

# INSTITUTO BOLIVIANO DE METROLOGÍA



## ENSAYO DE APTITUD

EA-LI-019

*Determinación de Grados Brix*

## INFORME FINAL

DIRECCIÓN DE METROLOGÍA  
INDUSTRIAL Y CIENTÍFICA – DMIC

Año 2015

---

Elaborado por:	Lic. Liliana Flores	Fecha:	2015/07/22
Revisado por:	Lic. Mabel Delgado	Fecha:	2015/07/23

El presente documento ha sido elaborado en la Dirección de Metrología Industrial y Científica del Instituto Boliviano de Metrología.

## INDICE GENERAL

ORGANIZACIÓN.....	3
UNIDAD DE COORDINACIÓN .....	3
INTRODUCCION .....	3
OBJETIVOS.....	3
ÍTEM DE ENSAYO.....	4
ESTUDIOS DE ESTABILIDAD Y HOMOGENEIDAD.....	6
CONFIDENCIALIDAD.....	8
RESULTADOS REPORTADOS POR LOS LABORATORIOS.....	8
RESULTADOS (A1) .....	8
RESULTADOS (A2) .....	10
<b>Tabla 2:</b> Resultados reportados para la Muestra A2 .....	10
RESUMEN DE RESULTADOS .....	12
CONCLUSIONES.....	12
LABORATORIOS PARTICIPANTES.....	12
<b>Tabla 3:</b> Laboratorios participantes.....	13
AGRADECIMIENTOS .....	13
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	13

## ORGANIZACIÓN

Laboratorio de Metrología Química  
Dirección de Metrología Industrial y Científica – DMIC  
Instituto Boliviano de Metrología - IBMETRO  
Av. Camacho, casi esq. Bueno N° 1488  
Tel/Fax (591-2) 2372046 – 2310037 int. 118  
La Paz - Bolivia  
Web: [www.ibmetro.gob.bo](http://www.ibmetro.gob.bo)

## UNIDAD DE COORDINACIÓN

Mabel Delgado [mdelgado@ibmetro.gob.bo](mailto:mdelgado@ibmetro.gob.bo)  
Liliana Flores [mlflores@ibmetro.gob.bo](mailto:mlflores@ibmetro.gob.bo)  
Paola Avendaño [pa.rivera@ibmetro.gob.bo](mailto:pa.rivera@ibmetro.gob.bo)

## INTRODUCCION

Los Ensayos de Aptitud son una herramienta importante para la determinación del desempeño de los laboratorios a través de comparaciones interlaboratoriales, que son indispensables para el aseguramiento de la calidad de los resultados en los ensayos según la NB-ISO-IEC-17025:2005 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración”.

Para que un laboratorio sea considerado competente es necesario que asegure la confidencialidad 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.

El presente Ensayo está dirigido a apoyar a los laboratorios de los ingenios azucareros, a las empresas de bebidas alcohólicas y laboratorios del área en general, para que puedan contar con una herramienta con la cual puedan demostrar y evaluar el estado de las mediciones de sacarosa según sus métodos de rutina.

## OBJETIVOS

- Determinar el desempeño de los laboratorios participantes en la determinación de Grados Brix
- Promover Ensayos de Aptitud como herramienta para el aseguramiento interno de la calidad de los laboratorios.
- Contribuir en la identificación de problemas en los laboratorios, en la implementación, toma y adopción de acciones correctivas.

- Conocer el estado de las mediciones de este parámetro para que en base a los resultados obtenidos programar otros ejercicios.

## ÍTEM DE ENSAYO

El ítem de ensayo ha sido preparado en el:

Instituto Boliviano de Metrología - IBMETRO  
Dirección de Metrología Industrial y Científica  
Av. Camacho casi esq. Bueno No. 1488  
La Paz - Bolivia

El ítem de ensayo consistió en 60 ml de 2 tipos de jugos naturales comerciales, contenidos en frascos PEAD empacadas en bolsas trilaminadas selladas.



Foto: Muestras enviadas a los participantes

## VALORES DE REFERENCIA

Los valores de referencia y sus incertidumbres para los parámetros fueron asignados por consenso entre los laboratorios participantes en el ensayo. Se utilizaron métodos robustos para la determinación del valor de consenso y el estimador de la dispersión.

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

$$MAD = Me | x_i - Me_{x_i} | \quad (1)$$

Donde:

$Me$ =valor de la mediana

$x_i$ =resultados de cada Laboratorio

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

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

$$u_x = \frac{1,25 * \sigma^*}{\sqrt{p}} \quad (2)$$

Siendo

$\sigma^*$  = desviación estandar robusta (MAD) obtenida mediante la ecuación (1)

$p$  = Número de Laboratorios participantes

El valor de referencia para el parametro analizado en el ejercicio fue comparado con los resultados del Laboratorio de Metrologia Química de que tiene un sistema de gestion de calidad implementado para NB ISO 17025:2005.

La comparacion del valor de referencia se realiza de acuerdo al siguiente criterio:

$$x^* - X < 2 * \sqrt{\frac{(1,25 * \sigma^*)^2}{p} + u_x^2} \quad (3)$$

**Siendo:**

$x^*$ : Valor asignado (según estadística robusta)

$X$ : Valor del laboratorio competente

$\sigma^*$ : Dispersión asignada para evaluar el ensayo (según estadística robusta)

$p$ : número de laboratorios

$u_x$ : incertidumbre estandar del valor asignado

Si se cumple la condición (ec. 3), el valor asignado no presenta sesgo. Para el análisis de resultados realizado, todos los valores asignados a cada uno de los parámetros fueron comparables con los reportados por el laboratorio de referencia.

Para evaluar el desempeño de los laboratorios se usó como indicador “Z-Score”, siendo el mismo.

$$Z = \frac{x_i - X}{\sigma} \quad (4)$$

Donde:

$x$  = es el resultado del laboratorio participante

$X$  = Valor Asignado al parámetro

$\sigma$  = estimador de la dispersión del ensayo

El valor de referencia y su incertidumbre fueron determinados en consenso por los laboratorios participantes. El método utilizado para la determinación del valor de referencia se describe en el capítulo 5.6 de la ISO 13528:2005, como el promedio robusto de los resultados reportados por todos los laboratorios participantes utilizando el Algoritmo A.

La incertidumbre estandar que deriva de este promedio se puede estimar mediante la siguiente expresión:

$$u_x = \frac{1,25*s^*}{\sqrt{p}} \quad (5)$$

Siendo

$s^*$  = desviación estandar robusta obtenida mediante el Algoritmo A

$p$  = Número de Laboratorios participantes

## **ESTUDIOS DE ESTABILIDAD Y HOMOGENEIDAD**

Los estudios de homogeneidad y estabilidad fueron realizados en los laboratorios de IBMETRO según la metodología establecida en el ANEXO B de la Norma ISO 13528:2005 "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons".

Para el caso de la homogeneidad los resultados alcanzados en el estudio cumplen el criterio establecido

$$s_s \leq 0,3\hat{\sigma} \quad (6)$$

Siendo

$s_s$  = desviación estandar entre muestras

$\hat{\sigma}$  = estimador de la dispersión de los laboratorios

Considerando entonces homogeneidad adecuada en las muestras usadas en el ensayo.

Para el caso de la estabilidad se realizó un monitoreo de las muestras al inicio, durante el periodo del ensayo y en la fecha de envío de los resultados por parte de los participantes, los resultados obtenidos demuestran estabilidad adecuada de las muestras usadas.

## EVALUACION DEL DESEMPEÑO

El tratamiento de los datos para la evaluación del desempeño estará basado en la Norma ISO 13528:2005, "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.

$$z_i = \frac{y_i - Y_{ref}}{\tilde{\sigma}} \quad (7)$$

**Donde**

$y_{ref}$  = Valor de referencia

$y_i$  = Resultado del laboratorio i

$\tilde{\sigma}$  = Estimador de la dispersión de los laboratorios

Se determinará el valor de z-score para cada laboratorio participante. El desempeño será 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.

$$|z| \leq 2 \quad \text{Satisfactorio}$$

$$2 < |z| < 3 \quad \text{Cuestionable}$$

$$|z| \geq 3 \quad \text{Insatisfactorio}$$

Para cada parámetro ha sido reportado el grado de equivalencia que se calcula según:

$$D = x - X \quad (8)$$

**Donde**

$x$  = Resultado del Laboratorio

$X$  = Valor de referencia

Adicionalmente se tendrá información sobre la precisión y errores sistemáticos de las mediciones mediante evaluación basadas en el Gráfico de Youden.

## CONFIDENCIALIDAD

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

## RESULTADOS REPORTADOS POR LOS LABORATORIOS

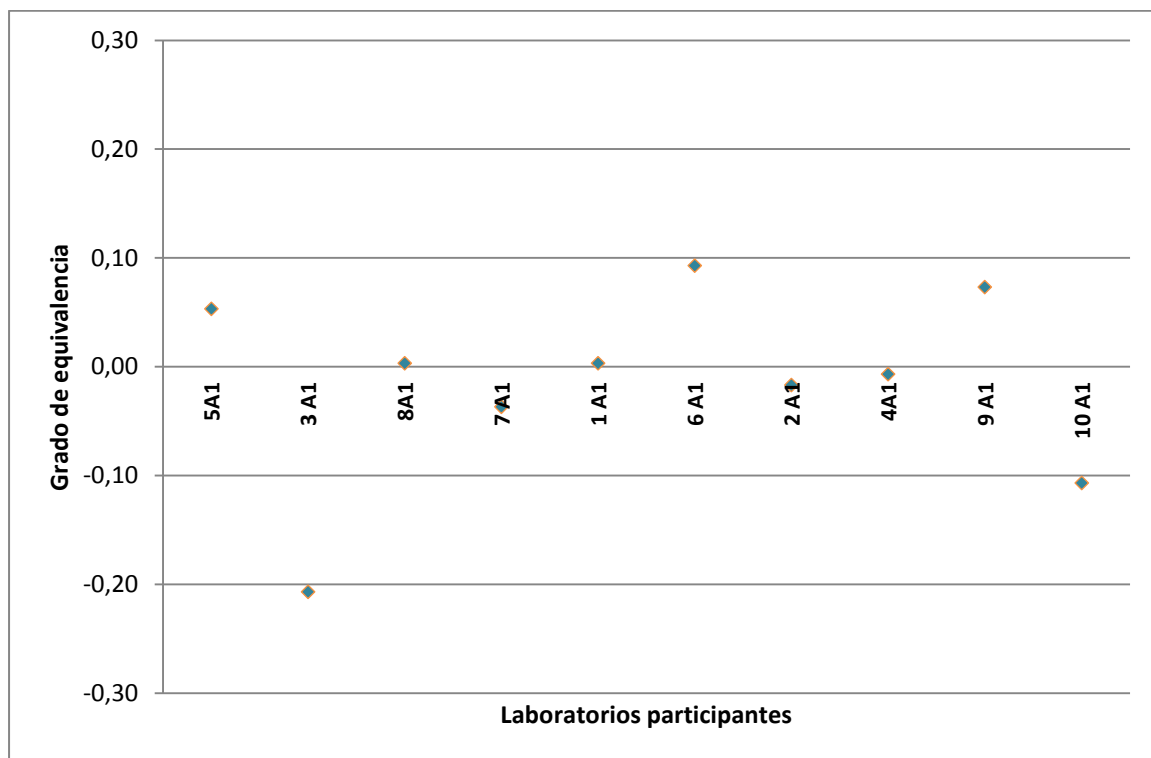
### RESULTADOS (A1)

<b>Parámetro:</b>	<b>°Brix</b>
<b>Valor asignado:</b>	14,50 ± 0,04
<b>Dispersión asignada:</b>	± 0,05

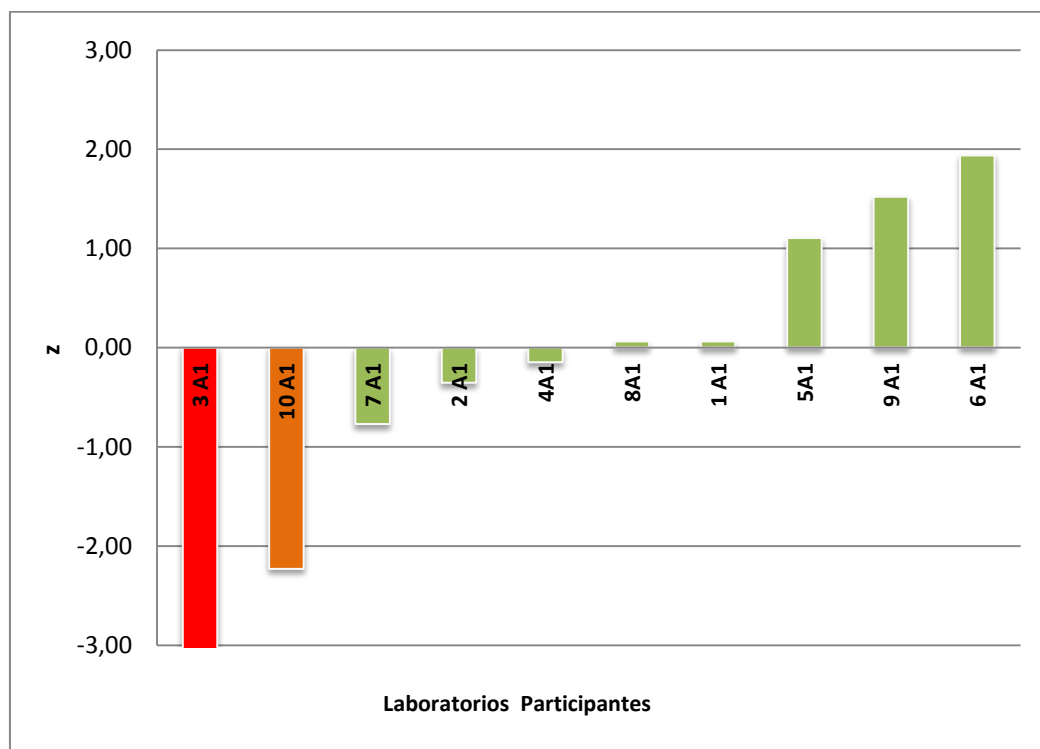
No. Lab	promedio	SD	<i>D</i>	<i>Z</i>	Clasificación
<b>5A1</b>	14,56	0,01	0,05	1,10	Satisfactorio
<b>3 A1</b>	14,30	0,10	-0,21	-4,31	Insatisfactorio
<b>8A1</b>	14,51	0,00	0,00	0,06	Satisfactorio
<b>7 A1</b>	14,47	0,06	-0,04	-0,77	Satisfactorio
<b>1 A1</b>	14,51	0,02	0,00	0,06	Satisfactorio
<b>6 A1</b>	14,60	0,00	0,09	1,94	Satisfactorio
<b>2 A1</b>	14,49	0,01	-0,02	-0,35	Satisfactorio
<b>4A1</b>	14,50	0,01	-0,01	-0,15	Satisfactorio
<b>9 A1</b>	14,58	0,01	0,07	1,52	Satisfactorio
<b>10 A1</b>	14,40	0,00	-0,11	-2,23	Cuestionable

Tabla 1: Resultados reportados para la Muestra A1





**Gráfico 1:** Grado de equivalencia por Laboratorio



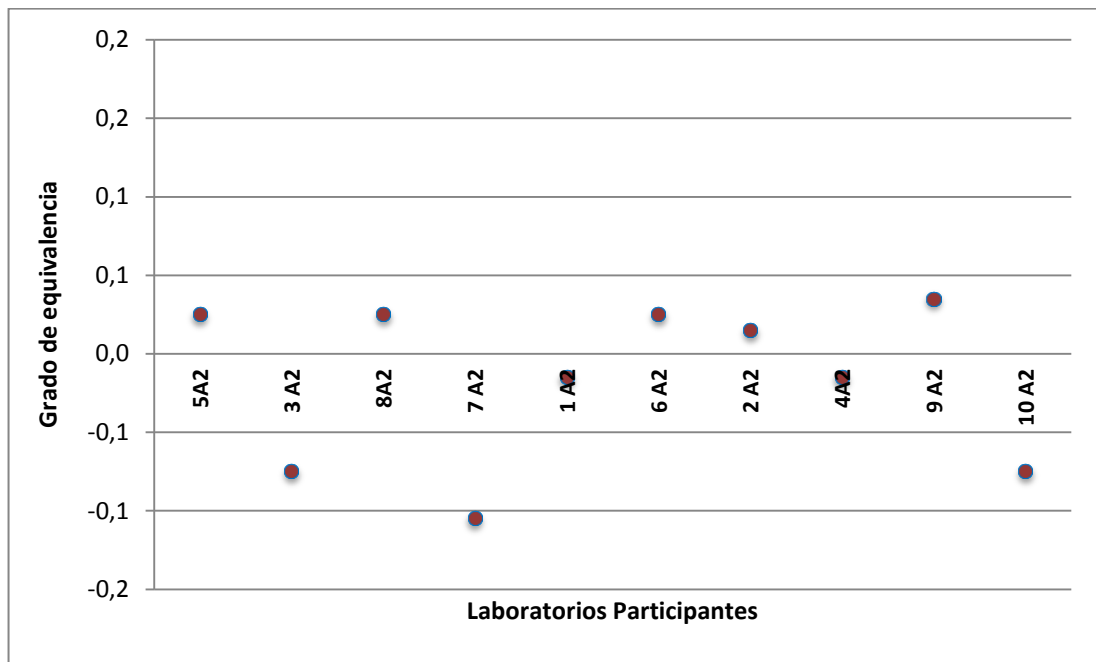
**Gráfico 2:** Indice z por laboratorio

## RESULTADOS (A2)

<b>Parámetro:</b>	<b>°Brix</b>
<b>Valor asignado:</b>	10,97 ± 0,02
<b>Dispersión asignada:</b>	± 0,02

No. Lab	Prom	SD	D	Z	clasificación
5A2	11,00	0,01	0,025	1,00	Satisfactorio
3 A2	10,90	0,00	-0,075	-3,00	Cuestionable
8A2	11,00	0,00	0,025	1,00	Satisfactorio
7 A2	10,87	0,06	-0,105	-4,20	Insatisfactorio
1 A2	10,96	0,05	-0,015	-0,60	Satisfactorio
6 A2	11,00	0,00	0,025	1,00	Satisfactorio
2 A2	10,99	0,01	0,015	0,60	Satisfactorio
4A2	10,96	0,01	-0,015	-0,60	Satisfactorio
9 A2	11,01	0,01	0,035	1,40	Satisfactorio
10 A2	10,90	0,00	-0,075	-3,00	Cuestionable

**Tabla 2:** Resultados reportados para la Muestra A2



**Gráfico 3:** Grado de equivalencia por Laboratorio

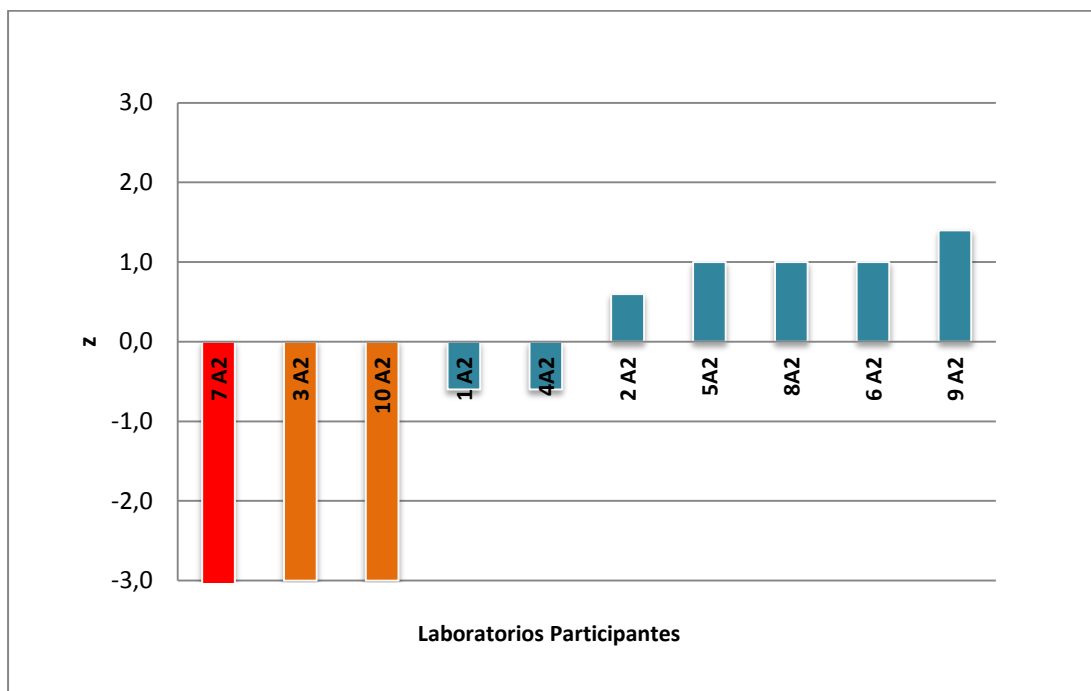


Grafico 4: Indice z por laboratorio

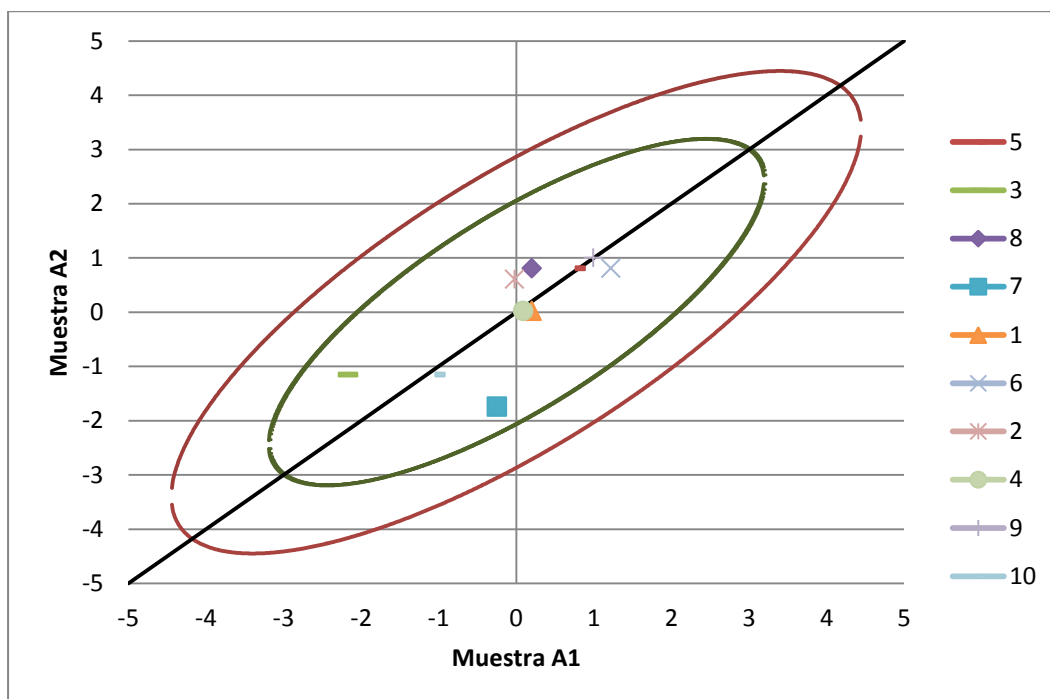


Grafico 5: Gráfico Youden por Laboratorio

## RESUMEN DE RESULTADOS

CARACTERISTICAS	MUESTRA A1	MUESTRA A2
<b>Laboratorios que reportaron resultados</b>	10	10
<b>Resultados Satisfactorios</b>	8	7
<b>Resultados Cuestionables</b>	1	2
<b>Resultados Insatisfactorios</b>	1	1
<b>Valor asignado al MR</b>	14,50 °Brix	10,97 °Brix
<b>Incertidumbre del MR</b>	0,04 °Brix	0,02 °Brix
<b>Dispersión asignada para evaluar el ensayo</b>	0,05 °Brix	0,02 °Brix

## CONCLUSIONES

El valor de referencia fue determinado por consenso mediante estadística robusta establecida en la Norma ISO 13528 "Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud".

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. En general se tuvo un buen desempeño para ambos parámetros, la mayoría de los resultados son menores o iguales a  $|2|$

Todos los Laboratorios reportaron el valor en ambas muestras. En el análisis del Grafico de Youden se observan errores sistemáticos y aleatorios. Se sugiere revisión de los procedimientos y la calibración de instrumentos envueltos en el proceso, con el fin de corregir los errores encontrados.

## LABORATORIOS PARTICIPANTES

Es importante resaltar que la numeración de la tabla N° 3 es solamente un indicativo del número de laboratorios participantes en el presente Ensayo, no está asociada a los códigos de participación de los laboratorios.

Nº	Institución	Departamento
1.	LA CASCADA	EL ALTO
2.	LA CASCADA	LA PAZ
3.	EMBOL	COCHABAMBA
4.	EMBOL	LA PAZ
5.	GRUVAL	COCHABAMBA
6.	IBNORCA	LA PAZ
7.	INGENIO AZUCARERO GUABIRA	SANTA CRUZ
8.	PIL	COCHABAMBA
9.	PIL	SANTA CRUZ
10.	UNAGRO	SANTA CRUZ

**Tabla 3:** Laboratorios participantes

## AGRADECIMIENTOS

- ✓ Un agradecimiento especial a todos los laboratorios participantes, por el cumplimiento de los plazos del cronograma y por el interés mostrado durante esta actividad.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

NB/ISO/IEC 17043:2010 Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud.

ISO 13528:2005 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

NTC 5755: 2010 Métodos estadísticos para utilizar en ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorios

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