$z_i = \frac{y_i - y_{ref}}{\sigma_{pt}} \quad (7)$$

Donde:

y_{ref} = Valor de referencia

y_i = Resultado del laboratorio

σ_{pt} = Estimador de la dispersión de los laboratorios

Se determinó el valor de z-score para cada laboratorio participante. El desempeño ha sido clasificado como *satisfactorio*, *cuestionable*, *insatisfactorio*, a partir de la interpretación de este parámetro. A menor valor absoluto de "z" mejor es el desempeño del laboratorio.


- Satisfactorios: $|z|$ menor o igual a 2
- Cuestionables: $|z|$ mayor a 2 y menor a 3
- Insatisfactorios: $|z|$ mayor o igual a 3

Cuanto menor sea el valor absoluto de "z", mejor será el desempeño del laboratorio.

Para los parámetros en los que la incertidumbre sea significativa respecto al estimador de la dispersión de los laboratorios y se cumpla que:

$$u(x_{pt}) > 0,3 * \sigma_{pt} \quad (8)$$

Se considerara la incertidumbre para expandir el denominador del estadístico de desempeño. Este estadístico se llama z' y se calcula de la siguiente manera:

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME PRELIMINAR DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 7 de 19	Vigente desde: 2023-06-25	

$$z'_i = \frac{y_i - y_{ref}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}} \quad (9)$$

Donde:

y_{ref} = Valor de referencia

y_i = Resultado del laboratorio

σ_{pt} = Estimador de la dispersión de los laboratorios

$u(x_{pt})$ = Incertidumbre estándar del valor asignado

Para el cálculo de la incertidumbre expandida se considera un factor de cobertura $k=2$

$$U(x_{pt}) = k * u(x_{pt}) \quad (10)$$

9. RESULTADOS

9.1. Humedad en Harina de Quinua

Tabla 2. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre expandida.

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre Expandida (g/100g)
Humedad	8,53	0,0296	0,04

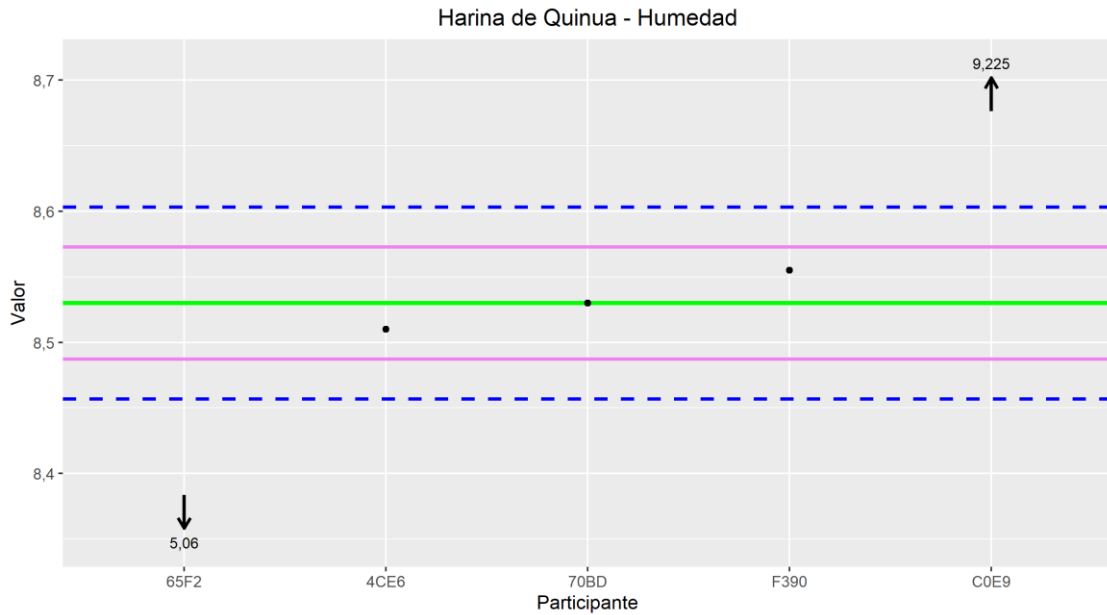


Gráfico 1. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 (línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

En la siguiente figura se muestra la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

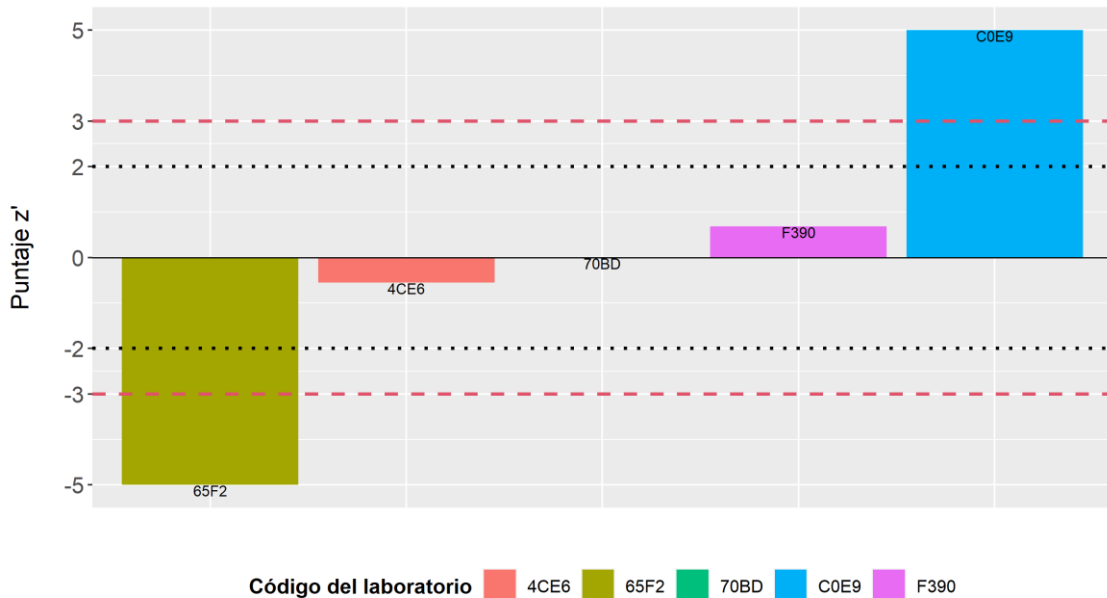


Gráfico 2. Evaluación de desempeño de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Tabla 3. Códigos de participantes, resultados reportados, estadístico de evaluación y resultado de la Evaluación de desempeño.

Participante	Resultado reportado (g/100g)	Puntaje z'	Resultado de evaluación
65F2	5,060	-94,89	Insatisfactorio
4CE6	8,510	-0,55	Satisfactorio
70BD	8,530	0,00	Satisfactorio
F390	8,555	0,68	Satisfactorio
C0E9	9,225	19,01	Insatisfactorio

9.2. Cenizas en Harina de Quinua

Tabla 4. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre expandida.

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Cenizas	2,64	0,177	0,19

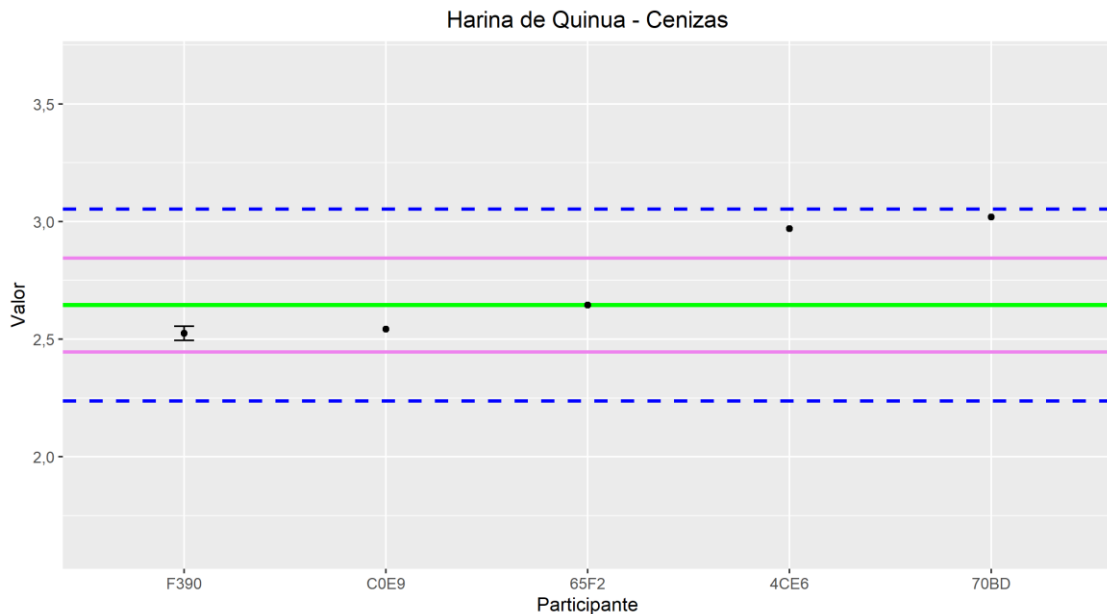


Gráfico 3. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 (línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

En la siguiente figura se muestra la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

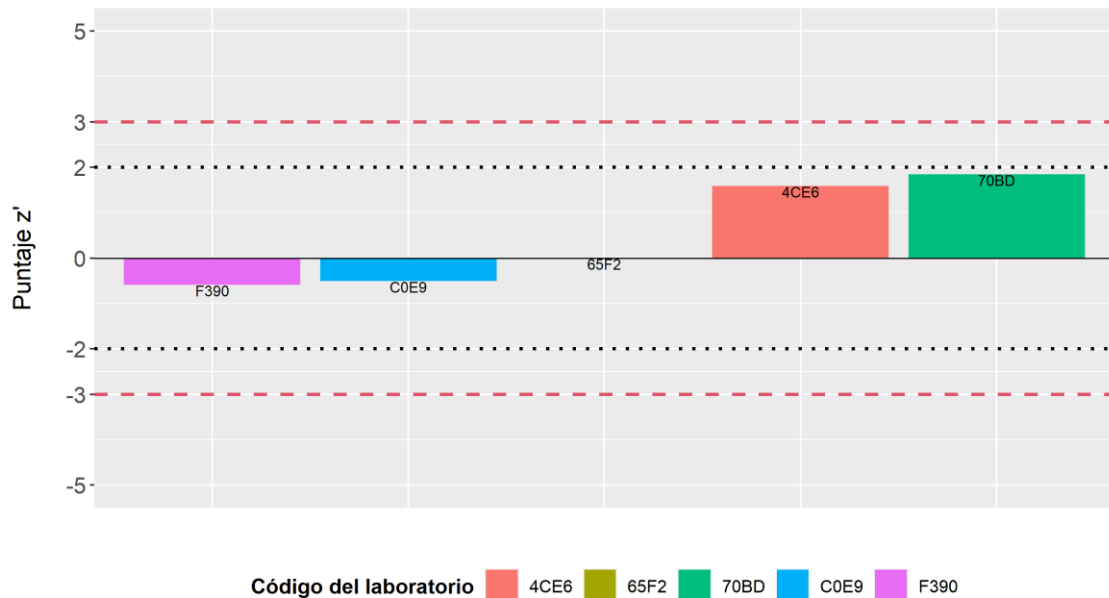


Gráfico 4. Evaluación de desempeño de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Tabla 5. Códigos de participantes, resultados reportados, estadístico de evaluación y resultado de la Evaluación de desempeño.

Participante	Resultado reportado (g/100g)	Puntaje z'	Resultado de evaluación
F390	2,525	-0,59	Satisfactorio
C0E9	2,542	-0,51	Satisfactorio
65F2	2,645	0,00	Satisfactorio
4CE6	2,970	1,59	Satisfactorio
70BD	3,020	1,84	Satisfactorio

9.3. Proteína en Harina de Quinua

Tabla 6. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre expandida.

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Proteína	16,91	0,789	0,98

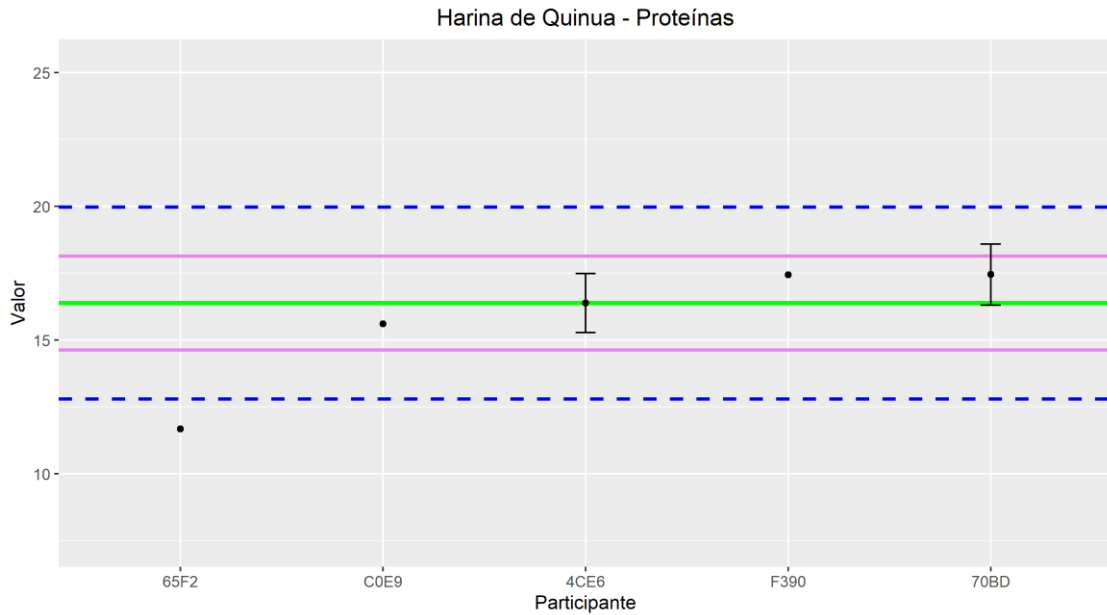


Gráfico 5. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 (línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

En la siguiente figura se muestra la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

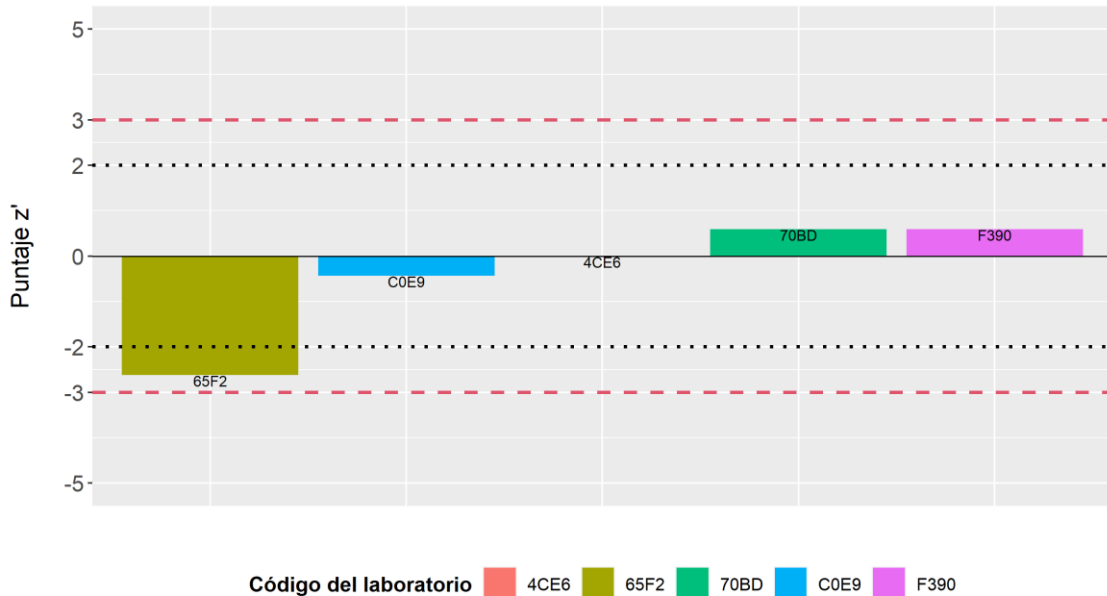


Gráfico 6. Evaluación de desempeño de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Tabla 7. Códigos de participantes, resultados reportados, estadístico de evaluación y resultado de la Evaluación de desempeño.

Participante	Resultado reportado (g/100g)	Puntaje z'	Resultado de evaluación
65F2	11,685	-5,61	Insatisfactorio
C0E9	15,610	-1,40	Satisfactorio
4CE6	16,385	-0,57	Satisfactorio
F390	17,440	0,57	Satisfactorio
70BD	17,450	0,58	Satisfactorio

9.4. Grasas Totales en Harina de Quinua

Tabla 8. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre expandida.

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Grasas Totales	7,38	1,560	1,74

Harina de Quinua - Grasas totales

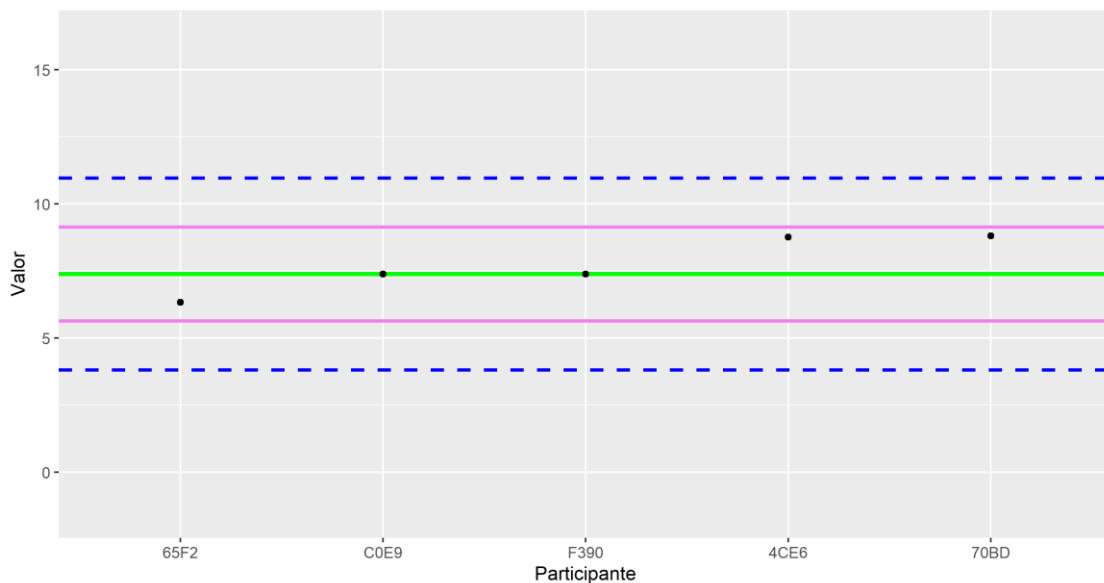


Gráfico 7. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 (línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

En la siguiente figura se muestra la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

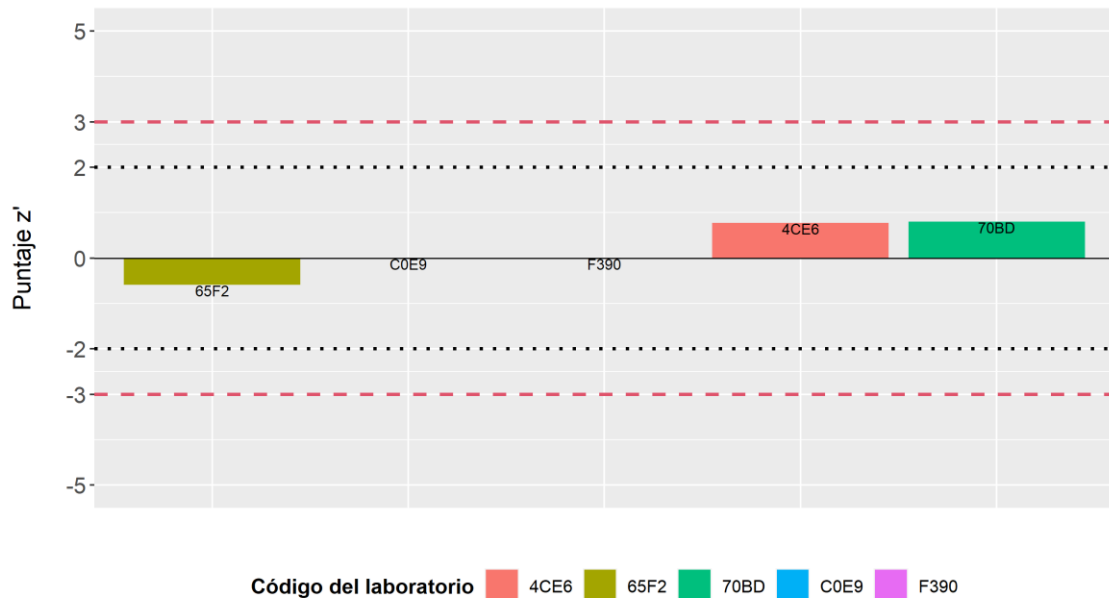


Gráfico 8. Evaluación de desempeño de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Tabla 9. Códigos de participantes, resultados reportados, estadístico de evaluación y resultado de la Evaluación de desempeño.

Participante	Resultado reportado (g/100g)	Puntaje z'	Resultado de evaluación
65F2	6,330	-0,59	Satisfactorio
C0E9	7,378	0,00	Satisfactorio
F390	7,383	0,00	Satisfactorio
4CE6	8,765	0,77	Satisfactorio
70BD	8,810	0,80	Satisfactorio

9.5. Fibra Cruda en Harina de Quinua

Tabla 10. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre expandida.

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (g/100g)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (g/100g)
Fibra cruda	2,98	0,484	0,54

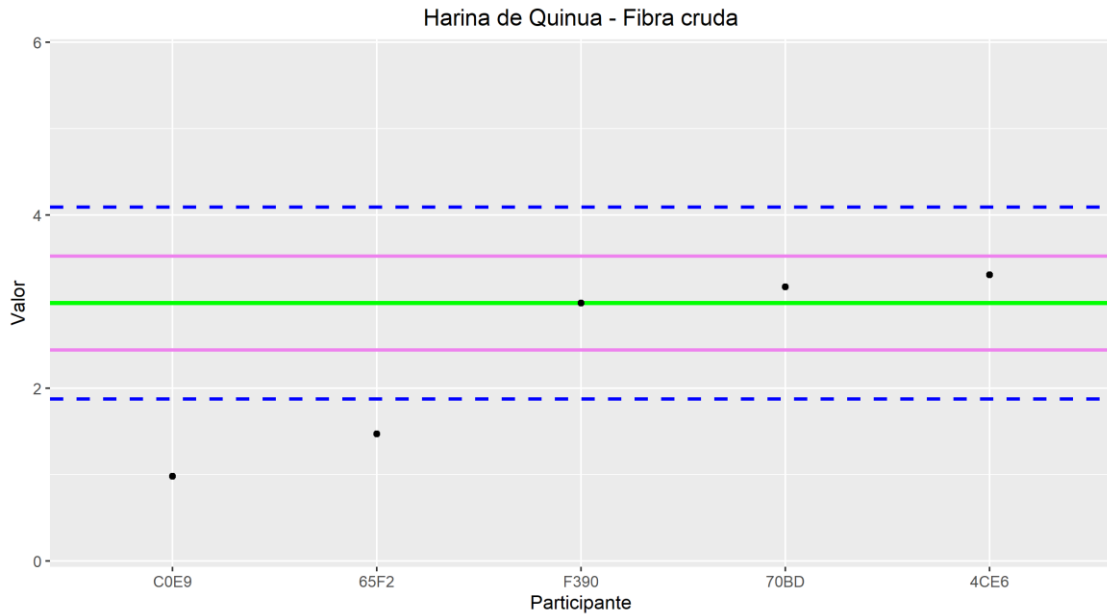


Gráfico 9. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 (línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

En la siguiente figura se muestra la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

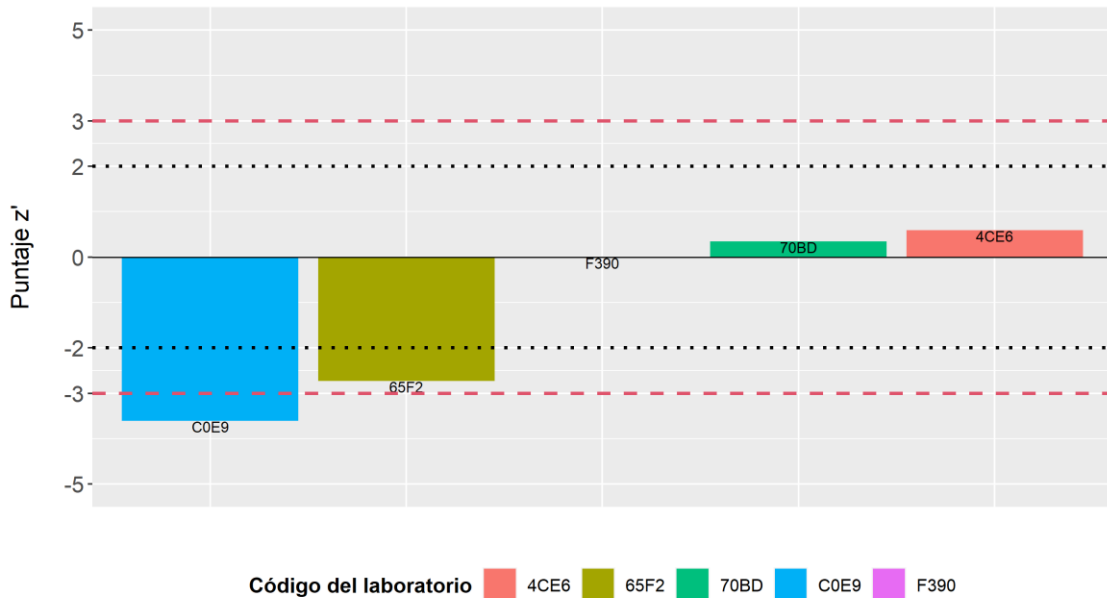


Gráfico 10. Evaluación de desempeño de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Tabla 11. Códigos de participantes, resultados reportados, estadístico de evaluación y resultado de la Evaluación de desempeño.

Participante	Resultado reportado (g/100g)	Puntaje z'	Resultado de evaluación
C0E9	0,981	-3,61	Insatisfactorio
65F2	1,470	-2,73	Cuestionable
F390	2,983	0,00	Satisfactorio
70BD	3,170	0,34	Satisfactorio
4CE6	3,310	0,59	Satisfactorio

9.6. Hierro en Harina de Quinua

Tabla 12. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre expandida.

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (mg/kg)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (mg/kg)
Hierro	50,49	1,816185	2,270231

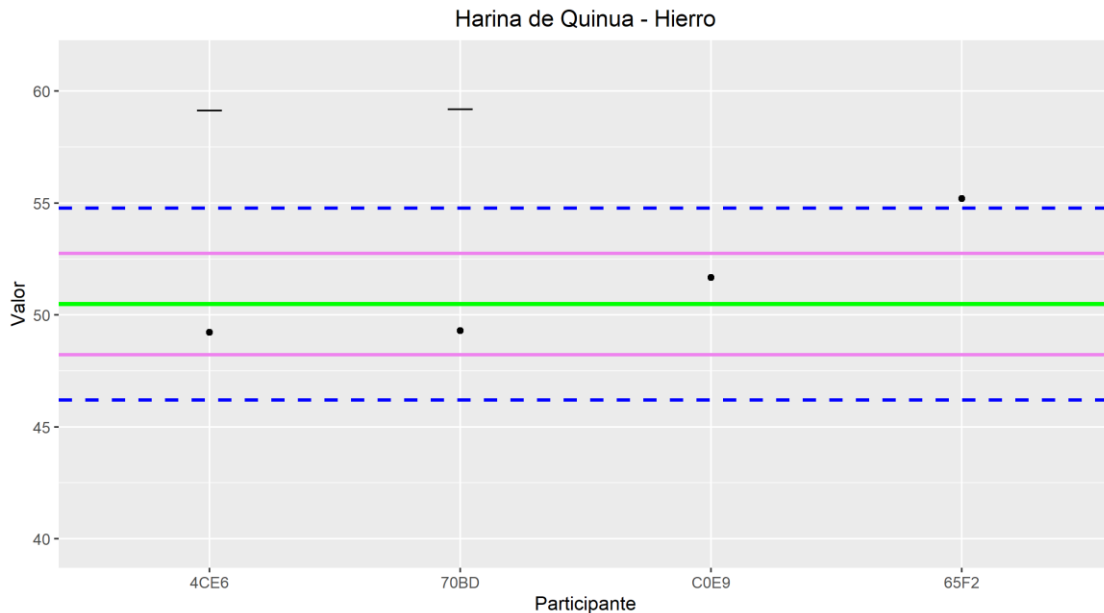


Gráfico 11. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 (línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

En la siguiente figura se muestra la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

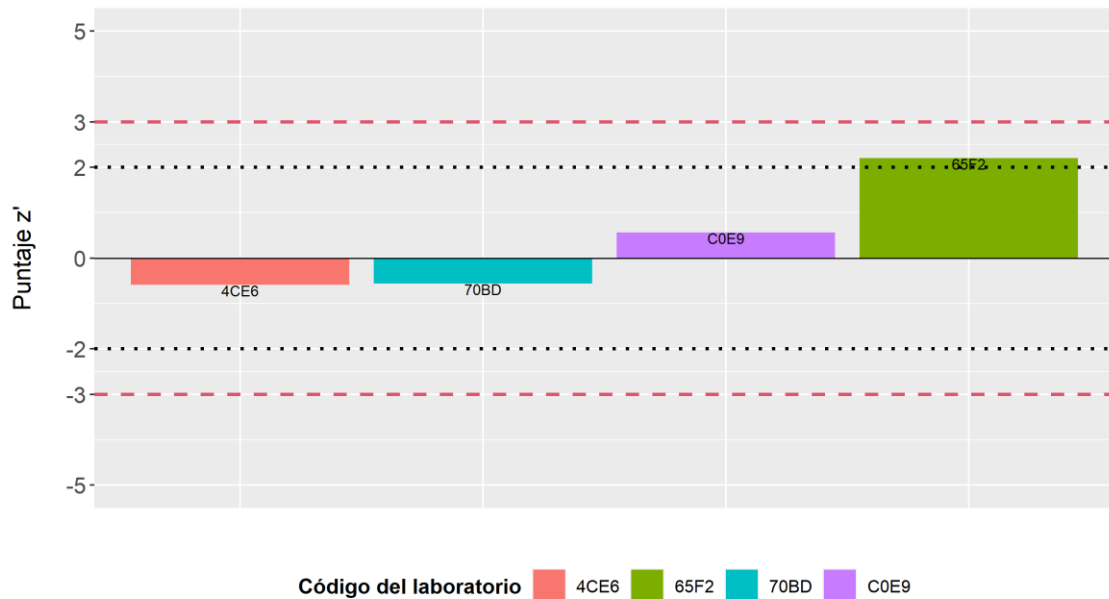


Gráfico 12. Evaluación de desempeño de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Tabla 13. Códigos de participantes, resultados reportados , puntaje z y resultado de la Evaluación de desempeño.

Participante	Resultado reportado (mg/kg)	Puntaje z'	Resultado de evaluación
4CE6	49,235	-0,59	Satisfactorio
70BD	49,295	-0,56	Satisfactorio
C0E9	51,685	0,56	Satisfactorio
65F2	55,200	2,20	Cuestionable

9.7. Calcio en Harina de Quinua

Tabla 14. Valor asignado, estadístico de dispersión para la evaluación de desempeño e incertidumbre expandida.

Parámetro	Valor asignado		
	Valor (mg/kg)	Dispersión (σ_{pt})	Incertidumbre (mg/kg)
Calcio	101,6	8,1	3,6

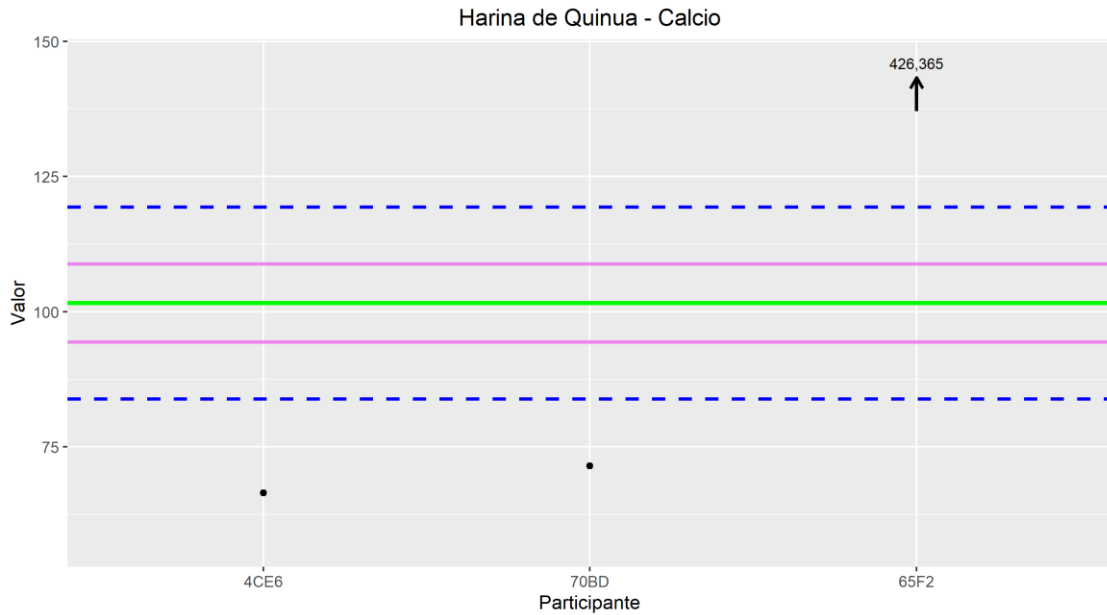


Gráfico 13. Valores reportados por los participantes (puntos negros), incertidumbres asociadas (barras negras), valor asignado (línea verde), estadístico de dispersión multiplicado por 2 (línea segmentada azul) e incertidumbre expandida (línea violeta).

En la siguiente figura se muestra la evaluación del desempeño de los participantes, de forma gráfica.

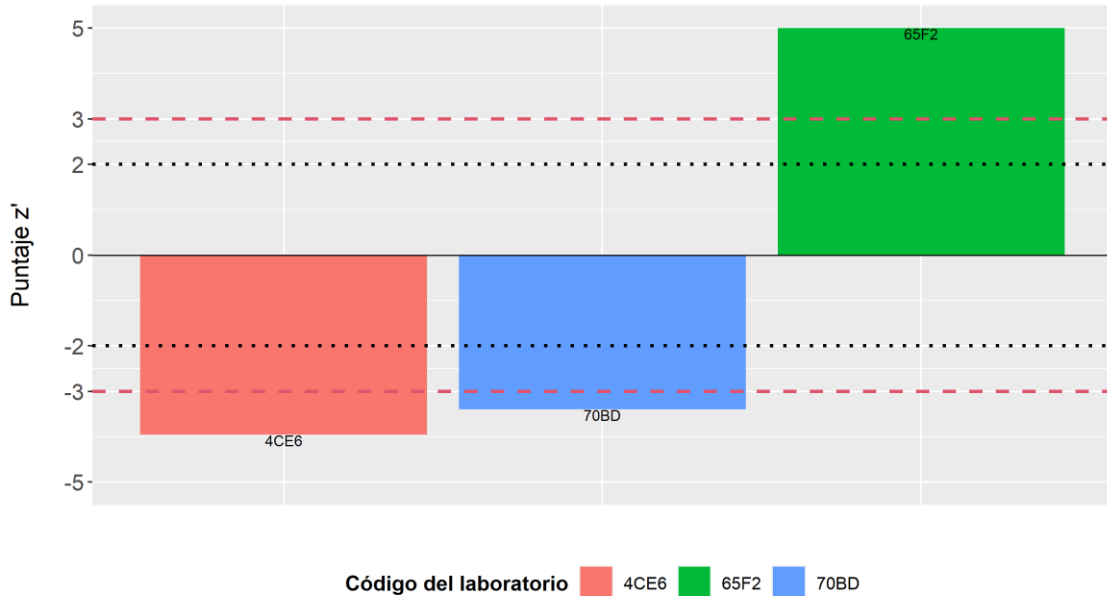



Gráfico 14. Evaluación de desempeño de los participantes (Nota. Los valores insatisfactorios que salen de la escala no son visualizados).

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME PRELIMINAR DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 18 de 19	Vigente desde: 2023-06-25	

En el siguiente cuadro se resume la información más relevante de la evaluación del desempeño de los participantes.

Tabla 15. Códigos de participantes, resultados reportados, estadístico de evaluación y resultado de la Evaluación de desempeño.

Participante	Resultado reportado (mg/kg)	Puntaje z	Resultado de evaluación
4CE6	66,475	-4,34	Insatisfactorio
70BD	71,475	-3,72	Insatisfactorio
65F2	426,365	40,09	Insatisfactorio

10. LABORATORIOS PARTICIPANTES


En este ensayo de aptitud se tuvo la participación de 4 laboratorios. Es importante resaltar que la información de la tabla N° 16 es solamente un indicativo del número de laboratorios participantes en el presente ensayo de aptitud, no está asociada a los códigos de participación de los laboratorios.

Tabla 16. Participantes del Ensayo de aptitud EQ-0148/2023.

EMPRESA	DEPARTAMENTO
IBNOLAB-IBNORCA	La Paz
Instituto Nacional de Laboratorios de Salud "INLASA"	La Paz
SERVICIOS DE ANALISIS QUIMICOS Y CALIDAD DEL AGUA AQUALAB SRL	Cochabamba
LABROB	Santa Cruz

11. CONCLUSIONES

- Los valores de referencia fueron asignados por consenso mediante estadística robusta establecida en la Norma ISO 13528 "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons".
- Para el parámetro de calcio el valor de referencia fue asignado por IBMETRO, el estadístico de dispersión se determinó mediante la ecuación de Horwitz a partir del valor asignado.
- Se utilizó el índice z para la evaluación del desempeño, utilizando la Mediana de la Dispersión Absoluta como estadístico para medir la dispersión de los resultados reportados por los Laboratorios.
- Los Organismos que presentan un desempeño insatisfactorio y cuestionable deben realizar un análisis crítico en la evaluación de sus resultados a fin identificar las posibles causas y tomar acciones correctivas según su sistema de calidad.

DMIC-EA-PE-001/F06	FORMULARIO	
V.00	INFORME PRELIMINAR DE ENSAYO DE APTITUD	
Página 19 de 19	Vigente desde: 2023-06-25	

- Se sugiere en todos los casos, la validación del método de ensayo, la implementación de un procedimiento de control interno de calidad, el control metrológico de los equipos, así como el uso de Materiales de Referencia Certificados.
- Se recomienda la participación rutinaria en Rondas de Ensayos de Aptitud, de esta manera se podrá ir mejorando el estimador de la dispersión, con los procesos de mejora continua que se introduzcan en los laboratorios.

12. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

NB/ISO/IEC 17043:2023. "Evaluación de la Conformidad – Requisitos generales para los Ensayos de Aptitud".

IUPAC Technical Report (2006). The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories.

ISO 13528 (2022). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

ILAC G13 (2007). Guidelines for the Requirement for the Competence of Providers Proficiency Testing Schemes.

ISO/IEC 17025 (2017). General requirements for the competence of calibration and testing laboratories.

Guía para la expresión de la incertidumbre de medida. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, OIML. Organización Internacional de Normalización, impresa en Suiza, ISBN 92-67-10188-9, primera edición, 1993. Corregida y reimpressa en 1995.

ISO Guide 35:2006 Reference Material – General and Statistical Principles for Certification.