



**Organismo
Argentino de
Acreditación**



INTI

**Instituto
Nacional
de Tecnología
Industrial**

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

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

INTI – OAA – IAAC T 002 2008 PROGRAMA DE ENSAYO DE APTITUD

“ANÁLISIS DE CARNE”

INFORME FINAL

LISTA DE ORGANISMOS PARTICIPANTES

Botswana Bureau of Standards
Botswana

**Consejo Hondureño de Ciencia y
Tecnología – COHCIT**
Oficina Hondureña de Acreditación
Honduras

Consejo Nacional de Acreditación
Panamá

**Consejo Nacional de Ciencia y
Tecnología – CONACYT**
El Salvador

Entidad Mexicana de Acreditación – EMA
México

Hong Kong Accreditation Service
Hong Kong, China.

Instituto Boliviano de Metrología – IBMETRO
Dirección Técnica de Acreditación
Bolivia

**Instituto Nacional de Metrologia,
Normalização e Qualidade Industrial**
INMETRO/CGCRE/DICLA
Brasil

**Instituto Nacional de Normalización
de Chile – INN**
Chile

International Accreditation New Zealand - IANZ
New Zealand

Mauritius Accreditation Service - MAURITAS
Mauritius

National Association of Testing Authorities
NATA
Australia

National Accreditation Body of Indonesia
KAN
Indonesia

Organismo Argentino de Acreditación
OAA
Argentina

Oficina Guatemalteca de Acreditación
OGA
Guatemala

Oficina Nacional de acreditación - ONA
Nicaragua

Organismo de Acreditación Ecuatoriano
OAE
Ecuador

Organismo Nacional de Acreditación
ONA
Paraguay

Organismo Uruguayo de Acreditación - OUA
Uruguay

Singapore Accreditation Council
Singapore

**South African National Accreditation
System**
South Africa

**Sri Lanka Accreditation Board for
Conformity Assessment**
Sri Lanka

Standard Council of Canada – SCC
Canada

Zambia Bureau of Standards
Zambia

INDICE

1. INTRODUCCIÓN	4
2. MUESTRAS ENVIADAS	5
2.1. Preparación de las muestras	5
2.2 Valores de referencia	5
2.3 Homogeneidad	6
2.4 Estabilidad	6
3. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES	6
3.1. Datos enviados	6
3.2. Métodos de ensayo	6
4. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS	7
4.1. Método Clásico	7
4.2 Método Robusto ISO 5725	7
4.3 Método Robusto IQR	7
5. EVALUACION DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS	8
6. COMENTARIOS	9
ANEXO 1 - Tablas	10
ANEXO 2 - Gráficos	22
ANEXO 3 - Definiciones	27
BIBLIOGRAFÍA	30



Organismo
Argentino de
Acreditación



INTI

Instituto
Nacional
de Tecnología
Industrial

1. INTRODUCCIÓN

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

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

Como respuesta a estos requerimientos, el Subcomité de laboratorios de IAAC tiene como uno de sus objetivos el promover la realización de ensayos interlaboratorios en la región.

El Organismo Argentino de Acreditación, con el apoyo de INTI como proveedor, ha colaborado con el IAAC en esta tarea coordinando y organizando hasta el presente dos ejercicios interlaboratorio: INTI – OAA – IAAC T 001 2006 “Análisis de agua” e “INTI – OAA – IAAC T 002 2008 “Análisis de carne”.

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

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

2. MUESTRAS ENVIADAS

2.1. Preparación de las muestras

Se procesaron 12 kg de carne vacuna y se pasaron por molino coloidal.

El producto se enlató en latas cilíndricas de 68 mm x 32 mm. El peso neto de cada lata era de 90 ± 4 g.

Se sellaron los envases y se esterilizaron en autoclave a 116°C hasta alcanzar la “esterilidad comercial”, es decir que puedan ser almacenadas a temperatura ambiente.

El proceso térmico involucra el calentamiento a 115°C durante 75 minutos. Se obtiene el “Valor de letalidad” calculado en el centro de la lata. Este valor es mayor que el que se requiere para destruir al *Clostridium botulinum* lo que garantiza que las muestras son inocuas.

La temperatura en el centro de la lata es en promedio 114°C y esta se mantiene durante 60 minutos.

Posteriormente se incubaron todas las muestras a 37°C por 15 días para detectar posibles fallas en la esterilización.

Se realizó una inspección visual de las latas para verificar que no sufrieron roturas o deformaciones.

Se numeraron las latas de acuerdo con la secuencia de llenado a fin de poder descartar posibles fallas inadvertidas de homogeneidad entre las mismas. Por este motivo se solicitó consignar el número de muestra en el informe.

2.2. Valores de referencia

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

Sin embargo, como valor informativo a continuación se muestran los valores obtenidos por el “Laboratorio de ensayos fisicoquímicos” del Centro de Carnes de INTI.

Parámetro	Resultado de análisis (g/100g)	Incertidumbre (g/100g)	Métodos utilizados
Humedad	53,96	0,74	AOAC 950.46.B
Ceniza	3,01	0,13	AOAC 39.1.01
Grasa	17,14	0,38	AOAC 39.1.05
Nitrógeno	3,69	0,11	AOAC 39.1.15

La incertidumbre en el valor de la concentración se calculó utilizando los procedimientos recomendados en la Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Eurachem, 2º Ed. 2000.

2.3. Homogeneidad

Se evaluó la homogeneidad de las muestras analizando aproximadamente el 10% de las mismas. Se realizaron análisis replicados en cada lata y se comparó la varianza de los mismos con la obtenida en el análisis de distintas latas, obteniéndose valores estadísticamente aceptables.

2.4. Estabilidad

Las muestras utilizadas para este ejercicio se prepararon de manera similar a las utilizadas en ejercicios interlaboratorio organizados con anterioridad.

De estos ejercicios se guardaron muestras que fueron analizadas en años sucesivos y hasta el presente se pudo determinar que las latas permanecen inalteradas por lo menos por cuatro años.

3. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES

3.1. Datos enviados

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

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

En los gráficos 1 al 4 (Anexo 2) se muestran los datos enviados por los participantes con su incertidumbre y los valores obtenidos por INTI para cada uno de los analitos.

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

3.2. Métodos de ensayo

Las técnicas y los métodos de análisis utilizados fueron elegidos por los participantes y se muestran en la Tabla 2.

En la Tabla 3 se detalla para cuales de los ensayos realizados los participantes se encuentran acreditados.

4. TRATAMIENTO ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS

Para la estimación del valor de consenso y la desviación estándar interlaboratorio se aplicaron tres metodologías, que se describen a continuación:

4.1. Método clásico

En la primera etapa de la evaluación se procedió al examen crítico de los datos, descartándose aquellos que resultaban obviamente discordantes.

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 tres.

A estos datos se los sometió a las pruebas de Cochran y Grubbs, que se describen en el anexo 3.

Los resultados obtenidos pueden verse en la Tabla 4.

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.

4.2. Método Robusto ISO 5725

El valor de consenso se calculó como el promedio robusto de los resultados informados por los participantes del ensayo, utilizando el Algoritmo A que se describe en la norma ISO 5725. (1994) Parte 5 (ref. 1)

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

4.3. Método Robusto IQR

El valor de consenso se estimó como la mediana del rango intercuartil (IQR).

Como estimador de la dispersión se utilizó el rango intercuartil normalizado (ref. 7)

El resumen de los resultados obtenidos por los distintos métodos se muestra en la siguiente tabla:

Parámetro	Método clásico		Método Robusto ISO 5725		Método Robusto IQR	
	Valor medio	Desviación estándar	Valor medio	Desviación estándar	Valor medio	Desviación estándar
(g/100g)						
Humedad	54,36	0,79	54,38	0,85	54,30	0,85
Ceniza	3,12	0,11	3,11	0,10	3,12	0,10
Grasa	17,06	1,22	16,93	1,14	16,95	1,03
Nitrógeno	3,66	0,11	3,67	0,14	3,67	0,10

Puede verse que los resultados obtenidos por los distintos métodos son comparables.

Para la evaluación de desempeño de los laboratorios participantes se decidió elegir al valor medio y la desviación estándar que se obtienen por el método robusto que se describe en la norma ISO 5725.

En la Tabla 5 pueden verse los desvíos del promedio de los resultados de cada laboratorio respecto del valor de consenso.

5. EVALUACION DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS

La evaluación del desempeño de los laboratorios participantes se realizó de acuerdo con los procedimientos aceptados internacionalmente y que se citan en la Bibliografía.

Se utilizó como criterio el cálculo del parámetro “z”, definido de la siguiente manera:

$$Z = (x_{1/2} - x_{\text{ref}}) / s_L$$

Donde:

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

x_{ref} = valor de referencia asignado a la concentración de los analitos de la muestra enviada. En este caso es el valor medio robusto obtenido como se describió anteriormente.

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

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

Los valores del parámetro z así obtenidos pueden verse en los gráficos 5 al 8 y en la Tabla 6.

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

6. COMENTARIOS

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

	$ z \leq 2$	$2 < z < 3$	$ z \geq 3$
Humedad	63	4	3
Ceniza	55	1	9
Grasa	56	5	3
Nitrógeno	56	1	3

- Una dificultad, reiterada en distintos ejercicios organizados por INTI, radica en la diferente cantidad de cifras significativas utilizadas por los laboratorios en los datos que envían. Los laboratorios deberían tener en cuenta que el número de cifras significativas con los que deben consignar sus resultados queda determinado por la incertidumbre de medición del parámetro en cuestión. Algunos ejemplos son los laboratorios 9, 12, 29 y 36 en la Tabla 1.
- En algunos casos la incertidumbre informada por los participantes parecería estar evaluada incorrectamente. Algunos ejemplos son las determinaciones de humedad del Lab 57 y 58, la de cenizas del Lab 20, 25 y 29, nitrógeno del Lab 39, 50 y 61, etc.

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**

TABLA 1
Datos enviados por los participantes

Lab. nº	Muestra nº	Humedad (g/100g)					Cenizas (g/100g)					Grasa (g/100g)					Nitrógeno total (g/100g)				
		Valor 1	Valor 2	Valor 3	Promedio	U exp	Valor 1	Valor 2	Valor 3	Promedio	U exp	Valor 1	Valor 2	Valor 3	Promedio	U exp	Valor 1	Valor 2	Valor 3	Promedio	U exp
1	ni	55,1	54,82	54,65	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
2	ni	54,67	54,68	54,43	54,59	0,016	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
3	ni	53,5	53,9	54,3	53,9	0,16	3,17	3,17	3,14	3,16	0,012	17,0	16,7	16,7	16,8	0,01	3,82	3,81	3,82	3,82	0,090
5*	ni	53,59	53,51	53,63	53,58	0,24	3,18	3,17	3,16	3,17	0,14	15,84	15,70	15,56	15,70	0,047	3,67	3,65	3,62	3,65	0,028
6	4	53,2	54,3	53,7	53,7	ni	3,41	3,41	3,50	3,44	ni	17,3	17,9	17,1	17,4	ni	3,70	3,75	3,75	3,73	ni
7	78	54,35	54,24	54,41	54,33	0,50	2,29	2,36	2,40	2,35	0,18	16,46	16,45	16,95	16,62	0,95	3,69	3,60	3,52	3,60	0,13
8	ni	55,49	55,70	54,40	55,20	ni	3,14	3,17	3,13	3,15	ni	18,24	18,52	18,94	18,57	ni	3,59	3,55	3,57	3,57	ni
9	ni	53,9999	53,6607	53,8320	53,8309	ni	3,1916	3,2570	3,3118	3,2535	ni	17,2808	17,2777	17,3267	17,2951	ni	3,6127	3,6279	3,5934	3,6114	0,0778
10	ni	54,64	54,78	54,7	ni	ni	3,01	2,57	2,96	ni	ni	16,61	16,85	16,62	ni	ni	3,77	3,84	3,86	ni	ni
12	ni	55,4887	55,2082	55,2187	55,3052	0,1590	3,1586	3,1338	3,1565	3,1496	0,01375	ni	ni	ni	ni	ni	3,9275	3,8701	3,8386	3,8787	0,04507
13	ni	54,1	54,0	54,2	54,1	3,0	3,1	3,1	3,1	3,1	0,5	16,0	16,3	16,6	16,3	1,5	3,5	3,5	3,4	3,5	0,3
14	ni	54,76	54,77	55,78	54,77	0,87	3,21	3,21	3,18	3,21	0,09	16,80	16,76	17,05	16,87	1,20	3,69	3,64	3,60	3,64	0,10
15	ni	53,5	53,8	54,2	53,8	0,54	3,17	3,16	3,15	3,16	0,36	17,7	17,3	17,8	17,6	0,70	3,68	3,69	3,69	3,69	0,37
16	ni	53,66	53,58	53,68	53,60	ni	3,10	3,08	3,09	3,10	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
17	ni	56,3	58,7	60,8	58,6	ni	3,16	3,14	3,12	3,23	ni	16,1	17,3	16,7	16,7	ni	4,15	3,56	3,85	3,85	ni
18	ni	52,93	51,86	52,7	52,50	1,05	3,18	3,16	ni	3,17	0,10	17,20	17,81	ni	17,51	0,53	3,64	3,64	3,70	3,66	0,07
19	31	53,21	53,18	53,00	53,13	ni	3,10	3,14	3,11	3,12	ni	18,76	19,06	18,98	18,93	ni	ni	ni	ni	ni	ni
20	ni	52,8	52,5	52,7	52,7	0,22	3,0	2,9	2,9	2,9	0,03	17,4	17,4	17,1	17,3	0,22	3,9	4,0	3,8	3,9	0,09
21	ni	54,51	54,65	54,79	54,65	1,39	3,24	3,26	3,19	3,23	0,31	14,85	14,82	15,02	14,9	0,90	ni	ni	ni	ni	ni
22	37	53,74	53,62	53,98	53,78	ni	3,18	3,02	3,01	3,07	ni	19,80	19,00	19,20	19,33	ni	ni	ni	ni	ni	ni
23	ni	54,2	54,3	54,6	54,4	ni	3,14	3,14	3,20	3,16	ni	17,5	17,5	17,7	17,6	ni	3,67	3,68	3,70	3,68	ni
25	53	54,14	54,12	54,21	54,16	0,6	2,99	3,00	3,01	3,00	1,1	16,96	17,03	17,06	17,02	0,8	3,67	3,67	3,68	3,67	0,6
26	ni	54,1	54,1	54,1	54,1	1,3	3,1	3,0	3,1	3,1	0,1	17,9	17,8	17,7	17,8	0,5	3,63	3,64	3,62	3,63	0,10
27	ni	55,46	55,44	55,46	55,45	0,0184	3,02	3,00	3,02	3,01	0,0141	16,41	16,35	16,36	16,37	0,0190	3,41	3,43	3,43	3,42	0,0083
28	ni	54,28	54,30	54,40	54,32	0,092	3,59	3,65	3,46	3,57	0,126	16,60	16,46	16,57	16,54	0,102	3,46	3,46	3,47	3,46	0,058
29	ni	54,838	54,126	54,344	54,436	3,485	3,219	3,205	3,212	3,212	1,878	17,573	17,0	17,025	17,203	1,242	3,685	3,596	3,664	3,648	0,124
30	ni	54,6	54,7	54,8	54,7	0,7	3,2	3,1	3,1	3,1	0,2	16,8	16,6	16,2	16,5	1,3	3,59	3,64	3,62	3,62	0,13
31	ni	55,2	55,4	55,0	55,2	0,06	0,810	0,813	0,815	0,813	0,03	16,9	16,9	16,8	16,9	0,04	3,65	3,56	3,66	3,62	0,04
32	ni	46,70	47,38	46,48	46,85	ni	3,78	3,36	3,42	3,52	ni	17,68	17,58	18,10	17,78	ni	3,69	3,76	3,73	3,72	ni
33	ni	55,6	54,9	54,8	55,1	ni	3,44	3,48	3,48	3,46	ni	15,0	16,0	15,9	15,6	ni	3,64	3,42	3,53	3,53	ni
34	ni	53,48	53,45	53,34	53,42	0,002	3,08	3,05	3,09	3,07	0,014	20,24	19,85	20,53	20,21	0,0026	3,65	3,65	3,66	3,65	0,0093
35	ni	55,03	55,04	55,01	55,03	0,02	3,22	3,24	3,22	3,23	0,02	17,08	17,06	17,04	17,06	0,03	3,72	3,74	3,74	3,73	0,28
36	ni	53,7245	53,7245	53,6895	53,7128	0,0202	3,0859	3,0988	3,0904	3,0917	0,0066	16,6136	16,5397	16,1714	16,4416	0,2369	3,3334	3,4924	3,5537	3,4598	0,1137
37	45	55,6	55,3	56,1	55,7	0,56	3,0	3,1	3,0	3,0	0,08	18,2	16,1	17	17,1	1,46	3,6	3,6	3,5	3,6	0,08

ni: no informa

* El part nº5 informó la incertidumbre relativa. El valor que figura en la tabla es la incertidumbre absoluta calculada con los valores informados.

TABLA 1 (Continuación)
Datos enviados por los participantes

Lab. nº	Muestra nº	Humedad (g/100g)					Cenizas (g/100g)					Grasa (g/100g)					Nitrógeno total (g/100g)				
		Valor 1	Valor 2	Valor 3	Promedio	U exp	Valor 1	Valor 2	Valor 3	Promedio	U exp	Valor 1	Valor 2	Valor 3	Promedio	U exp	Valor 1	Valor 2	Valor 3	Promedio	U exp
38	ni	64,86	67,82	63,31	65,33	0,41	3,38	3,08	3,17	3,21	0,014	14,84	14,34	ni	14,54	0,25	3,94	3,96	3,98	3,96	0,12
39	ni	54,9	54,8	49,3	53,0	1,1	3,09	3,10	3,14	3,10	0,04	18,2	18,0	16,7	17,6	0,50	3,97	4,40	4,24	4,20	6,0
40	ni	54,95	54,96	54,94	54,95	1,48	3,10	3,07	3,10	3,09	0,17	ni	ni	ni	ni	ni	3,70	3,65	3,70	3,68	0,096
41	55	53,859	54,102	53,650	53,870	0,16	2,46	2,18	2,09	2,24	0,385	21	21	21	21	0	3,21	3,20	3,23	3,213	0,098
42	ni	54,14	54,26	54,24	54,21	1,62	3,10	3,22	3,12	3,15	0,02	16,67	16,52	16,56	16,58	0,52	3,701	3,711	3,714	3,709	0,05
43	ni	55,80	56,70	56,26	56,25	ni	4,22	3,78	4,0	4,0	ni	14,06	16,14	15,10	15,10	ni	ni	ni	ni	ni	ni
44	ni	54,43	54,34	54,31	54,36	ni	3,10	3,09	3,12	3,10	ni	17,32	17,36	17,31	17,33	ni	3,69	3,72	3,68	3,70	ni
45	ni	54,27	54,30	54,27	54,28	ni	3,03	2,90	2,97	2,97	ni	17,93	23,74	17,72	19,80	ni	3,87	3,84	3,79	3,83	ni
46	ni	53,55	53,53	53,79	53,62	0,075	3,20	3,23	3,15	3,19	0,092	18,09	17,95	17,19	17,74	0,217	3,50	3,60	3,70	3,60	0,073
47	ni	54,97	55,07	55,02	55,02	ni	3,16	3,13	3,15	3,15	ni	10,68	11,15	10,64	10,82	ni	3,72	3,79	3,77	3,76	ni
49	100	56,6	56,4	56,1	56,4	0,0116	ni	ni	ni	ni	ni	14,07	14,16	14,54	14,26	0,054	ni	ni	ni	ni	ni
50	ni	54,7	58,6	54,9	56,04	4,13	3,1	2,8	3,3	3,09	0,48	15,9	16,6	16,5	16,34	0,78	3,68	2,82	3,92	3,47	1,16
51	ni	53,3	53,0	53,2	53,2	0,6	3,00	3,27	2,77	3,01	0,30	7,31	7,25	7,33	7,29	0,80	3,62	4,06	3,85	3,84	0,77
52	ni	54,3	54,3	54,3	54,3	2,1	3,18	3,18	3,17	3,18	0,12	16,6	16,6	17,0	16,7	1,3	3,73	3,73	3,70	3,72	0,19
53	ni	53,80	54,27	54,62	54,23	0,001	3,15	3,17	3,16	3,16	0,001	14,75	14,48	14,76	14,66	0,004	3,62	3,66	3,69	3,66	0,013
54	ni	55,00	55,06	54,94	55,00	0,22	3,109	3,04	3,04	3,06	0,017	18,62	19,00	20,50	19,37	0,60	0,89	0,84	0,80	0,84	0,024
55	ni	54,01	54,13	53,98	54,04	0,09	3,09	3,12	3,16	3,12	0,20	16,6	17,58	17,2	17,23	0,50	3,52	3,46	3,60	3,53	0,28
56	ni	54,28	54,32	54,39	54,33	0,1188	2,80	2,79	2,79	2,79	0,0518	16,54	16,34	16,47	16,45	0,2559	3,59	3,58	3,63	3,60	0,878
57	ni	55,38	54,29	55,15	54,94	8,42	3,00	2,96	2,89	2,95	0,34	15,81	16,50	15,81	16,04	2,39	3,61	3,55	3,50	3,55	0,74
58	62	55,1	55,0	55,1	55,1	0,20	3,17	3,15	3,12	3,15	0,15	16,2	16,1	16,4	16,2	0,4	3,65	3,68	3,69	3,67	0,1
59	ni	54,98	55,44	55,38	55,27	0,77	3,18	3,14	3,16	3,16	0,50	15,72	16,22	15,60	15,85	1,02	3,75	3,72	3,70	3,72	0,14
60	ni	53,4	53,4	53,2	53,4	0,32	3,06	3,07	3,05	3,07	0,02	18,5	18,6	18,5	18,53	0,12	3,60	3,65	3,70	3,65	0,10
61	ni	54,33	54,16	54,25	54,25	ni	3,19	3,17	3,12	3,16	ni	17,26	17,54	17,39	17,40	ni	3,52	3,53	3,56	3,54	1,44
62	ni	53,8	53,9	53,3	53,7	0,6	3,00	3,08	3,04	3,1	0,06	18,21	18,05	18,20	18,2	0,2	3,7	3,7	3,7	3,7	0,1
63	ni	55,14	ni	ni	55,14	0,83	3,18	3,18	ni	3,18	0,60	16,39	15,80	ni	16,09	0,87	3,73	ni	ni	3,73	0,16
64	ni	53,67	53,70	ni	53,69	ni	3,12	3,12	ni	3,12	ni	16,46	16,52	ni	16,49	ni	3,80	3,79	ni	3,80	ni
65	ni	54,6	54,5	54,7	54,6	0,2	3,21	3,20	3,18	3,20	0,04	16,6	16,8	16,4	16,600	0,4	3,82	3,84	3,86	3,84	0,04
66	ni	54,36	54,38	54,23	54,32	0,33	3,12	3,13	3,05	3,10	0,11	17,57	17,30	17,75	17,54	0,14	3,47	3,51	3,52	3,50	0,03475
67	ni	54,31	54,41	54,26	54,32	0,20	3,06	3,06	3,07	3,06	0,02	15,53	15,60	15,64	15,59	ni	3,68	3,73	3,76	3,72	0,20
68	ni	54,3	54,0	53,9	54,1	0,2	3,09	3,15	3,08	3,11	0,04	17,3	17,7	17,8	17,6	0,2	4,17	4,19	4,11	4,16	0,04
69	ni	54,06	53,97	53,62	53,88	0,42	3,06	3,07	3,06	3,06	0,02	17,65	17,32	17,29	17,42	0,51	3,71	3,70	3,70	3,70	0,02
70	ni	56,33	56,33	56,32	56,33	0,0301	2,96	2,98	2,99	2,98	0,0274	18,29	18,28	18,28	18,28	0,0616	3,61	3,59	3,63	3,61	0,0371
71	ni	54,64	54,40	54,54	54,53	0,20	3,03	3,13	3,05	3,07	0,06	16,66	16,29	ni	16,48	0,38	3,66	3,64	ni	3,65	0,18
72	55	54,0	53,8	54,0	53,9	0,2	ni	ni	ni	ni	ni	17,0	17,5	17,5	17,3	1,0	ni	ni	ni	ni	ni
73	57	54,70	54,76	54,68	54,72	0,26	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni	ni
74	21	53,10	53,24	53,18	53,17	1,41	3,15	3,11	3,10	3,12	3,45	16,13	16,09	16,19	16,14	2,3	3,64	3,64	3,58	3,62	0,89

ni: no informa

TABLA 2
Métodos utilizados por los participantes

Lab n°	Humedad	Cenizas	Grasa	Nitrógeno total
1	100° C-16.5 hr	na	na	na
2	Gravimetría	na	na	na
3	AOAC 950.46 sec 39.1.02 (2005)	AOAC 920.153 sec 39.1.09 (2005)	AOAC 960.39 sec. 39.1.05 (2005)	AOAC 981.10 sec 39.1.19 (2005)
5	AOAC 950.46	AOAC 923.03	Anrom Fat analyzer	AOAC 992.15 Método de combustión LECO
6	AOAC 950.46	AOAC 920.153	AOAC 960.39	AOAC 981.10
7	ISO 1442:1997	ISO 936:1998	ISO 1444:1996	AOAC 928.08:2000
8	103° C +/-2° C	550° C +/- 20 ° C	Hidrólisis ácida con HCl 4 M y extracción con éter de petróleo	Micro Kjeldahl
9	100° C hasta peso constante	500° C hasta peso constante	Extracción con éter de petróleo	Kjeldahl
10	ni	ni	ni	ni
12	100 - 102° C. 16-18 hs	550° C. 3 hs	na	Micro Kjeldahl
13	105° C hasta peso constante	550° C hasta cenizas blancas	Digestión con HCl 25:11 y extracción con solvente	Método DUMAS
14	AOAC 950.46 B	AOAC 920.153	AOAC 960.30	AOAC 981.10
15	AOAC 950.46	AOAC 923.03	AOAC 960.39	AOAC 981.10
16	100° C. 3 hs	550° C	na	na
17	AOAC 950.46 B	AOAC 900.02	Extracción con éter de petróleo	Kjeldahl
18	AOAC 950.46	AOAC 920.153-920.03	AOAC 960.39-920.39 C	AOAC 981.10
19	AOAC 931.04	AOAC - Gravimetría	AOAC 991.36	na
20	AOAC 950.46	AOAC 920.153	Pearsons Chemical Analysis. Longman Scientific & Technical. UK 1981	AOAC 981.10
21	105° C 12 hs. AOAC 18 th	600° C 4 hs. AOAC 18 th	Extracción con éter	na
22	AOAC 950.46	AOAC 923.03	Folch modificado	na
23	AOAC 950.46 B	AOAC 920.153	AOAC 960.39	AOAC 991.2
25	80 -100° C	Gravimetría	Extracción con acetona	Combustión con oxígeno de alta pureza.
26	103° C +/- 2° C	550° C +/- 25° C	Soxhlet con éter de petróleo	Kjeldahl
27	AOAC 950.46	AOAC 920.153	AOAC 960.39	AOAC 928.08:2000
28	103° C +/- 2° C, 1 hr	500 ° C +/- 50°C 1 hr	Soxhlet	Kjeldahl
29	Gravimetría 105° C	Gravimetría 550° C	Hidrólisis ácida. Extracción con éter	Kjeldahl
30	AOAC 950.46 B	AOAC 920.153	AOAC 960.39 B	AOAC 981.10. Kjeldahl
31	AOAC 950.46	AOAC 920.153	AOAC 991.36	AOAC 928.28
32	AOAC 950.46	AOAC 920.153	AOAC 960.39	AOAC 928.08
33	103° C +/- 2° C hasta masa constante	Acetato de Mg. Secado.	AOAC 960.39	Kjeldahl
34	100° C durante 2 hrs.	550° C con acetato de Mg	Secado y extracción	Kjeldahl
35	103° C +/- 1° C, 5 hs.	550° C +/- 4 ° C, 8 hs.	Hidrólisis ácida. Extracción en éter etílico y de petróleo.	Kjeldahl.
36	AOAC 950.46	AOAC 920.153	AOAC 960.39	AOAC 976.05
37	AOAC 950.46	AOAC 920.153	ISO 1444:1996	AOAC 928.08

ni: no informado

na: no analizado

TABLA 2
Métodos utilizados por los participantes

Lab n	Humedad	Cenizas	Grasa	Nitrógeno total
38	AOAC 950.46	AOAC 920.154	AOAC 960.39	Kjeldahl
39	Gravimetría	AOAC 920.153	AOAC 928.08	AOAC 960.39
40	AOAC 930.15	AOAC 942.05	na	AOAC 990.03
41	125° C, 2 hrs.	ISO 936: 2006	Hidrólisis en el Butirómetro de Gerber	Kjeldahl.
42	100° C, 16 hrs.	100° C, 16 hs y luego a 600° C, 4 hrs	Extracción con éter dietílico	Kjeldahl.
43	103° C +/- 2° C hasta masa constante	550° C +/- 50° C, 1 hr	Extracción con éter de petróleo	na
44	AOAC 950.46	AOAC 920.153	AOAC 991.37	AOAC 981.10
45	AOAC 934.01	AOAC 923.03	AOAC 960.39	Combustión con mezcla de oxígeno y helio a 900° C
46	AOAC 950.46	AOAC 923.03	AOAC 960.39	AOAC 990.03
47	AOAC 950.46 B	AOAC 920.15	AOAC 991.36	AOAC 17 ed.
49	125° C +/- 3° C, 3 hs	na	Extracción con solvente	na
50	103-105° C, 12 hrs.	550° C, 12 hrs.	Extracción con solvente	Kjeldahl
51	AOAC. 16 ed. 1995	AOAC. 16 ed. 1995	AOAC. 16 ed. 1995	AOAC. 16 ed. 1995.
52	105° C +/- 5° C, 16 hs.	525° C, 5 hs	Extracción con éter de petróleo	Kjeldahl
53	100-102° C, 16-18 hrs.	550° C, 2 hrs.	Extracción en sistema Soxhlet con hexano durante 4 hrs.	Kjeldahl
54	ISO 1442:1997	ISO 936:1998	ISO 1443:1973	ISO 1871:1975
55	Gravimetría	Gravimetría	Extracción con eter	Kjeldahl
56	AOAC 925.10	AOAC 923.03	AOAC 920.39 C	AOAC 984.13
57	AOAC Gravimetría	550°C Gravimetría	Extracción con éter de petróleo	Kjeldahl
58	AOAC 950.46	AOAC 920.152	AOAC 960.39	AOAC 928.08
59	AOAC 925.10	AOAC 923.03	AOAC 991.36	AOAC 981.10
60	103° C +/- 2° C hasta peso constante	550° C +/- 25° C, 6 hrs.	Gravimetría. Hidrólisis ácida. Soxhlet	Kjeldahl.
61	AOAC 950.46 B	AOAC 920.153	AOAC 960.39	AOAC 981.10
62	AOAC 950.46	-	AOAC 960.39	Kjeldahl
63	Gravimetría	550° C	Extracción con éter de petróleo	Kjeldahl
64	103° C +/- 2° C, 5 hrs	Gravimetría	Extracción con éter de petróleo	Kjeldahl
65	103° C +/- 2° C hasta peso constante	AOAC 930.22	AOAC 960.39.	ISO 5983
66	AOAC 950.46 B.	AOAC 920.153	AOAC 991.36	AOAC 981.10
67	AACC 44-15 A	AACC 08-01	AACC 30-26	AACC 46-12
68	AOAC 950.46 B	AOAC 920.153	AOAC 928.08	AOAC 960.39
69	AOAC 950.46 B	AOAC 920.153	AOAC 960.39	Kjeldahl
70	AOAC 950.46 B	AOAC 923.03	AOAC 960.39	AOAC 981.10
71	ni	ni	ni	ni
72	125° C +/- 0.2° C, 2 hs	na	Método Butirométrico de Gerber	na
73	100° C +/- 2° C	na	na	na
74	AOAC 934.01	AOAC 942.05	Sistema Soxtec 2045	AOAC 988.05

ni: no informado

na: no analizado

TABLA 3
Ensayos acreditados

Lab. n°	Tiene acreditado el ensayo?			
	Humedad	Cenizas	Grasa	Nitrógeno
1	SI	na	na	na
2	NO	NO	na	na
3	SI	SI	SI	SI
5	NO	NO	NO	NO
6	NO	NO	NO	NO
7	ni	ni	na	ni
8	NO	NO	NO	NO
9	NO	NO	NO	NO
10	SI	SI	SI	SI
12	NO	NO	NO	NO
13	NO	NO	NO	NO
14	SI	SI	SI	SI
15	SI	SI	SI	SI
16	NO	NO	na	na
17	NO	NO	NO	NO
18	SI	SI	SI	SI
19	NO	NO	NO	NO
20	NO	NO	NO	NO
21	SI	SI	SI	na
22	NO	NO	NO	NO
23	NO	NO	NO	NO
25	SI	SI	SI	SI
26	SI	SI	SI	SI
27	NO	NO	NO	NO
28	NO	NO	NO	NO
29	NO	NO	NO	NO
30	SI	SI	SI	SI
31	NO	NO	NO	NO
32	NO	NO	NO	NO
33	NO	NO	NO	NO
34	SI	SI	SI	SI
35	SI	SI	SI	SI
36	NO	NO	NO	NO
37	NO	NO	NO	NO

ni: no informa

na: no analiza

TABLA 3 (Continuación)
Ensayos acreditados

Lab. n°	Tiene acreditado el ensayo?			
	Humedad	Cenizas	Grasa	Nitrógeno
38	SI	SI	SI	SI
39	NO	NO	NO	SI
40	SI	SI	na	SI
41	NO	NO	NO	NO
42	SI	SI	SI	SI
43	NO	NO	NO	na
44	SI	SI	SI	SI
45	NO	NO	NO	NO
46	SI	SI	SI	SI
47	SI	SI	SI	SI
48	NO	NO	NO	NO
49	NO	na	NO	na
50	NO	NO	NO	NO
51	NO	NO	NO	NO
52	SI	SI	SI	SI
53	NO	NO	NO	NO
54	NO	NO	NO	NO
55	SI	SI	SI	SI
56	SI	SI	SI	SI
57	ni	ni	ni	ni
58	NO	NO	NO	NO
59	SI	SI	SI	SI
60	NO	NO	NO	NO
61	na	NO	na	SI
62	SI	SI	SI	SI
63	SI	SI	SI	SI
64	NO	NO	NO	NO
65	NO	NO	NO	NO
66	SI	SI	SI	SI
67	SI	SI	SI	SI
68	NO	NO	NO	NO
69	SI	SI	SI	SI
70	NO	NO	NO	NO
71	SI	SI	SI	SI
72	NO	NO	NO	na
73	SI	NO	NO	NO
74	NO	NO	NO	NO

ni: no informa

na: no analiza

TABLA 4
Resultados del tratamiento estadístico

Lab. n°	Humedad (g/100g)				Cenizas (g/100g)				Grasa (g/100g)				Nitrógeno total (g/100g)			
	Valor 1	Valor 2	Valor 3	T	Valor 1	Valor 2	Valor 3	T	Valor 1	Valor 2	Valor 3	T	Valor 1	Valor 2	Valor 3	T
1	55,1	54,82	54,65		ni	ni	ni		ni	ni	ni		ni	ni	ni	
2	54,67	54,68	54,43		ni	ni	ni		ni	ni	ni		ni	ni	ni	
3	53,5	53,9	54,3		3,17	3,17	3,14		17,0	16,7	16,7		3,82	3,81	3,82	
5	53,59	53,51	53,63		3,18	3,17	3,16		15,84	15,70	15,56		3,67	3,65	3,62	
6	53,2	54,3	53,7		3,41	3,41	3,50		17,3	17,9	17,1		3,70	3,75	3,75	
7	54,35	54,24	54,41		2,29	2,36	2,40	G	16,46	16,45	16,95		3,69	3,60	3,52	
8	55,49	55,70	54,40	C	3,14	3,17	3,13		18,24	18,52	18,94		3,59	3,55	3,57	
9	53,9999	53,6607	53,8320		3,1916	3,2570	3,3118		17,2808	17,2777	17,3267		3,6127	3,6279	3,5934	
10	54,64	54,78	54,7		3,01	2,57	2,96	C	16,61	16,85	16,62		3,77	3,84	3,86	
12	55,4887	55,2082	55,2187		3,1586	3,1338	3,1565		ni	ni	ni		3,9275	3,8701	3,8386	
13	54,1	54,0	54,2		3,1	3,1	3,1		16,0	16,3	16,6		3,5	3,5	3,4	
14	54,76	54,77	55,78		3,21	3,21	3,18		16,80	16,76	17,05		3,69	3,64	3,60	
15	53,5	53,8	54,2		3,17	3,16	3,15		17,7	17,3	17,8		3,68	3,69	3,69	
16	53,66	53,58	53,68		3,10	3,08	3,09		ni	ni	ni		ni	ni	ni	
17	56,3	58,7	60,8	C	3,16	3,14	3,12		16,1	17,3	16,7		4,15	3,56	3,85	C
18	52,93	51,86	52,7		3,18	3,16	ni	<3	17,20	17,81	ni	<3	3,64	3,64	3,70	
19	53,21	53,18	53,00		3,10	3,14	3,11		18,76	19,06	18,98		ni	ni	ni	
20	52,8	52,5	52,7		3,0	2,9	2,9		17,4	17,4	17,1		3,9	4,0	3,8	
21	54,51	54,65	54,79		3,24	3,26	3,19		14,85	14,82	15,02		ni	ni	ni	
22	53,74	53,62	53,98		3,18	3,02	3,01	C	19,80	19,00	19,20		ni	ni	ni	
23	54,2	54,3	54,6		3,14	3,14	3,20		17,5	17,5	17,7		3,67	3,68	3,70	
25	54,14	54,12	54,21		2,99	3,00	3,01		16,96	17,03	17,06		3,67	3,67	3,68	
26	54,1	54,1	54,1		3,1	3,0	3,1		17,9	17,8	17,7		3,63	3,64	3,62	
27	55,46	55,44	55,46		3,02	3,00	3,02		16,41	16,35	16,36		3,41	3,43	3,43	
28	54,28	54,30	54,40		3,59	3,65	3,46	C	16,60	16,46	16,57		3,46	3,46	3,47	
29	54,838	54,126	54,344		3,219	3,205	3,212		17,573	17,0	17,025		3,685	3,596	3,664	
30	54,6	54,7	54,8		3,2	3,1	3,1		16,8	16,6	16,2		3,59	3,64	3,62	
31	55,2	55,4	55,0		0,810	0,813	0,815	G	16,9	16,9	16,8		3,65	3,56	3,66	
32	46,70	47,38	46,48	G	3,78	3,36	3,42	C	17,68	17,58	18,10		3,69	3,76	3,73	
33	55,6	54,9	54,8		3,44	3,48	3,48		15,0	16,0	15,9		3,64	3,42	3,53	
34	53,48	53,45	53,34		3,08	3,05	3,09		20,24	19,85	20,53		3,65	3,65	3,66	
35	55,03	55,04	55,01		3,22	3,24	3,22		17,08	17,06	17,04		3,72	3,74	3,74	
36	53,7245	53,7245	53,6895		3,0859	3,0988	3,0904		16,6136	16,5397	16,1714		3,3334	3,4924	3,5537	
37	55,6	55,3	56,1		3,0	3,1	3,0		18,2	16,1	17	C	3,6	3,6	3,5	

ni: no informa

T: resultado del tratamiento estadístico.

C: datos eliminados por aplicación de la prueba de Cochran

G: datos eliminados por aplicación de la prueba de Grubbs.

<3: laboratorio que envió menos de 3 datos.

I: laboratorio eliminado en el examen preliminar.

TABLA 4 (Continuación)
Resultados del tratamiento estadístico

Lab. n°	Humedad (g/100g)				Cenizas (g/100g)				Grasa (g/100g)				Nitrógeno total (g/100g)			
	Valor 1	Valor 2	Valor 3	T	Valor 1	Valor 2	Valor 3	T	Valor 1	Valor 2	Valor 3	T	Valor 1	Valor 2	Valor 3	T
38	64,86	67,82	63,31	C	3,38	3,08	3,17	C	14,84	14,34	ni	<3	3,94	3,96	3,98	
39	54,9	54,8	49,3	C	3,09	3,10	3,14		18,2	18,0	16,7	C	3,97	4,40	4,24	C
40	54,95	54,96	54,94		3,10	3,07	3,10		ni	ni	ni		3,70	3,65	3,70	
41	53,859	54,102	53,650		2,46	2,18	2,09	C	21	21	21		3,21	3,20	3,23	G
42	54,14	54,26	54,24		3,10	3,22	3,12		16,67	16,52	16,56		3,701	3,711	3,714	
43	55,80	56,70	56,26		4,22	3,78	4,0	C	14,06	16,14	15,10	C	ni	ni	ni	
44	54,43	54,34	54,31		3,10	3,09	3,12		17,32	17,36	17,31		3,69	3,72	3,68	
45	54,27	54,30	54,27		3,03	2,90	2,97		17,93	23,74	17,72	C	3,87	3,84	3,79	
46	53,55	53,53	53,79		3,20	3,23	3,15		18,09	17,95	17,19		3,50	3,60	3,70	
47	54,97	55,07	55,02		3,16	3,13	3,15		10,68	11,15	10,64	G	3,72	3,79	3,77	
49	56,6	56,4	56,1		ni	ni	ni		14,07	14,16	14,54		ni	ni	ni	
50	54,7	58,6	54,9	C	3,1	2,8	3,3	C	15,9	16,6	16,5		3,68	2,82	3,92	C
51	53,3	53,0	53,2		3,00	3,27	2,77	C	7,31	7,25	7,33	G	3,62	4,06	3,85	C
52	54,3	54,3	54,3		3,18	3,18	3,17		16,6	16,6	17,0		3,73	3,73	3,70	
53	53,80	54,27	54,62		3,15	3,17	3,16		14,75	14,48	14,76		3,62	3,66	3,69	
54	55,00	55,06	54,94		3,109	3,04	3,04		18,62	19,00	20,50	C	0,89	0,84	0,80	G
55	54,01	54,13	53,98		3,09	3,12	3,16		16,6	17,58	17,2		3,52	3,46	3,60	
56	54,28	54,32	54,39		2,80	2,79	2,79		16,54	16,34	16,47		3,59	3,58	3,63	
57	55,38	54,29	55,15		3,00	2,96	2,89		15,81	16,50	15,81		3,61	3,55	3,50	
58	55,1	55,0	55,1		3,17	3,15	3,12		16,2	16,1	16,4		3,65	3,68	3,69	
59	54,98	55,44	55,38		3,18	3,14	3,16		15,72	16,22	15,60		3,75	3,72	3,70	
60	53,4	53,4	53,2		3,06	3,07	3,05		18,5	18,6	18,5		3,60	3,65	3,70	
61	54,33	54,16	54,25		3,19	3,17	3,12		17,26	17,54	17,39		3,52	3,53	3,56	
62	53,8	53,9	53,3		3,00	3,08	3,04		18,21	18,05	18,20		3,7	3,7	3,7	
63	55,14	ni	ni	<3	3,18	3,18	ni	<3	16,39	15,80	ni	<3	3,73	ni	ni	<3
64	53,67	53,70	ni	<3	3,12	3,12	ni	<3	16,46	16,52	ni	<3	3,80	3,79	ni	<3
65	54,6	54,5	54,7		3,21	3,20	3,18		16,6	16,8	16,4		3,82	3,84	3,86	
66	54,36	54,38	54,23		3,12	3,13	3,05		17,57	17,30	17,75		3,47	3,51	3,52	
67	54,31	54,41	54,26		3,06	3,06	3,07		15,53	15,60	15,64		3,68	3,73	3,76	
68	54,3	54,0	53,9		3,09	3,15	3,08		17,3	17,7	17,8		4,17	4,19	4,11	G
69	54,06	53,97	53,62		3,06	3,07	3,06		17,65	17,32	17,29		3,71	3,70	3,70	
70	56,33	56,33	56,32		2,96	2,98	2,99		18,29	18,28	18,28		3,61	3,59	3,63	
71	54,64	54,40	54,54		3,03	3,13	3,05		16,66	16,29	ni	<3	3,66	3,64	ni	<3
72	54,0	53,8	54,0		ni	ni	ni		17,0	17,5	17,5		ni	ni	ni	
73	54,70	54,76	54,68		ni	ni	ni		ni	ni	ni		ni	ni	ni	
74	53,10	53,24	53,18		3,15	3,11	3,10		16,13	16,09	16,19		3,64	3,64	3,58	

ni: no informa

T: resultado del tratamiento estadístico.

C: datos eliminados por aplicación de la prueba de Cochran

G: datos eliminados por aplicación de la prueba de Grubbs.

< 3: laboratorio que envió menos de 3 datos.

I: laboratorio eliminado en el examen preliminar.

TABLA 5
Desvíos con respecto al valor medio interlaboratorio

Lab. n°	Humedad (g/100g)		Cenizas (g/100g)		Grasa (g/100g)		Nitrógeno total (g/100g)	
	Promedio	% desv. v.medio	Promedio	% desv. v.medio	Promedio	% desv. v.medio	Promedio	% desv. v.medio
1	ni	-	ni	-	ni	-	ni	-
2	54,59	0,42	ni	-	ni	-	ni	-
3	53,90	-0,85	3,16	1,28	16,80	-1,52	3,82	4,37
5	53,58	-1,43	3,17	1,60	15,70	-7,97	3,65	-0,27
6	53,70	-1,21	3,44	10,26	17,40	1,99	3,73	1,91
7	54,33	-0,06	2,35	-24,68	16,62	-2,58	3,60	-1,64
8	55,20	1,55	3,15	0,96	18,57	8,85	3,57	-2,46
9	53,83	-0,97	3,25	4,28	17,30	1,38	3,61	-1,33
10	ni	-	ni	-	ni	-	ni	-
12	55,31	1,74	3,15	0,95	ni	-	3,88	5,98
13	54,10	-0,48	3,10	-0,64	16,30	-4,45	3,50	-4,37
14	54,77	0,75	3,21	2,88	16,87	-1,11	3,64	-0,55
15	53,80	-1,03	3,16	1,28	17,60	3,17	3,69	0,82
16	53,60	-1,40	3,10	-0,64	ni	-	ni	-
17	58,60	7,80	3,23	3,53	16,70	-2,11	3,85	5,19
18	52,50	-3,42	3,17	1,60	17,51	2,64	3,66	0,00
19	53,13	-2,26	3,12	0,00	18,93	10,96	ni	-
20	52,70	-3,05	2,90	-7,05	17,30	1,41	3,90	6,56
21	54,65	0,53	3,23	3,53	14,90	-12,66	ni	-
22	53,78	-1,07	3,07	-1,60	19,33	13,31	ni	-
23	54,40	0,07	3,16	1,28	17,60	3,17	3,68	0,55
25	54,16	-0,37	3,00	-3,85	17,02	-0,23	3,67	0,27
26	54,10	-0,48	3,10	-0,64	17,80	4,34	3,63	-0,82
27	55,45	2,01	3,01	-3,53	16,37	-4,04	3,42	-6,56
28	54,32	-0,07	3,57	14,42	16,54	-3,05	3,46	-5,46
29	54,44	0,14	3,21	2,95	17,20	0,84	3,65	-0,33
30	54,70	0,63	3,10	-0,64	16,50	-3,28	3,62	-1,09
31	55,20	1,55	0,81	-73,94	16,90	-0,94	3,62	-1,09
32	46,85	-13,82	3,52	12,82	17,78	4,22	3,72	1,64
33	55,10	1,36	3,46	10,90	15,60	-8,56	3,53	-3,55
34	53,42	-1,73	3,07	-1,60	20,21	18,46	3,65	-0,27
35	55,03	1,23	3,23	3,53	17,06	0,00	3,73	1,91
36	53,71	-1,19	3,09	-0,91	16,44	-3,62	3,46	-5,47
37	55,70	2,47	3,00	-3,85	17,10	0,23	3,60	-1,64

ni: no informa

TABLA 5 (Continuación)
Desvíos con respecto al valor medio interlaboratorio

Lab. n°	Humedad (g/100g)		Cenizas (g/100g)		Grasa (g/100g)		Nitrógeno total (g/100g)	
	Promedio	% desv. v.medio	Promedio	% desv. v.medio	Promedio	% desv. v.medio	Promedio	% desv. v.medio
38	65,33	20,18	3,21	2,88	14,54	-14,77	3,96	8,20
39	53,00	-2,50	3,10	-0,64	17,60	3,17	4,20	14,75
40	54,95	1,09	3,09	-0,96	ni	-	3,68	0,55
41	53,87	-0,90	2,24	-28,21	21,00	23,09	3,21	-12,21
42	54,21	-0,28	3,15	0,96	16,58	-2,81	3,71	1,34
43	56,25	3,48	4,00	28,21	15,10	-11,49	ni	-
44	54,36	0,00	3,10	-0,64	17,33	1,58	3,70	1,09
45	54,28	-0,15	2,97	-4,81	19,80	16,06	3,83	4,64
46	53,62	-1,36	3,19	2,24	17,74	3,99	3,60	-1,64
47	55,02	1,21	3,15	0,96	10,82	-36,58	3,76	2,73
49	56,40	3,75	ni	-	14,26	-16,41	ni	-
50	56,04	3,09	3,09	-0,96	16,34	-4,22	3,47	-5,19
51	53,20	-2,13	3,01	-3,53	7,29	-57,27	3,84	4,92
52	54,30	-0,11	3,18	1,92	16,70	-2,11	3,72	1,64
53	54,23	-0,24	3,16	1,28	14,66	-14,07	3,66	0,00
54	55,00	1,18	3,06	-1,92	19,37	13,54	0,84	-77,05
55	54,04	-0,59	3,12	0,00	17,23	1,00	3,53	-3,55
56	54,33	-0,06	2,79	-10,58	16,45	-3,58	3,60	-1,64
57	54,94	1,07	2,95	-5,45	16,04	-5,98	3,55	-3,01
58	55,10	1,36	3,15	0,96	16,20	-5,04	3,67	0,27
59	55,27	1,67	3,16	1,28	15,85	-7,09	3,72	1,64
60	53,40	-1,77	3,07	-1,60	18,53	8,62	3,65	-0,27
61	54,25	-0,20	3,16	1,28	17,40	1,99	3,54	-3,28
62	53,70	-1,21	3,10	-0,64	18,20	6,68	3,70	1,09
63	55,14	1,43	3,18	1,92	16,09	-5,69	3,73	1,91
64	53,69	-1,23	3,12	0,00	16,49	-3,34	3,80	3,83
65	54,60	0,44	3,20	2,56	16,60	-2,70	3,84	4,92
66	54,32	-0,07	3,10	-0,64	17,54	2,81	3,50	-4,37
67	54,32	-0,07	3,06	-1,92	15,59	-8,62	3,72	1,64
68	54,10	-0,48	3,11	-0,32	17,60	3,17	4,16	13,66
69	53,88	-0,88	3,06	-1,92	17,42	2,11	3,70	1,09
70	56,33	3,62	2,98	-4,49	18,28	7,15	3,61	-1,37
71	54,53	0,31	3,07	-1,60	16,48	-3,40	3,65	-0,27
72	53,90	-0,85	ni	-	17,30	1,41	ni	-
73	54,72	0,66	ni	-	ni	-	ni	-
74	53,17	-2,19	3,12	0,00	16,14	-5,39	3,62	-1,09

ni: no informa

TABLA 6
Parámetro z

Lab. nº	Humedad	Cenizas	Grasa	Nitrogeno
1	0,55	-	-	-
2	0,26	-	-	-
3	-0,56	0,48	-0,11	1,10
5	-0,94	0,58	-1,07	-0,14
6	-0,76	3,35	0,44	0,49
7	-0,05	-7,82	-0,27	-0,46
8	0,97	0,34	1,44	-0,71
9	-0,64	1,44	0,32	-0,40
10	0,39	-2,73	-0,20	1,15
12	1,10	0,37	-	1,55
13	-0,33	-0,14	-0,55	-1,46
14	0,86	0,89	-0,05	-0,17
15	-0,64	0,48	0,59	0,15
16	-0,87	-0,24	-	-
17	4,99	0,27	-0,20	1,37
18	-2,22	0,58	0,51	-0,05
19	-1,47	0,04	1,76	-
20	-2,02	-1,84	0,33	1,71
21	0,32	1,20	-1,78	-
22	-0,70	-0,44	2,11	-
23	-0,01	0,48	0,56	0,12
25	-0,26	-1,16	0,08	0,05
26	-0,33	-0,48	0,76	-0,27
27	1,27	-1,02	-0,48	-1,78
28	-0,06	4,65	-0,34	-1,49
29	0,07	1,01	0,24	-0,13
30	0,38	0,21	-0,34	-0,36
31	0,97	-23,58	-0,05	-0,31
32	-8,88	4,17	0,75	0,44
33	0,85	3,62	-1,13	-1,00
34	-1,12	-0,41	2,87	-0,10
35	0,77	1,16	0,12	0,49
36	-0,78	-0,22	-0,43	-1,51
37	1,52	-0,82	0,15	-0,73
38	12,93	0,99	-2,05	2,15

Lab. nº	Humedad	Cenizas	Grasa	Nitrogeno
39	-1,62	-0,03	0,62	3,93
40	0,68	-0,24	-	0,12
41	-0,60	-8,92	3,57	-3,32
42	-0,19	0,34	-0,30	0,31
43	2,22	9,09	-1,60	-
44	-0,02	-0,10	0,35	0,22
45	-0,11	-1,50	2,51	1,22
46	-0,89	0,82	0,71	-0,49
47	0,76	0,34	-5,34	0,69
49	2,35	-	-2,34	-
50	2,00	-0,48	-0,52	-1,41
51	-1,43	-1,02	-8,43	1,30
52	-0,09	0,65	-0,17	0,39
53	-0,17	0,48	-1,98	-0,07
54	0,74	-0,51	2,14	-20,67
55	-0,40	0,10	0,17	-1,02
56	-0,05	-3,28	-0,42	-0,49
57	0,67	-1,67	-0,78	-0,83
58	0,81	0,34	-0,61	0,05
59	1,05	0,48	-0,95	0,42
60	-1,23	-0,55	1,41	-0,12
61	-0,15	0,48	0,41	-0,95
62	-0,84	-0,75	1,07	0,25
63	0,90	0,68	-0,73	0,47
64	-0,82	0,07	-0,38	0,94
65	0,26	0,86	-0,29	1,27
66	-0,06	-0,14	0,54	-1,22
67	-0,06	-0,51	-1,17	0,42
68	-0,37	-0,07	0,59	3,59
69	-0,58	-0,51	0,43	0,27
70	2,30	-1,40	1,19	-0,41
71	0,18	-0,44	-0,40	-0,12
72	-0,52	-	0,36	-
73	0,40	-	-	-
74	-1,42	0,07	-0,69	-0,34

ANEXO 2 GRÁFICOS

Gráfico 1

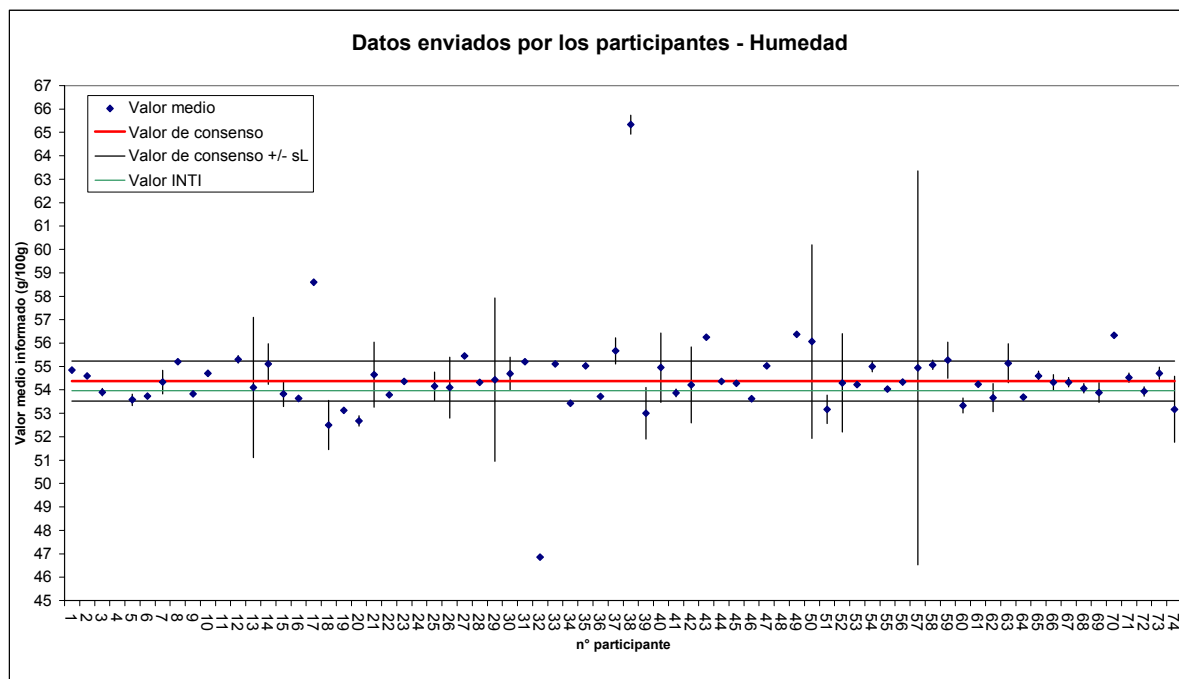
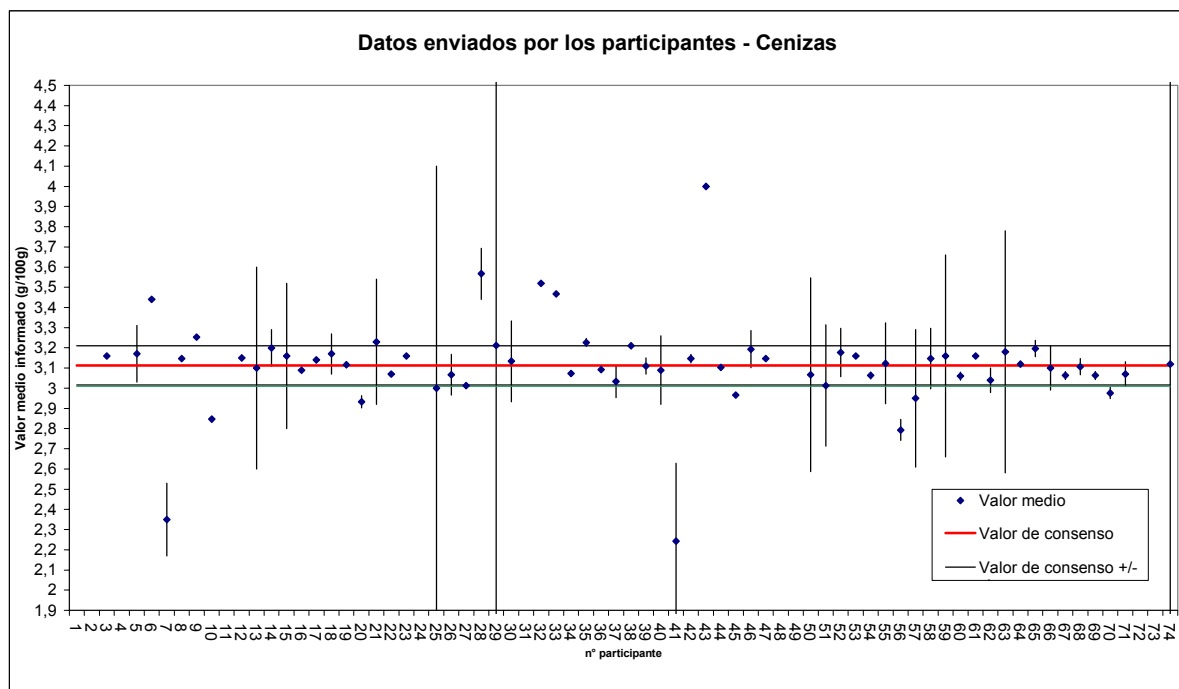


Gráfico 2



Laboratorio fuera del ámbito del gráfico:

n°	V. Informado
31	0,813

Gráfico 3

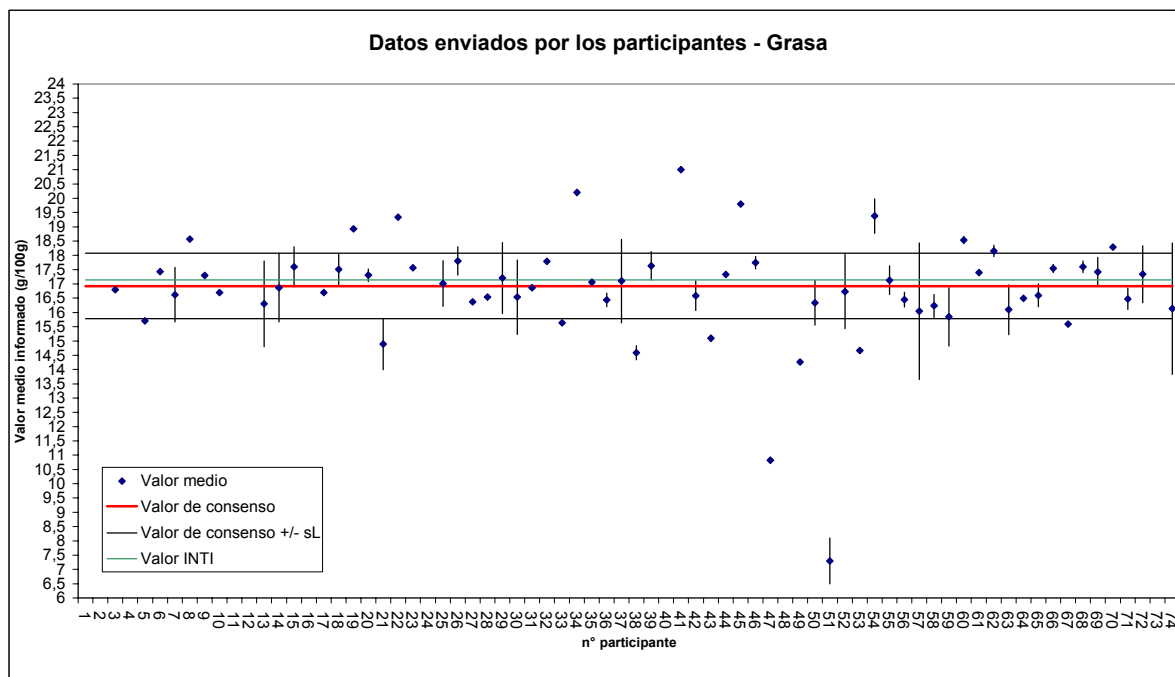
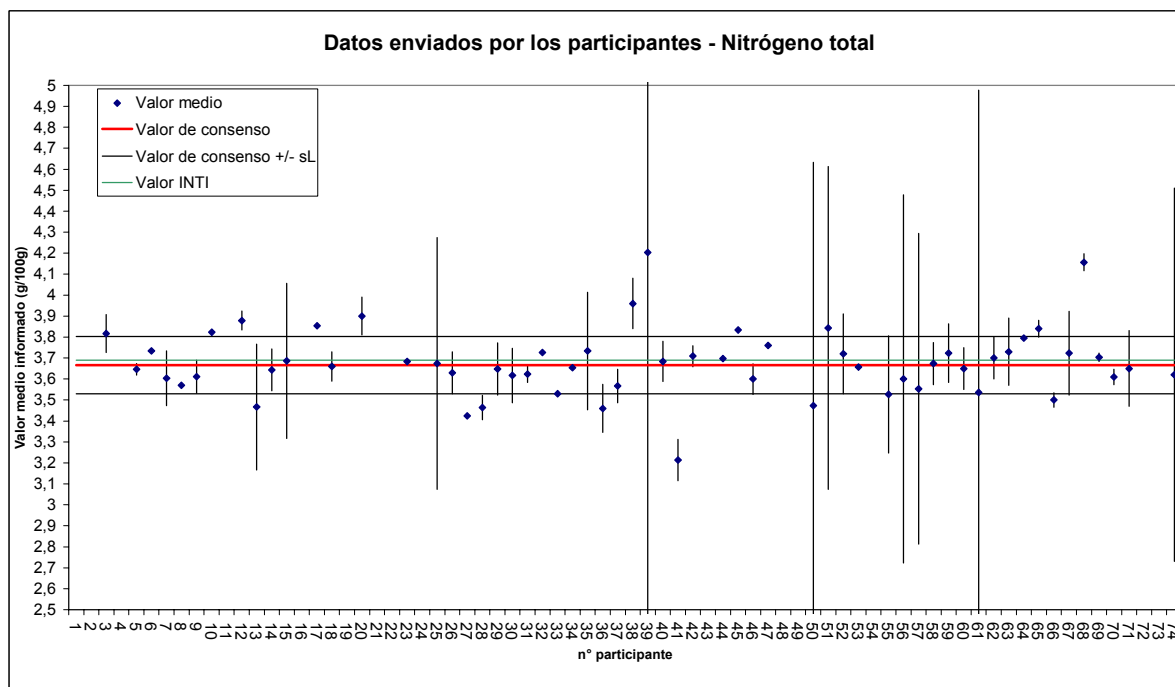


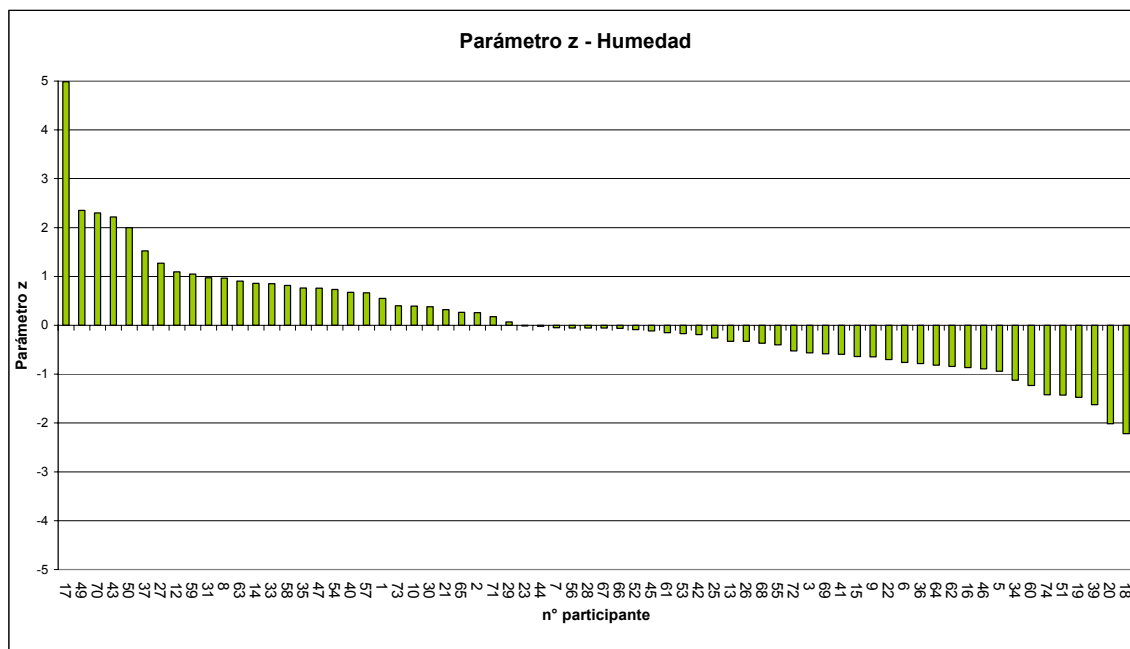
Gráfico 4



Laboratorio fuera del ámbito del gráfico:

n°	% Informado
54	0,843

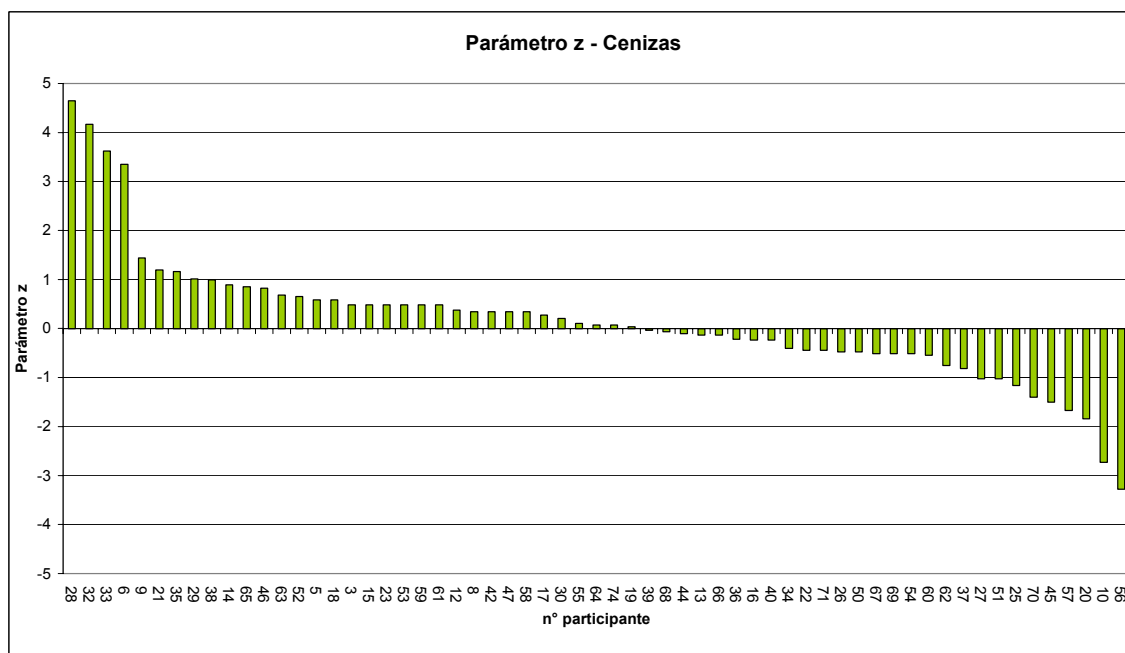
Gráfico 5



Laboratorios fuera del ámbito del gráfico:

n°	z
38	12,9
32	-8,9

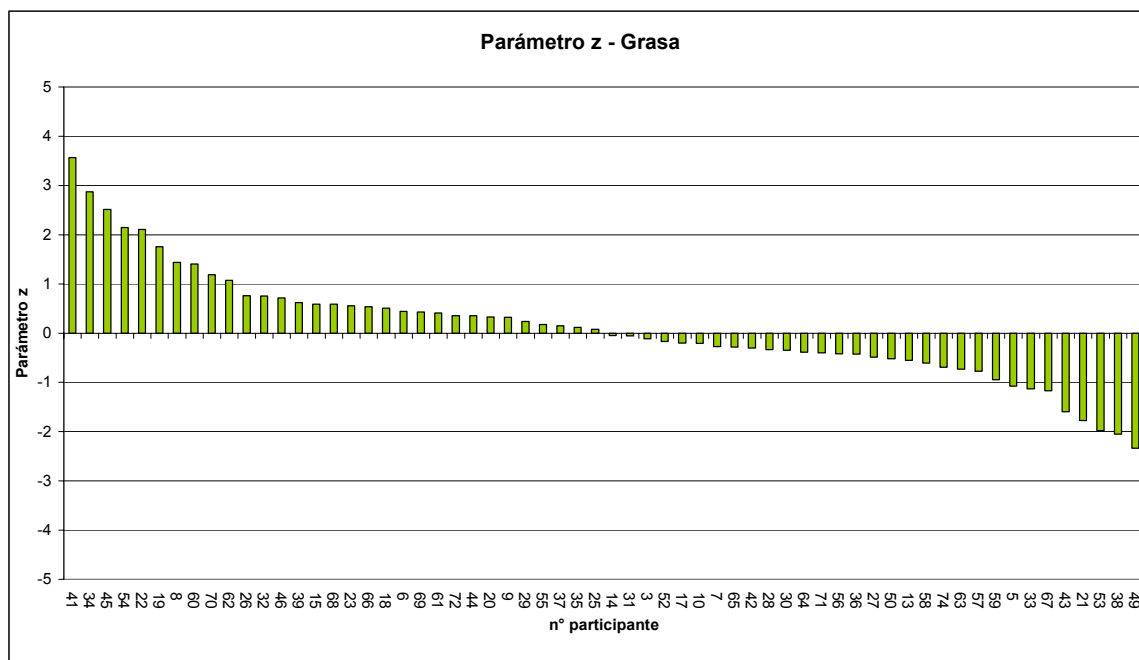
Gráfico 6



Laboratorios fuera del ámbito del gráfico:

n°	z	n°	z
43	9,1	41	-8,9
7	-7,8	31	-23,6

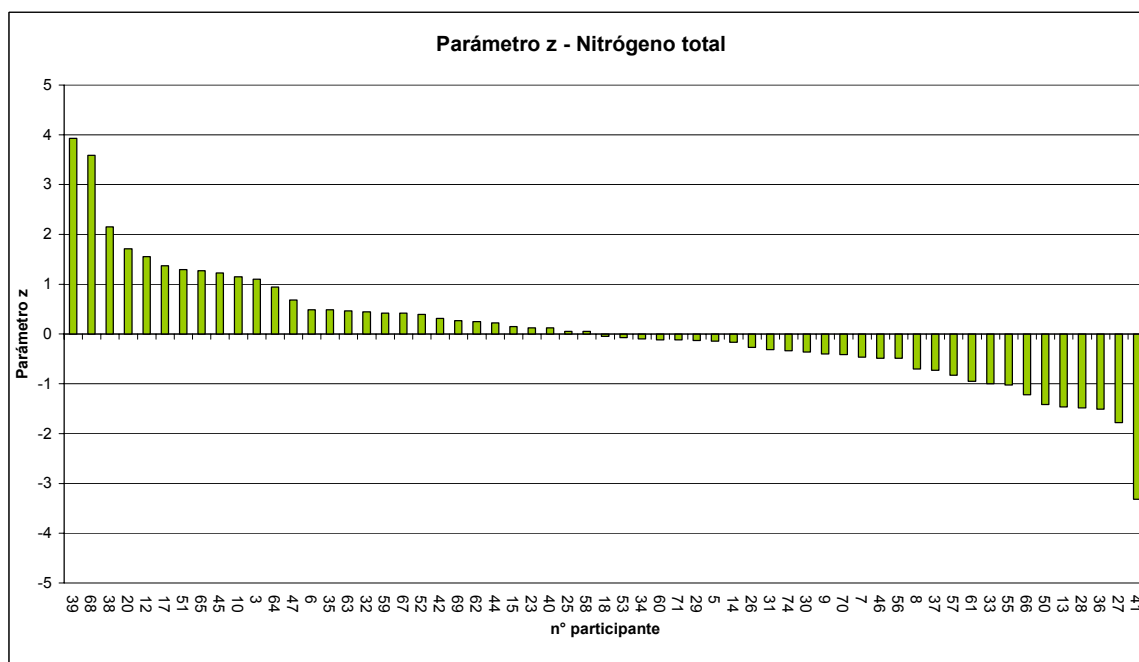
Gráfico 7



Laboratorios fuera del ámbito del gráfico:

n°	z
47	-5,3
51	-8,4

Gráfico 8



Laboratorio fuera del ámbito del gráfico:

n°	z
54	-20,7

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.

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

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

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

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

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. Guide to Proficiency Testing Australia PTA 2006.
8. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Eurachem, Second edition (2000).
9. Guide to the expression of uncertainty in measurement. ISO, Geneva, Switzerland 1993.