

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN ANTONIO ABAD DEL CUSCO

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA PROFESIONAL DE BIOLOGÍA



**Estimación de la incertidumbre en la determinación de humedad, ceniza,
grasa y proteína en mezcla de harinas (alimento de reconstitución
instantánea)**

Tesis para optar el Título Profesional de Biólogo

Presentada por:

Bach. Katia Quispe Rondan

Asesora:

Mgt. Elsa Gladys Aguilar Ancori.

Co-asesora

Dra. Rosa Luz Pacheco Venero

CUSCO – PERÚ

2019

CONTENIDO

RESUMEN.....	I
INTRODUCCION.....	II
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	IV
OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN.....	V
JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN	VI
CAPITULO I	1
REVISIÓN BIBLIOGRAFICA	1
1.1 ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN	1
1.2 ALIMENTO DE RECONSTITUCIÓN INSTANTÁNEA	4
1.2.2 COMPOSICIÓN NUTRICIONAL DEL ALIMENTO DE RECONSTITUCIÓN INSTANTÁNEA	5
1.3 DESCRIPCION DE ENSAYOS: HUMEDAD, CENIZA, GRASA Y PROTEINA	6
1.3.1 HUMEDAD	6
1.3.2 CENIZAS.....	8
1.3.3 GRASA	9
1.3.4 PROTEÍNA	12
1.4 INCERTIDUMBRE.....	14
1.4.1 DEFINICIONES.....	14
1.4.2 PRINCIPALES COMPONENTES PARA DETERMINAR LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE	17
CAPITULO II.....	24
MATERIALES Y METODOLOGIA	24
2.1 LUGAR DE TRABAJO.....	24
2.2 MATERIALES	24
2.2.1 MATERIAL BIOLÓGICO.....	24

2.2.2 MATERIALES DE LABORATORIO	24
2.2.3 MATERIALES DE GABINETE	25
2.3 METODOLOGÍA	26
2.3.1 TIPO DE INVESTIGACIÓN	26
2.3.2 UNIDAD DE ANALISIS	26
2.3.3 POBLACIÓN DE ESTUDIO	26
2.3.4 SELECCIÓN DE MUESTRA.....	26
2.3.5 PROCESAMIENTO DE LA MUESTRA.....	27
2.3.6 METODOLOGIA DEL PROCESO DE LA ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE.....	29
CAPITULO III	42
RESULTADOS Y DISCUSIONES	42
3.1 RESULTADOS EN ENSAYO DE HUMEDAD	42
3.1.1 RESULTADOS DE PRUEBA DE NORMALIDAD EN ENSAYO DE HUMEDAD	43
3.1.2 RESULTADOS DE DETECCIÓN DE PUNTOS ATÍPICOS EN ENSAYO DE HUMEDAD	44
3.1.3 RESULTADOS DEL MESURANDO EN ENSAYO DE HUMEDAD	45
3.1.4 RESULTADOS DE LA FUENTE DE INCERTIDUMBRE EN ENSAYO HUMEDAD	45
3.1.5 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR Y RELATIVA EN EL ENSAYO DE HUMEDAD.....	48
3.1.6 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA COMBINADA E INCERTIDUMBRE EXPANDIDA EN ENSAYO DE HUMEDAD	53
3.1.7 CONTRIBUCIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE QUE PARTICIPAN EN EL ENSAYO DE HUMEDAD	55

3.2 RESULTADOS EN ENSAYO DE CENIZA	57
3.2.1 RESULTADOS DE PRUEBA DE NORMALIDAD EN ENSAYO DE CENIZA	58
3.2.2 RESULTADOS EN DETECCIÓN DE PUNTOS ATÍPICOS EN ENSAYO DE CENIZA	58
3.2.3 RESULTADOS DEL MESURANDO Y MODELO MATEMATICO EN ENSAYO DE CENIZA	60
3.2.4 RESULTADOS DE FUENTE DE INCERTIDUMBRE EN ENSAYO DE CENIZA	60
3.2.5 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR Y RELATIVA EN ENSAYO DE CENIZA	63
3.2.6 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA COMBINADA E INCERTIDUMBRE EXPANDIDA EN ENSAYO DE CENIZA	68
3.2.7 CONTRIBUCIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE QUE PARTICIPAN EN EL ENSAYO DE CENIZA.....	69
3.3 RESULTADOS DEL ENSAYO DE GRASA	70
3.3.1 RESULTADOS DE PRUEBA DE NORMALIDAD EN ENSAYO DE GRASA	72
3.3.2 RESULTADOS DE DETECCIÓN DE PUNTOS ATÍPICOS EN ENSAYO DE GRASA.....	72
3.3.3 RESULTADOS DEL MESURANDO Y MODELO MATEMATICO EN ENSAYO DE GRASA.....	74
3.3.4 RESULTADOS DE LA FUENTE DE INCERTIDUMBRE EN ENSAYO DE GRASA.....	74
3.3.5 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR Y RELATIVA EN ENSAYO DE GRASA.....	77

3.3.6 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA COMBINADA E INCERTIDUMBRE EXPANDIDA EN ENSAYO DE GRASA	83
3.3.7 CONTRIBUCIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE QUE PARTICIPAN EN EL ENSAYO DE GRASA	84
3.4 RESULTADOS EN ENSAYO DE PROTEINA	86
3.4.1 RESULTADOS DE PRUEBA DE NORMALIDAD EN ENSAYO DE PROTEINA	87
3.4.2 RESULTADOS DE DETECCIÓN DE PUNTOS ATÍPICOS EN ENSAYO DE PROTEINA	88
3.4.3 RESULTADOS DEL MESURANDO Y MODELO MATEMATICO EN ENSAYO DE PROTEINA.....	89
3.4.4 RESULTADOS DE FUENTE DE INCERTIDUMBRE EN ENSAYO DE PROTEINA	89
3.4.5 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR E INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA EN ENSAYO DE PROTEINA	93
3.4.6 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA COMBINADA E INCERTIDUMBRE EXPANDIDA EN ENSAYO DE PROTEINA	105
3.4.7 CONTRIBUCIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE QUE PARTICIPAN EN EL ENSAYO DE PROTEINA	107
CONCLUSIONES	109
RECOMENDACIONES.....	110
BIBLIOGRAFIA	111
ANEXOS 1.....	115
ANEXOS 2.....	116

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Prueba de normalidad para ensayo de humedad de alimento de reconstitución instantánea.....	43
Figura 2. Diagrama de causa y efecto para ensayo humedad por modelo matemático ...	45
Figura 3. Diagrama de causa y efecto para ensayo humedad por fuente de variación	46
Figura 4. Diagrama de causa y efecto para ensayo humedad por proceso de diagrama de flujograma.....	47
Figura 5. Contribución de las fuentes de la incertidumbre en el ensayo de humedad	55
Figura 6. Prueba de normalidad para ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea.....	58
Figura 7. Diagrama de causa y efecto para ensayo de ceniza por modelo matemático....	60
Figura 8. Diagrama de causa y efecto para ensayo de ceniza por fuente de variación	61
Figura 9. Diagrama de causa y efecto para ensayo de ceniza por proceso de diagrama de flujograma.....	62
Figura 10. Contribución de las fuentes de la incertidumbre en el ensayo de ceniza	70
Figura 11. Prueba de normalidad para ensayo de grasa de alimento de reconstitución instantánea.....	72
Figura 12. Diagrama de causa y efecto para ensayo de grasa por modelo matemático ...	74
Figura 13. Diagrama de causa y efecto para ensayo de grasa por fuente de variación	75
Figura 14. Diagrama de causa y efecto para ensayo de grasa por proceso de diagrama de flujograma.....	76
Figura 15. Contribución de los componentes de la incertidumbre en el ensayo de grasa en alimento de reconstitución instantánea.....	85
Figura 16. Prueba de normalidad para ensayo de proteína en alimento de reconstitución instantánea.....	87

Figura 17. Diagrama de causa y efecto para ensayo de proteína por modelo matemático	89
Figura 18. Diagrama de causa y efecto para ensayo de proteína por fuente de variación	90
Figura 19. Diagrama de causa y efecto para ensayo de proteína por proceso de diagrama de flujograma	92
Figura 20. Contribución de los componentes de la incertidumbre en el ensayo de proteína	108

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Resultados del ensayo de humedad en alimento de reconstitución instantánea	42
Tabla 2 Detección de puntos atípicos del ensayo de humedad de alimento de reconstitución instantánea	44
Tabla 3 Estimación de las incertidumbres estándar y relativa en ensayo de humedad en alimento de reconstitución instantánea	48
Tabla 4 Estimación de incertidumbre relativa combinada y expandida del ensayo de humedad en alimento de reconstitución instantánea	54
Tabla 5 Contribución de la incertidumbre estimada en ensayo de humedad en alimento de reconstitución instantánea	55
Tabla 6 Resultados del ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea	57
Tabla 7 Detección de puntos atípicos en ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea	59
Tabla 8 Estimación de incertidumbre estándar y relativa en ensayo de ceniza de alimento de reconstitución instantánea	63
Tabla 9 Resultados de la estimación de incertidumbre estándar relativa combinada y expandida en ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea	68
Tabla 10 Contribución de la incertidumbre estimada en el ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea	69

Tabla 11 Resultados del ensayo de grasa de alimento de reconstitución instantánea	71
Tabla 12 Detección de puntos atípicos en ensayo de grasa de alimento de reconstitución instantánea	73
Tabla 13 Estimación de incertidumbre estándar y relativa en grasa de alimento de reconstitución instantánea	78
Tabla 14 Estimación de incertidumbre expandida en ensayo de grasa en alimento de reconstitución instantánea	83
Tabla 15 Contribución de la incertidumbre estimada en el ensayo de grasa en alimento de reconstitución instantánea	84
Tabla 16 Resultados del ensayo de proteína de alimento de reconstitución instantánea	86
Tabla 17 Detección de puntos atípicos del ensayo de proteína en alimento de reconstitución instantánea	88
Tabla 18 Estimación de incertidumbre estándar y relativa en proteína alimento de reconstitución instantánea	94
Tabla 19 Estimación de incertidumbre expandida en ensayo de proteína en alimento de reconstitución instantánea	106
Tabla 20 Contribución de la incertidumbre en el ensayo de proteína en alimento de reconstitución instantánea	107

LISTA DE FLUJOGRAMAS

Flujograma 1. Proceso de estimación de la incertidumbre	30
---	----

DEDICATORIA

- ❖ *A Dios por guiar cada paso que doy, por fortalecer mi corazón e iluminar mi mente.*

- ❖ *A mis padres Irene y Manuel, por darme la vida, creer en mí, por transmitirme su conocimiento y a mi hermano por estar presente en los momentos difíciles.*

- ❖ *A todas aquellas personas que hacen ciencia para ayudar a los demás.*

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco, por ser alma mater de nuestro desarrollo académico, a la escuela de Ciencias Biológicas y a sus docentes por su enseñanza de calidad con respeto, gratitud y consideración.

Al laboratorio Louis Pasteur, por haberme dado todas las facilidades para realizar el trabajo de investigación.

A la Mgt. Elsa Gladys Aguilar Ancori y a la Dra. Rosa Luz Pacheco Venero por su amistad, orientación, enseñanza, paciencia y apoyo brindado en el asesoramiento del presente trabajo de tesis.

Y a todas aquellas personas que de una u otra forma, colaboraron y participaron en la realización de esta investigación, hago extensivo mi más sincero agradecimiento.

RESUMEN

La Norma Técnica Peruana - ISO/IEC 17025; 2006 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”. exige la estimación de la incertidumbre, en las mediciones, con la finalidad de asegurar la exactitud del resultado, la fiabilidad del procedimiento de ensayo y adaptar medidas correctivas con más eficacia.

El trabajo de investigación realizado en los meses de enero a marzo del año 2016, se planteó como objetivo, estimar la incertidumbre a partir de datos obtenidos en la determinación de humedad, ceniza, grasa y proteína en mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea) habiendo utilizado como métodos de ensayo la NTP 209.264, NTP 209.265, NTP 209.263, NTP 209.262 respectivamente. Para la estimación de incertidumbre se realizó la identificación del mesurando y las fuentes de incertidumbre seguidas por la estimación de la incertidumbre estándar, incertidumbre relativa y la estimación de la incertidumbre expandida con un nivel de confianza del 95%. Los resultados fueron para **humedad** $4,52\% \pm 0,03\%$ se identificó la incertidumbre de diferencia de pesos (fuente 1 – fuente 3) que aporta un 52% a la estimación de incertidumbre. Para **ceniza** se obtuvo $2,10\% \pm 0,03\%$, se identificó la incertidumbre de diferencia de pesos (fuente 3 – fuente 1) que aporta un 60% a la estimación de incertidumbre. Para **grasa** fue de $6,54\% \pm 0,04\%$, se identificó la incertidumbre de diferencia de pesos (fuente 1 – fuente 2) que aporta un 47% a la estimación de incertidumbre y para el ensayo de **proteína** se obtuvo $14,14\% \pm 0,86\%$, se identificó la normalidad de la solución estandarizada siendo la fuente que aporta un 84% a la estimación de la incertidumbre.

INTRODUCCION

Los análisis en alimentos juegan un papel importante en el aseguramiento de calidad, en la determinación del valor nutricional asimismo el de ser útil para detectar presencia de aditivos, adulteraciones y como control en el cumplimiento de los parámetros establecidos por organismos de la salud.

El propósito principal de un análisis proximal es determinar el contenido de humedad, ceniza, grasa y proteína. Para conservar los alimentos es necesario conocer la cantidad de humedad y así poder determinar su influencia en el crecimiento microbiano y en las distintas reacciones físicas, químicas y enzimáticas negativas, el enemigo a vencer son los diversos microorganismos, hongos, levaduras y bacterias, los cuales son controlados si se les restringe el agua disponible (actividad del agua) para evitar su crecimiento (Badui, 2006). El contenido de cenizas en los alimentos es un indicador del contenido total de minerales, materia orgánica y micro elementos que cumplen funciones metabólicas importantes en el organismo además de permitir detectar posibles contaminaciones metálicas durante la producción o en el almacenamiento (Zumbado, 2002). Las grasas son los principales lípidos que se encuentran en los alimentos contribuyen a la calidad de los productos, en la nutrición como fuente energética y en lo biológico como fuente de vitaminas (Badui, 2006). “Akre (1989) menciona que los requerimientos de proteína son aproximadamente tres veces más altos (por kilogramo de peso corporal) durante los primeros meses de vida que durante la edad adulta, los requerimientos de aminoácidos esenciales son elevados y, por lo tanto, son difíciles de satisfacer con proteínas de baja calidad” (Egli, 2010, p.52).

Los métodos para la determinación del contenido de humedad, cenizas, grasa en alimentos son de tipo gravimétrico y la proteína es de tipo volumétrico. Por esta razón, los resultados analíticos requieren conocerse con certeza. Los resultados se consideran completos cuando únicamente van acompañado de un parámetro de evaluación como la incertidumbre, que defina la calidad del resultado obtenido (Vano, Jiménez y Núñez, 2009)

“La incertidumbre es el parámetro asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían atribuirse razonablemente al mesurando” (JCGM 100, 2008, p.4) la incertidumbre de medida aumenta la exactitud del resultado y la fiabilidad del

procedimiento de ensayo, de esta forma pueden adaptarse medidas correctivas con más eficacia (EURACHEM/CITAC, 2012).

En la actualidad los laboratorios a través de la estimación de la incertidumbre de medida, pueden demostrar que sus métodos analíticos proporcionan resultados confiables y adecuados ya que muchas de las decisiones, que se toman están basadas en la información que estos resultados proporcionan, así también, la incertidumbre nos permite hacer una comparación entre dos o más laboratorios de ensayos, aún y cuando utilicen metodologías analíticas diferentes para realizar un determinado análisis. Por tanto, la incertidumbre nos da una idea de la calidad del resultado ya que nos muestra un intervalo alrededor del valor (Maroto, Boqué, Riu y Rius, 2000).

En el presente trabajo, se desarrolló la estimación de la incertidumbre en la determinación de humedad, ceniza, grasa y proteína en mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea). Para lo cual se realizó la identificación y cuantificación de las fuentes de incertidumbre, asociadas al proceso de medición así mismo, se calculó la incertidumbre estándar, incertidumbre relativa e incertidumbre expandida con un nivel de confianza del 95%, con la finalidad de conocer las fuentes más significativas de la incertidumbre para cada uno de los métodos de análisis de alimentos.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Situación de la problemática

En la actualidad los países desarrollados vienen adoptando las Guías Internacionales de Normalizaciones (ISO), en áreas especializadas, institutos nacionales de medición y en el caso específico de laboratorios de ensayos acreditados como parte del sistema de calidad.

En el Perú están acreditados 91 laboratorios (INACAL, 2019) de ensayos bajo el cumplimiento de la Norma NTP-ISO/IEC 17025; 2006 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”. De acuerdo a esta norma la incertidumbre es uno de los requisitos de cumplimiento obligatorio. Una de las problemáticas para los laboratorios de ensayos es aplicar los controles apropiados a las mediciones características del producto a ensayar por medio de la estimación de incertidumbre de la medida.

En el Cusco, se identificaron 2 laboratorios acreditados en uno de ellos se realizan análisis de alimentos de tipo proximal (humedad, ceniza, grasa y proteína), donde se garantiza la confiabilidad del resultado; por ello es necesario determinar la incertidumbre como parte de las mediciones de calidad.

Formulación del problema objeto de investigación

Ante la problemática se formula la siguiente interrogante:

¿Es posible estimar la incertidumbre en la determinación de humedad, ceniza, grasa y proteína en un alimento de reconstitución instantánea?

OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

Objetivo general

Estimar la incertidumbre en la determinación de humedad, ceniza, grasa y proteína en mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea)

Objetivos específicos

1. Realizar los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína en mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea).
2. Identificar las fuentes asociadas a la incertidumbre de medición en los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína.
3. Estimar la incertidumbre estándar e incertidumbre relativa
4. Estimar la incertidumbre estándar relativa combinada (incertidumbre del método, incertidumbre del sesgo e incertidumbre del analista).

JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN

La Norma NTP-ISO/IEC 17025; 2006 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” considera la estimación de la incertidumbre de la medición en la expresión de los resultados analíticos.

Los laboratorios de ensayos: microbiológicos, físicos, químicos y calibración deben considerar el cálculo de incertidumbre para dar resultados confiables, para la toma de decisiones.

En el presente trabajo de investigación, se presentó los procedimientos detallados para la estimación de incertidumbre en ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína en mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea); además se identificaron las fuentes que contribuyeron en la estimación de incertidumbre.

CAPITULO I

REVISIÓN BIBLIOGRAFICA

1.1 ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN

- ❖ **Giraldo, Ramírez y Sanabria (2017):** En su trabajo de investigación “Estimación de la incertidumbre en la estandarización de una solución de ácido sulfúrico” realizado en la Universidad Nacional de Colombia, sede Manizales , Facultad de Ciencias Exactas y Naturales; realizaron la estimación de la incertidumbre de medición en la concentración de una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) estandarizada con un patrón primario de carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3), emplearon la metodología descrita en EURACHEM/CITAC incluyeron las etapas de identificación de las fuentes de incertidumbre, evaluación de la incertidumbre estándar y cálculo de la incertidumbre estándar combinada e incertidumbre expandida. Las fuentes que presentaron mayor contribución a la incertidumbre fueron la reproducibilidad y la repetibilidad provenientes de la medición del volumen de H_2SO_4 gastado en la valoración del Na_2CO_3 . Esta investigación presento una concentración de H_2SO_4 de 0,0127 mol/L con una estimación de incertidumbre de 0,0015 mol/L.

- ❖ **Salazar (2016) :** En su trabajo de investigación “Implementación del método Kjeldahl para la determinación de proteína para diferentes matrices en el laboratorio Ecuachemlab” realizado en la Universidad Técnica de Ambato, Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos - Ecuador, realizaron la determinación de nitrógeno y proteína a partir de muestras alimenticias (cereales, lácteos y cárnicos) utilizaron el Método Oficial de la AOAC 2001.11 el cuál arrojó variaciones tanto en repetibilidad como reproducibilidad. Realizaron la estimación de la incertidumbre, emplea la metodología descrita en EURACHEM/CITAC, incluyeron las etapas de identificación de las fuentes de incertidumbre, evaluación de la incertidumbre estándar y cálculo de la incertidumbre estándar combinada e incertidumbre expandida. La fuente que aporta mayor contribución de incertidumbre es la reproducibilidad (evaluación tipo A) debido al cambio de analistas, para los productos analizados los resultados se obtuvieron en los rangos siguientes en cereales y derivados $(7-34) \pm 0,16$

g/100g, lácteos y derivados (0,3–23) \pm 0,50 g/100g y cárnicos y derivados (9-23) \pm 0,27g/100g.

- ❖ **Jácome (2016)** : En su trabajo de investigación “Validación del método gravimétrico para determinación de grasa en el laboratorio Ecuachemlab” realizado en la Universidad Técnica de Ambato, Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos – Ecuador, realizaron la validación del método de obtención de grasa cruda a partir de muestras alimenticias en cereales, lácteos y cárnicos, utilizó el Método Oficial de la AOAC 2003.06 el cuál arrojó variaciones tanto en repetibilidad como reproducibilidad, realizó la estimación de la incertidumbre aplicando la metodología descrita en la guía para la expresión de la incertidumbre de medida - evaluación de datos de medición (JCGM:GUM, 2008) incluyo las etapas de identificación de las fuentes de incertidumbre, evaluación de la incertidumbre estándar y cálculo de la incertidumbre estándar combinada e incertidumbre expandida. La fuente que aporta mayor contribución de incertidumbre es la reproducibilidad (evaluación tipo A) debido al cambio de analistas, para los productos analizados los resultados promedios obtenidos fueron en cereales y derivados $1,96 \pm 0,16$ g/100g, lácteos y derivados $30,42 \pm 0,50$ g/100g y cárnicos y derivados $19,04 \pm 0,27$ g/100g.

- ❖ **Martines y Lira (2014)** : En su trabajo de investigación “Establecimiento del patrón de medición para contenido de humedad en sólidos” en cereales como: arroz, frijol y maíz realizado en el centro nacional de metrología (CENAM) México; describieron el proceso para el establecimiento del patrón de humedad en sólidos, el procedimiento medición , el intervalo de operación y la estimación de la incertidumbre en cereales aplicaron la metodología descrita en la guía para la expresión de la incertidumbre de medida - evaluación de datos de medición (GUM) (2008). Para la estimación de incertidumbre se determinaron 5 repeticiones, se identificaron como fuentes de incertidumbre: la masa de la muestra, masa del recipiente, masa del recipiente con la muestra seca. La fuente que apporto mayor contribución de incertidumbre es el peso de la muestra seca, este trabajo presenta un resultado en un intervalo del 7% a 20% con una incertidumbre menor a 0,4%.

- ❖ **Vano, Jiménez y Núñez (2011):** En su trabajo de investigación “Estimación de la incertidumbre de la medición para la determinación de proteínas en alimentos por el método de Kjeldahl” realizado en la Universidad de Carabobo, Venezuela; realizaron la estimación de la incertidumbre de la medición para la determinación de proteínas en alimento de harina de maíz pre cocida empleando el método Kjeldahl, aplican la metodología descrita en EURACHEM/CITAC. Los resultados obtenidos muestran que la etapa de cuantificación constituye una de las más importantes del método, ya que las fuentes que tienen mayor contribución a la incertidumbre estándar combinada son el volumen (calibración del material volumétrico) y la concentración de ácido titulante (volumen de ácido consumido, pureza del patrón primario y masa del patrón primario) correspondiente a la etapa del método. Este trabajo presento un resultado de 7,68 % en harina de maíz pre cocida con una estimación de incertidumbre de 2,5%.

- ❖ **Guzmán, Molina y Martínez (2010):** En su trabajo de investigación “Evaluación de la incertidumbre en los resultados de la prueba de ensayo para determinar el contenido de proteína por el método kjeldahl” realizado en la Universidad Autónoma de Nueva León, México; estimaron la incertidumbre de las mediciones, en el ensayo de proteína por el método Kjeldahl en alimentos con una matriz sólida de acuerdo a la NMX-F-680-NORMEX-2002. Tomando como referencia la NMX-EC-17025-INMC-2006 y la EURACHEM/CITAC. En este trabajo presentaron resultados de porcentaje de proteína en 2 tipos de matrices: carne fresca con resultados entre 11,37 y 17,45%, encontraron una estimación de incertidumbre de 0,62% y resultados de carne procesada entre 8,47 y 10,81% encontrando una estimación de incertidumbre de 0,75%.

- ❖ **Guzmán, Molina y Martínez (2009):** En su trabajo de investigación “Evaluación de la incertidumbre en los resultados de la prueba de ensayo para determinar el contenido de grasas por el método soxhlet” realizado en la Universidad Autónoma de Nueva León, México; estimaron la incertidumbre durante la determinación del ensayo de grasas en el extracto etéreo por el método soxhlet en alimentos con una matriz sólida de acuerdo a la NOM-086-SSA1-1994. Tomaron como referencia la NMXEC-17025-INMC-2006 y la EURACHEM/CITAC. En este trabajo se presentaron resultados de porcentaje de grasa en 2

tipos de matrices: carne fresca con resultados entre 18 y 28% de grasa encontrando una estimación de incertidumbre de 0,1169%, en carne procesada con resultados entre 8,7 y 14,8% de grasa encontrando una estimación de incertidumbre de 0,1122%.

- ❖ **Vano et al. (2009):** En su trabajo de investigación “Evaluación de la incertidumbre en la determinación gravimétrica de humedad, cenizas, grasa y fibra cruda” realizado en la Universidad de Carabobo, Venezuela; estimaron la incertidumbre de la medición en la determinación de humedad, cenizas, grasa y fibra cruda, aplicando la ley de Propagación de incertidumbres descrita en la guía para la expresión de la incertidumbre de medida - evaluación de datos de medición (GUM). Para la estimación en la determinación de humedad, ceniza y grasa se realizaron 15 repeticiones. Los resultados obtenidos indicaron que la fuente de mayor contribución en la determinación de humedad y grasa es la repetibilidad del método de ensayo (analista), mientras que la fuente de incertidumbre más significativa en las determinaciones de cenizas y fibra cruda corresponde a la función calibración de la balanza (método). En este trabajo se presentaron resultados de humedad 11,84%, ceniza 0,61% en harina maíz pre-cocida y grasa 2,65%, fibra 0,13% en harina de pescado encontrando una estimación de incertidumbre de humedad 0,06%, ceniza 0,02%, grasa 0,09 % y fibra cruda 0,04 %.

1.2 ALIMENTO DE RECONSTITUCIÓN INSTANTÁNEA

Los beneficiarios de este tipo de alimento son los programas de vaso de leche: niños de 0 a 6 años, madres gestantes y en periodo de lactancia priorizando entre ellos la atención a quienes presenten un estado de desnutrición (LEY N°27470, 2001).

De acuerdo a la norma técnica peruana “Alimentos cocidos de reconstitución instantánea. Determinación de cenizas. Método gravimétrico” se define como:

Producto cocido en polvo de reconstitución instantánea para consumo humano directo, de fácil digestión cuya composición debe tener una mezcla de cualquiera de los siguientes alimentos: cereales, granos andinos, leguminosas y tubérculos como frutas, leche y derivados lácteos u otra proteína de origen animal entre otros, enriquecida con vitaminas y minerales, que cubra los requerimientos para una determinada edad (NTP,209.265,2013,p.1).

❖ Enriquecido lácteo

“Alimento en polvo cocido de reconstitución instantánea que contiene no menos del 20% de proteínas de alto valor biológico, adicionando una mezcla de vitaminas y minerales de acuerdo al requerimiento para una determinada edad” (NTP,209.265,2013,p.2).

❖ Mezcla fortificada

Es un alimento en polvo cocido de reconstitución instantánea, que contiene una mezcla de cereales y leguminosas cocida mediante el proceso de extrusión a la que se le adicionan diversos componentes: azúcar aceites, vegetales, leche en polvo, albumina de huevo en polvo, minerales, vitaminas y estabilizadores. Todos los aditivos a ser usados deben ser de grado alimenticio y reconocido por el Codex Alimentarius” (NTP,209.265,2013,p.2).

❖ Papilla

“Alimento cocido en polvo de reconstitución instantánea de fácil digestión destinado a niños de 6 a 36 meses” (NTP,209.265,2013,p.2).

1.2.2 COMPOSICIÓN NUTRICIONAL DEL ALIMENTO DE RECONSTITUCIÓN INSTANTÁNEA

❖ Energía

El contenido energético del alimento aumenta durante su elaboración, al adicionar ingredientes ricos en energía (grasas, aceites o carbohidratos digeribles). El contenido energético del preparado alimenticio complementario, deberá ser como mínimo 4 kcal por gramo en el peso en seco (CAC/GL 8, 1991).

❖ Proteínas

Una fuente apropiada de proteínas son las mezclas de cereales, leguminosas frescas o secas y harinas de semillas oleaginosas. La calidad de las proteínas se puede mejorar mediante la adición de productos de pescado, leche y productos lácteos u otros alimentos de origen animal. La energía proveniente de las proteínas no debería representar menos del 6% de la energía total del producto, y no debe superar normalmente el 15% (CAC/GL 8, 1991).

❖ Grasas

La incorporación de grasas o aceites en los preparados de alimentos complementarios sirve para incrementar el contenido energético y la cantidad de ácidos grasos esenciales, así como

para reducir el volumen total del alimento consumido. Es beneficioso que al menos el 20% de la energía derive de la grasa (CAC/GL 8, 1991).

❖ **Carbohidratos**

El almidón es el componente principal de muchos alimentos complementarios, para aprovechar su valor energético debe suministrarse en forma fácilmente digerible. Las fibras alimentarias y otros carbohidratos no absorbibles son fermentados parcialmente por la flora intestinal, para dar ácidos grasos de cadena corta, ácido láctico y etanol, para luego ser absorbidos y metabolizados. La cantidad de fibra puede reducir el contenido energético de los preparados alimenticios, además que pueden afectar también la eficiencia de absorción de importantes nutrientes de raciones alimenticias (CAC/GL 8, 1991).

❖ **Vitaminas y minerales**

Al adicionar las vitaminas o minerales se debe tener en cuenta su biodisponibilidad relativa en el alimento, su efecto sobre las propiedades organolépticas del alimento y la estabilidad del alimento empaquetado en condiciones normales de almacenamiento, así mismo la presencia de sustancias anti nutritivas presentes en otros ingredientes utilizados en la preparación de alimentos. Las vitaminas y minerales deben seleccionarse de las listas de referencia de compuestos vitamínicos y sales minerales para su utilización en alimentos destinados a los lactantes y niños pequeños - Codex Alimentarias (CAC/GL 8, 1991).

1.3 DESCRIPCION DE ENSAYOS: HUMEDAD, CENIZA, GRASA Y PROTEINA

1.3.1 HUMEDAD

El contenido de humedad en un alimento indica la estabilidad del producto, porque existe una relación, entre el contenido de agua en los alimentos y su capacidad de deterioro. La determinación de humedad es uno de los métodos más importantes y de mayor uso en el procesamiento, control y conservación de los alimentos. El control de la humedad es un factor decisivo en la evaluación de muchos procesos industriales ya que permite conocer el contenido de agua de los productos o materias primas para formular el producto y evaluar las pérdidas durante el procesamiento (Zumbado, 2002).

❖ **Método de secado**

Los métodos de secado son los más comunes para evaluar el contenido de humedad en los alimentos; se determina el porcentaje en agua por la pérdida en peso debida a su eliminación por calentamiento bajo condiciones normalizadas. Debe tenerse en cuenta que para estos métodos algunas veces es difícil eliminar por secado toda la humedad presente; a cierta temperatura el alimento es susceptible de descomponerse, con lo que se volatilizan otras sustancias además de agua y también pueden perderse otras materias volátiles aparte de agua (Kirk , Sawyer, y Egan , 1996).

Entre los métodos de secado para la determinación de humedad tenemos:

- **Método de secado por estufa**

Este método se basa en la pérdida de peso de la muestra por evaporación del agua. Para esto se requiere que la muestra sea térmicamente estable y que no contenga una cantidad significativa de compuestos volátiles. El principio operacional del método de determinación de humedad utilizando estufa y balanza analítica, incluye la preparación de la muestra, pesado, secado, enfriado y pesado nuevamente de la muestra (Nollet , 1996).

- **Método de secado en estufa de vacío**

Método donde se consigue la máxima eficacia si se pasa una ligera corriente de aire seco a través del horno. Este sistema tiene la ventaja de que se pueden dejar las porciones analíticas desatendidas durante largos períodos de tiempo. Es preferible el secado al vacío a 60 -70 °C al secado en un horno de aire, en particular para los alimentos ricos en azúcares (Greenfield y Southgate, 2003).

- **Método de secado por liofilización**

Este método requiere una inversión mayor de capital, pero tiene la ventaja de que seca los alimentos en condiciones suaves. El material liofilizado es ligero, fácil de transportar y fácil de triturar. Sin embargo, el proceso suele dejar en él alguna humedad residual que hay que eliminar (Greenfield y Southgate, 2003).

- **Método de Karl Fischer**

Este método es especialmente útil para los alimentos con un contenido muy bajo de humedad y para los productos alimenticios higroscópicos que son difíciles de secar utilizando métodos tradicionales (Greenfield y Southgate, 2003).

- **Método de secado en termo-balanza**

Este método se basa en evaporar de manera continua la humedad de la muestra y el registro continuo de la pérdida de peso, hasta que la muestra se sitúe a peso constante. El error de pesado en este método se minimiza cuando la muestra no se expone constantemente al ambiente (Nollet, 1996).

- **Método por destilación directa**

El método consiste en colocar la muestra de alimento en un balón de destilación, al cual se añade un solvente orgánico inmiscible en agua y de mayor punto de ebullición (tolueno o xileno). El balón de destilación se conecta a un tubo colector acoplado a un condensador de reflujo y se comienza la destilación. Los vapores desprendidos por la mezcla se condensan y se recogen en el tubo colector, quedando siempre separados el solvente y el agua en dos fases líquidas bien definidas. Al concluir la destilación se mide el volumen de agua recogido y con ayuda de la densidad y la porción exactamente medida de la muestra, se calcula el porcentaje de humedad (Zumbado, 2002, p.177).

- **Métodos instrumentales**

La determinación de humedad en algunos alimentos puede realizarse también con ayuda de equipamiento instrumental de mayor o menor sofisticación, mediante los cuales se obtienen resultados en un período de tiempo mucho más corto. Este método se basa en la relación existente, bajo determinadas condiciones, entre el índice de refracción y el contenido de humedad en un producto. A la muestra objeto de estudio se le determina el índice de refracción y se localiza el porcentaje de humedad correspondiente en una tabla que correlaciona ambos parámetros. La determinación del contenido de humedad en miel de abejas se realiza por este procedimiento (Zumbado, 2002, p.177).

1.3.2 CENIZAS

Las cenizas de un alimento son equivalentes al residuo inorgánico que queda después de calcinar u oxidar completamente la materia orgánica. La determinación del contenido de

cenizas en los alimentos es un indicador del contenido total de minerales, materia inorgánica y micro elementos que cumplen funciones metabólicas importantes en el organismo, así mismo es indicativa de posibles adulteraciones, permite detectar posibles contaminaciones metálicas en los alimentos durante el proceso de producción y almacenamiento (Zumbado, 2002).

Entre los métodos para la determinación de cenizas tenemos:

❖ **Método en seco (totales)**

Es el método más común para determinar la cantidad total de minerales en alimentos, este método se basa en la descomposición de la materia orgánica quedando solamente materia inorgánica en la muestra este método es eficiente ya que determina tanto cenizas solubles en agua, insolubles y solubles en medio ácido. En este método toda la materia orgánica se oxida en ausencia de flama a una temperatura que fluctúa entre los 550 -600°C y el material inorgánico que no se volatiliza a esta temperatura se conoce como ceniza. (Nollet, 1996).

❖ **Método húmedo**

La determinación húmeda se basa en la descomposición de la materia orgánica en medio ácido, por lo que la materia inorgánica puede ser determinada por gravimetría de las sales que precipiten. Para la determinación húmeda se dan cenizas alcalinas, ácidas y neutras, esto se basa en el tipo de anión o catión ya sea metálico o complejo de tal forma hay minerales como tartratos, citratos que producirán cenizas con un carácter alcalino. Es necesario tomar en cuenta que también un índice de alcalinidad de cenizas es muestra del contenido de carbonatos en disolución acuosa (Nollet, 1996).

1.3.3 GRASA

El término grasa se utiliza para referirse a lípidos de consistencia sólida o semisólida a temperatura ambiente y a lípidos de consistencia líquida como los aceites a una misma temperatura. Todos los lípidos tienen la propiedad común de ser solubles en solventes orgánicos (metanol, etanol, acetona, cloroformo, éter, benceno) e insolubles en agua. En los alimentos, los lípidos juegan un importante papel, puesto que afectan de forma directa las características organolépticas de los productos, sobre todo en el sabor y la textura. Así

mismo, el contenido lipídico determina la estabilidad en los alimentos, ya que estos nutrientes son sensibles a sufrir procesos de oxidación (conocidos como enranciamiento) cuyos productos finales de reacción comunican olores y sabores desagradables en los alimentos (Zumbado, 2004).

Entre los métodos para la determinación de grasa tenemos:

❖ **Método de Soxhlet**

El método se basa en la extracción continua realizada sobre muestras secas de alimentos en un extractor soxhlet en ocasiones precedida por hidrólisis ácida. Esta técnica requiere mucho tiempo y mantiene los lípidos extraídos a temperatura elevada durante largos periodos. El disolvente de extracción es con frecuencia el destilado de petróleo que es menos inflamable que el éter dietílico y con menos probabilidades de formar peróxidos (Greenfield y Southgate, 2003).

❖ **Método de Goldfish**

Es una extracción continua con un disolvente orgánico. Éste se calienta, volatiliza para posteriormente condensarse sobre la muestra. El disolvente gotea continuamente a través de la muestra para extraer la grasa. El contenido de grasa se cuantifica por diferencia de peso entre la muestra o la grasa removida (Nielsen, 2003).

❖ **Método por lotes (en batch)**

Este método hace uso de la solubilidad intrínseca de la sustancia a separar; es claro que un compuesto no polar es soluble en un disolvente no polar. La extracción se realiza en frío para evitar el daño del material lipídico y por lotes para incrementar la eficiencia (Kirk et al, 1996).

❖ **Método de Bligh-Dyer**

El método de Bligh-Dyer es un método rápido para la extracción de lípidos de tejidos y productos alimenticios que contienen una cantidad significativa de agua. El método se basa en la homogenización de la muestra con cloroformo, metanol y agua en proporciones tales que se forme una sola fase miscible con el agua de la muestra. Al añadir alícuotas de cloroformo y agua se logra la separación de fases. El material lipídico se encuentra en la fase no acuosa, mientras que el material no lipídico se encuentra en la fase acuosa. Los lípidos se

pueden extraer de dos gramos de muestra seca hasta veinte gramos de muestra húmeda. El contenido de agua de la muestra se ajusta a dieciséis mililitros para conservar la proporción de cloroformo, metanol y agua la cual es esencial si se pretende una separación de fases y una extracción cuantitativa de lípidos. La ventaja de este procedimiento es que las etapas de filtrado y lavado son eliminadas. Sin embargo, no es un método muy cuantitativo y tiene un elevado margen de error para muestras secas de cereales (Rossell y Pritchard, 1991).

❖ **Método de Röse-Gottlieb**

Este método se basa en la separación de grasa por amoníaco y etanol con un posterior efecto de deshidratación sobre los fosfolípidos. La grasa es disuelta en éter recién destilado y se añade algo de petróleo de tal forma que se separen algunos compuestos no lipídicos que se puedan encontrar en la fase etérea. Esta mezcla es completamente inmiscible en agua de manera que mediante una extracción adecuada es simple dejar la grasa en la fase etérea y el residuo graso es pesado. Este método es particular para leche fresca que no contienen ácidos grasos libres, pero no es ideal para quesos que si contiene ácidos grasos libres (Boekenoogen, 1964).

❖ **Método de Gerber**

Este es un método volumétrico, presentan un carácter un tanto empírico ya que varios factores afectan la gravedad específica de la grasa separada, variaciones propias de la grasa, ácidos grasos presentes, solubilidad de la grasa en los disolventes, etc. Con estos métodos volumétricos la muestra se sitúa en un butirómetro y se descompone utilizando ácidos o álcalis de manera que la grasa es liberada, esta se separa por métodos mecánicos (centrifuga) y se colecta en el cuello calibrado (Boekenoogen, 1964).

❖ **Método de Mojonnier**

En este método la grasa es extraída con una mezcla de éter etílico y éter de petróleo en un matraz de Mojonnier, la grasa extraída se pone a peso constante y es expresada en porcentaje de grasa por peso. La prueba de Mojonnier es un ejemplo de extracción discontinua con disolvente. Esta extracción no requiere remover previamente la humedad de la muestra (Nielsen, 2003).

1.3.4 PROTEÍNA

Las proteínas constituyen, junto con los ácidos nucleicos, las moléculas de información en los seres vivos, siguiendo los principios establecidos por Watson y Crick los ácidos nucleicos se almacenan en unidades denominadas genes en el ácido desoxirribonucleico y se transcriben para formar diversos tipos de ácido ribonucleico, y los ribosomas traducen el mensaje formando proteínas. El proceso se conserva en todos los sistemas vivos, por medio de un código genético universal de 64 codones, que indica la manera de traducir los 20 aminoácidos que forman parte de las proteínas. Las diversas combinaciones de secuencia de aminoácidos, longitud de cadena y organización estructural permiten una gran variedad de estructuras y funciones, que dependerán de sus propiedades fisicoquímicas (carga, hidrofobicidad, estado de agregación).

La proteína juega un papel importante en los sistemas biológicos donde abarcan funciones de estructura, transporte, motilidad, defensa, reconocimiento, almacenamiento y la función catalítica de las enzimas, también son importantes en los sistemas alimenticios debido a que poseen propiedades nutricionales asimismo pueden ser ingredientes de productos alimenticios y por sus propiedades funcionales, ayudan a establecer la estructura y propiedades finales del alimento (Badui, 2006).

Entre los métodos para la determinación de proteínas

❖ **Método kjeldahl:**

En este método se digiere la materia orgánica con ácido sulfúrico concentrado caliente para elevar el punto de ebullición del ácido se le añade una mezcla catalizadora, que normalmente contiene un verdadero agente catalítico (mercurio, cobre o selenio) junto con sulfato de potasio. Todo el nitrógeno orgánico se convierte en amoníaco, que se suele medir mediante titulación (Greenfield y Southgate, 2006).

❖ **Método Dumas**

El método se basa en la reducción de los óxidos de nitrógeno formados en la combustión de las muestras realizando la medición volumétricamente del gas nitrógeno producto de dicha reducción, esto se logra cuando la muestra pesada de sustancia orgánica se hace pasar por un tren de combustión que consta de un tubo que contiene óxido de cobre y que calentado a

una temperatura que va desde 600 a 800°C , luego el agua formada se absorbe en otro tubo que contiene agente desecante para finalmente diluir el dióxido de carbono en el último tubo cargado de base fuerte. Al pasar la muestra por dicho tren de combustión el nitrógeno combinado se reduce liberando nitrógeno molecular después la muestra pasa a través de una malla de cobre, en esta malla se reducen los óxidos de cobre que pudiese formado a nitrógeno elemental el cual se recoge y se mide el volumen obtenido (Cruz, 2007).

❖ **Método de Biuret**

El método comprende un ensayo colorimétrico donde se cuantifica la formación de un complejo estable entre proteínas y cobre (II). El complejo presenta un color violeta característico, que se puede observar a 310nm o 540-560nm, el cual se da por la coordinación de un átomo de cobre con cuatro átomos de nitrógeno. El complejo se basa en la desprotonación de los grupos amida para formar el enlace con el cobre (II) o por el establecimiento de un enlace coordinado entre el metal y los pares de electrones libres de los átomos de oxígeno y de nitrógeno del péptido. Después de la adición del reactivo de cobre se requiere de tiempo para desarrollar una coloración de Biuret estable; es necesario considerar la posible influencia de aminoácidos libres que forman buffer en configuración tris y amoniaco (Nollet, 1996).

❖ **Método de Lowry**

El método combina la reacción de Biuret con la reducción del reactivo de Folin-Ciocalteu (ácidos fosfomolibdico y fosfotúngstico) por la oxidación de tirosina, triptofano, cisteína, cistina de las cadenas polipeptídicas. El proceso de óxido-reducción se acompaña de la formación de un color azul característico. Los quelatos de cobre en la estructura del péptido facilitan la transferencia de electrones de los grupos funcionales amino al cromóforo ácido. Este método es útil para determinar pequeñas cantidades de proteína en una disolución. El desarrollo de color es dependiente en gran cantidad del pH (Nollet, 1996).

❖ **Método de Bradford**

El método está basado en la observación de que el colorante azul brillante de Coomassie G-250, presenta dos formas coloreadas rojo y azul. El color rojo pasa a azul, cuando el colorante se une a la proteína. Provocando un cambio en el máximo de absorción de 465 a 595 nm y se monitorea midiendo el incremento en la absorción a 595 nm. La formación del complejo colorante-proteína toma aproximadamente 2 minutos y permanece estable 1 hora,

por lo que el procedimiento es muy rápido y el tiempo para el ensayo es limitante. El complejo colorante proteína tiene un alto coeficiente de extinción lo que hace al ensayo aproximadamente cuatro veces más sencillo que el ensayo de Lowry (García y Vázquez, 1998).

❖ **Absorción a 280nm**

La mayoría de las proteínas muestran una absorción a 280 nm., la cual se atribuye al grupo fenólico de la tirosina y al grupo indólico del triptófano. La cuantificación de proteínas basada en la absorción en la región de UV, tiene la ventaja de que no es necesario utilizar reactivos y la muestra no se daña o destruye durante la determinación. Se toma en cuenta la absorción del disolvente, ya que este puede absorber en la misma región. Este método sufre interferencias de compuestos que contengan anillos de purina y pirimida. Se realiza una comparación con una proteína estándar, de la que se debe conocer su composición. (Nollet, 1996)

1.4 INCERTIDUMBRE

“La incertidumbre de medida significa duda sobre la validez del resultado de una medición. Parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían atribuirse razonablemente al mesurando” (JCGM:100, 2008, p.4).

1.4.1 DEFINICIONES

❖ **Medición**

“Proceso que consiste en obtener experimentalmente uno o varios valores que pueden atribuirse razonablemente a una magnitud. Una medición supone una comparación de magnitudes o el conteo de entidades” (JCGM 200, 2012, p.27).

❖ **Mesurando**

Magnitud que se desea medir. La especificación de un mensurando requiere el conocimiento de la naturaleza de la magnitud y la descripción del estado del fenómeno, cuerpo o sustancia cuya magnitud es una propiedad, incluyendo las componentes pertinentes y las entidades químicas involucradas (JCGM 200, 2012).

❖ **Método de la medición**

“Secuencia lógica de operaciones, descrita genéricamente, utilizada en el desarrollo de las mediciones” (EURACHEM/CITAC, 2012, p.99).

❖ **Procedimiento de medición**

“Conjunto de operaciones, descrito específicamente, utilizado en el desarrollo de mediciones de acuerdo a un método dado” (EURACHEM/CITAC, 2012, p.99).

❖ **Resultado de la medición**

Conjunto de valores de una magnitud atribuidos a un mensurando, acompañados de cualquier otra información relevante disponible. El resultado de una medición se expresa generalmente como un valor medido único y una incertidumbre de medida. Si la incertidumbre de medida se considera despreciable para un determinado fin, el resultado de medida puede expresarse como un único valor medido de la magnitud (JCGM 200, 2012).

❖ **Error de medida**

“Es la diferencia entre un resultado individual de una medición y el valor verdadero del mesurando. Es decir, el valor de un error conocido puede ser aplicado como una corrección al resultado de una medición” (EURACHEM/CITAC, 2012, p.100).

Los errores de medición pueden ser:

- **Los errores aleatorios:** Llamados también errores precisión (debido a su naturaleza). Se hallan presentes en todas las mediciones y hacen que los resultados duplicados recaigan a ambos lados del valor medio. El error aleatorio de una medición no puede compensarse, pero, si se incrementa el número de observaciones y se capacita al analista, se pueden reducir los efectos (CAC/GL 59, 2006).
- **Los errores sistemáticos:** Llamados también errores de sesgo. Ocurren en la mayoría de los experimentos, pero sus efectos son bastante diferentes. La suma de todos los errores sistemáticos en un experimento se conoce como sesgo. Los errores sistemáticos individuales no pueden ser detectados directamente repitiendo los análisis. El problema de los errores sistemáticos es que pueden pasar inadvertidos si no se toman las precauciones adecuadas (CAC/GL 59, 2006).

❖ **Sesgo**

El sesgo es el componente sistemático del error. Se define como la diferencia entre el valor medio medido y el valor de referencia (Rice, Baird y Eaton, 2017, p.1-17).

$$\text{Sesgo} = |\bar{X} - \mu|$$

Dónde:

\bar{X} = media ó promedio de resultados del analista

μ = valor de referencia ó promedio general de los analistas

❖ **Veracidad de medida**

Proximidad entre la media de un número infinito de valores medidos repetidos y un valor de referencia (JCGM 200, 2012).

❖ **Precisión de medida**

Proximidad entre los valores medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto u objetos similares, bajo condiciones especificadas (condiciones de repetibilidad, condiciones de precisión intermedia o condiciones de reproducibilidad) (JCGM 200, 2012).

❖ **Exactitud de medida**

Proximidad entre un valor medido y un valor verdadero de un mensurando. La exactitud de medida no es una magnitud y no se expresa numéricamente. Se dice que una medición es más exacta cuanto más pequeño es el error de medida. La exactitud de medida se interpreta como la proximidad entre los valores medidos atribuidos al mesurando (JCGM 200, 2012).

❖ **Repetibilidad de medida**

Es el grado de concordancia entre resultados de mediciones sucesivas. Es decir es la medida de la precisión en condiciones, bajo las cuales se obtienen resultados independientes de una prueba con el mismo método, con los mismos accesorios de laboratorio, en el mismo laboratorio, por el mismo operador usando el mismo equipo en intervalos de tiempos cortos (DA-acr-09D, 2014, p.5).

❖ **Reproducibilidad de medida**

“Es la precisión donde los resultados del ensayo son obtenidos con el mismo método sobre materiales de ensayo idénticos, en diferentes laboratorios con diferentes operadores usando equipos diferentes” (DA-acr-09D, 2014, p.5).

❖ **Trazabilidad metrologica**

Propiedad de un resultado de medida donde el resultado puede relacionarse con una referencia (unidad de medida) mediante una cadena permanente y documentada de

calibraciones cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida por ejemplo trazabilidad de una muestra , de un documento, de un instrumento, de un material de referencia (DA-acr-12D, 2016).

1.4.2 PRINCIPALES COMPONENTES PARA DETERMINAR LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

❖ Diagrama de causa y efecto o diagrama de Ishikawa

Es una herramienta cuya finalidad es ayudar a detectar los diferentes tipos de causas que influyen en un problema. Un diagrama bien detallado tomará la forma de una espina de pescado, de allí su otro nombre. Las principales características que presenta son que el problema se coloca en el lado derecho del diagrama y para cada efecto surgirán diversas categorías de causas principales que podrán ser resumidas en las llamadas 4 M, que son: máquina, material, método y medida (Calderon, 2014).

Tenemos tres herramientas para identificar los tipos de causas que influyen en un problema:

- Diagrama de causa y efecto por modelo matematico
- Diagrama de causas y efecto por fuente de variacion
- Diagrama de causa y efecto por proceso de diagrama de flujograma

❖ Fuentes de incertidumbre

De acuerdo a la Guía EURACHEM/CITAC “Cuantificación de la incertidumbre en medidas analíticas” las fuentes de incertidumbre difieren considerablemente de acuerdo al tipo de ensayo. Las fuentes de incertidumbre que pueden ser considerados son por ejemplo:

- **Muestreo:** Para estimar la homogeneidad se necesitan varias muestras de diferentes partes del total.
- **Preparación de muestra:** Considera disolución, extracción, contaminación, efectos químicos, errores de dilución, concentración.
- **Calibración del instrumento:** Efectos atribuibles a los instrumentos de medición incluyendo función de calibrado, numero de cifras significativas, redondeo de cifras relevantes.
- **Sesgo del instrumento:** Los límites de exactitud en la calibración de una balanza analítica.

- **Condiciones de medición:** El material volumétrico de vidrio puede ser usado a temperatura diferente de la cual fueron calibrados.
- **Pureza de reactivos:** La pureza de las sustancias son declaradas generalmente por los productores como “no menor que” un nivel especificado. Cualquier suposición acerca del grado de pureza introducirá un elemento de incertidumbre.
- **Efectos atribuibles al operador:** Posibilidad de leer un metro o una escala en forma consistentemente alta o baja. Posibilidad de una mala interpretación del método.
- **Contaminación:** La contaminación cruzada entre muestras y la contaminación ambiental del laboratorio como resultado de una práctica de trabajo pobre, es un riesgo que siempre está presente, el cual debe ser minimizado cuando sea posible.
- **Patrones y materiales de referencia:** Considera la incertidumbre del patrón y material de referencia (MRC).

❖ **Factor de cobertura**

De acuerdo a la Guía GUM “Expresión de la Incertidumbre de Medida” el factor de cobertura es un factor numérico usado para multiplicar la incertidumbre combinada estándar con el propósito de obtener una incertidumbre expandida típicamente se usan valores de 1, 2 y 3. El factor de cobertura está asociado a una distribución esencialmente normal y un nivel particular de confianza.

- Si el factor de cobertura $k=1$ corresponde a un nivel de confianza de aproximadamente 68%.
- Si el factor de cobertura $k=2$ corresponde a un nivel de confianza de aproximadamente 95%.
- Si el factor de cobertura $k=3$ corresponde a un nivel de confianza de aproximadamente 99%.

❖ **Desviación estándar**

Es la raíz cuadrada positiva de la varianza (Salazar y del Castillo, 2018)

$$s = \sqrt{s^2}$$

- ❖ **Varianza:** Es el promedio de los cuadrados de las desviaciones de los valores de la variable respecto a su media aritmetica (Salazar y del Castillo, 2018)

$$s^2 = \frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2 + \dots + (n_m - 1)S_m^2}{(n_1 - 1) + (n_2 - 1) + \dots + (n_m - 1)} \quad s^2 = \frac{\sum(X_1 - \bar{X})^2}{n - 1}$$

❖ **Desviación estándar relativa (RSD)**

También llamado coeficiente de variabilidad. Es la desviación estándar dividido por la media muestral (Miller y Miller, 2002).

$$RSD = \frac{S}{\bar{X}}$$

❖ **Incertidumbre estándar**

Incertidumbre del resultado de medición expresada como una desviación estándar (JCGM 100, 2008).

❖ **Incertidumbre estándar relativa**

Se aplica cuando la función del mesurando (concentración a medir) es multiplicativa, de divisiones o cuando no se puede definir o ingresar una variable a la función de forma arbitraria. La incertidumbre relativa no tiene las unidades del mesurando sino es considerada como un porcentaje de la incertidumbre (EURACHEM/CITAC, 2012).

$$\text{Incertidumbre relativa} = \frac{u(\text{estandar})}{\text{Resultado}}$$

❖ **Incertidumbre estándar tipo A**

Método para evaluar la incertidumbre mediante el análisis estadístico de series de observaciones. Dicha incertidumbre puede ser aplicada cuando se han realizado varias observaciones independientes de la magnitud a medir X, bajo las mismas condiciones y en diferentes condiciones (JCGM 100, 2008).

❖ **Incertidumbre estándar tipo B**

Método donde la incertidumbre es estimada por otros métodos distintos al análisis estadístico de series de observaciones. Son caracterizados por las desviaciones estándar, pero evaluados asumiendo alguna función de distribución, tal como la distribución normal, rectangular y

triangular o Gaussiana, con base a la experiencia u otros juicios y criterios científicos. Las fuentes de incertidumbre tipo B son cuantificados usando información externa, estas fuentes de información pueden ser: certificados de calibración, manuales del instrumento de medición, normas o literatura, valores de mediciones anteriores (JCGM 100, 2008).

De acuerdo a la incertidumbre tipo B se presentan tres formas de distribución de probabilidad.

- **Distribución normal**

Los resultados de una medición repetida afectada por una o más magnitudes de influencia que varían aleatoriamente, generalmente siguen en buena aproximación una distribución normal. También la incertidumbre indicada en certificados de calibración se refiere generalmente a una distribución normal (JCGM 100, 2008).

Dónde:

$$u(x) = \frac{U}{K}$$

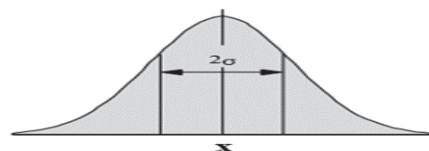
$u(x)$: cálculo de incertidumbre

$K=2$: factor de cobertura (distribución normal)

U : incertidumbre expandida (dato obtenida de certificado de calibración)

Forma

Dónde: x = certificado de calibración



- **Distribución rectangular**

En una distribución rectangular, cada valor en un intervalo dado, tiene la misma probabilidad, es decir, la función de probabilidad es constante en este intervalo, por ejemplo: la resolución de un instrumento digital o la información técnica sobre tolerancias de un instrumento. En general cuando exclusivamente hay conocimiento de los límites superior e inferior del intervalo de variabilidad de la magnitud de entrada, lo más conservador es suponer una distribución rectangular (JCGM 100, 2008).

Dónde:

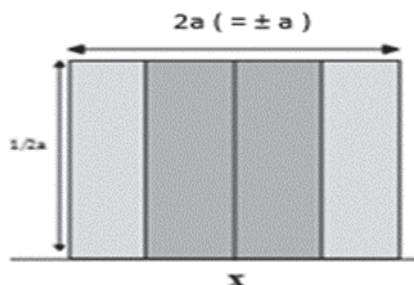
$u(x)$: cálculo de incertidumbre

a : incertidumbre del analito

$\sqrt{3}$: Distribución rectangular

$$u(x) = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

Forma



Donde:

x : incertidumbre de la resolución de un instrumento

Cualquier valor entre $-a$ y $+a$ se considera igualmente posible

- Distribución triangular simétrica

Además del conocimiento de los límites superior e inferior, hay evidencia de que la probabilidad es más alta, para valores en el centro del intervalo y se reduce hacia los límites, puede ser más adecuado basar la estimación de la incertidumbre en una distribución triangular (JCGM 100, 2008).

Dónde:

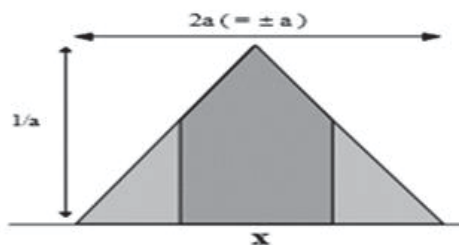
$u(x)$: cálculo de incertidumbre

a : incertidumbre del analito

$\sqrt{6}$: distribución triangular

$$u(x) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

Forma



Donde:

x = Especificación o variación máxima del material de vidrio.

Los valores entre $-a$ y $+a$ son posibles, pero los valores cercanos a cero son más frecuentes.

❖ **Incertidumbre del analista**

Es la incertidumbre debida a la variabilidad aleatoria que se calcula mediante la desviación estándar de los analistas participantes (S_r).

$$\text{Incertidumbre del Analista} = S_r \qquad \text{Incertidumbre del Analista} = S_r^2$$

Dónde

Incertidumbre del analista = $u(\text{analista})$

S_r = Desviación estándar de los analistas participantes.

S_r^2 = Varianza

❖ **Incertidumbre del sesgo**

Es la incertidumbre debida a la variabilidad sistemática. Se calcula como: la diferencia entre un resultado individual de una medición y el valor verdadero del mesurando

$$\text{Incertidumbre del Sesgo} = | \bar{X} - \mu |$$

Dónde:

\bar{X} = media, promedio general

μ = valor conocido, valor verdadero

❖ **Incertidumbre estándar relativa combinada**

Es estimada como la raíz cuadrada positiva de la suma de las incertidumbres estándar relativas de cada uno de los componentes elevados al cuadrado, usando la ley de propagación de incertidumbres contiene toda la información esencial del mesurando (JCGM 100, 2008).

$$\text{Incertidumbre relativa combinada} = \sqrt{u(\text{relativa A})^2 + u(\text{relativa B})^2 + u(\text{relativa C})^2}$$

❖ Incertidumbre expandida

La incertidumbre expandida (U) es una magnitud que define un intervalo en torno al resultado de una medición, tal que en dicho intervalo se espera encontrar una fracción suficientemente grande de la distribución de valores que podrían atribuirse razonablemente al mesurando. La incertidumbre expandida se obtendrá de multiplicar con la incertidumbre estándar combinada por el factor de cobertura apropiado $k=2$ para una distribución normal y nivel de confianza de aproximadamente un 95% (DA-acr-09D, 2014).

$$\text{Incertidumbre expandida} = u(\text{estandar combinada}) * K$$

Dónde:

$K = 2 =$ factor de cobertura para un nivel de confianza al 95%

CAPITULO II

MATERIALES Y METODOLOGIA

2.1 LUGAR DE TRABAJO

El presente trabajo de investigación se realizó en el laboratorio Louis Pasteur, ubicado en el distrito de Wanchaq, provincia Cusco, departamento Cusco. Es un laboratorio de la región, acreditado para análisis de calidad microbiológica y químicos en análisis de agua y alimento por el Instituto Nacional de la Calidad - INACAL con base en el cumplimiento de los requisitos establecidos en la norma NTP –ISO / IEC 17025;2006 "Requisitos Generales para la competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración".

2.2 MATERIALES

2.2.1 MATERIAL BIOLÓGICO

Mezcla de harinas de reconstitución instantánea elaborada por la Empresa Agroindustrias Latino a solicitud del laboratorio Louis Pasteur.

2.2.2 MATERIALES DE LABORATORIO

Materiales de vidrio

- ✓ Placas de base plana de diámetro ≥ 5 cm, con tapa (sin marca)
- ✓ Vasos precipitados (Marca: DURAN)
- ✓ Baguetas (sin marca)
- ✓ Probeta graduada de 100 ml (Marca: DURAN)
- ✓ Lunas de reloj (sin marca)
- ✓ Embudos de vidrio (sin marca)
- ✓ Balones de capacidad de 250 ml (Marca: DURAN)
- ✓ Bureta capacidad 50 ml, divisiones de 0.1 ml clase A (Material calibrado, Marca: LMC)
- ✓ Balones kjeldahl de capacidad de 800 ml (Marca: PIREX)

Equipos

- ✓ Balanza analítica con resolución de 0,001g (Equipo calibrado, Marca: OHAUS)
- ✓ Estufa (Equipo calibrado, Marca: BINDER)
- ✓ Mufla (Equipo calibrado, Marca: TERMOLYNE)
- ✓ Equipo de extracción tipo soxhlet con balón de capacidad de 250 ml (sin marca)
- ✓ Manta de digestión (fabricación artesanal)
- ✓ Manta de destilación (fabricación artesanal)

Reactivos

- ✓ Éter de petróleo para análisis con intervalo de ebullición de 40°C- 60°C (Marca: MERCK)
- ✓ Ácido clorhídrico 8N (preparación antes de uso)
- ✓ Sulfato de potasio (Marca: MERCK)
- ✓ Sulfato de cobre II pentahidratado (Marca: MERCK)
- ✓ Ácido sulfúrico 95 %- 97% (Marca: MERCK)
- ✓ Ácido sulfúrico 0.1 N (preparación antes de uso)
- ✓ Hidróxido de sodio 0.1 N (preparación antes de uso)
- ✓ Hidróxido de sodio al 45% (preparación antes de uso)
- ✓ Hidrogenoftalato de Potasio (Reactivo grado primario, Marca: MERCK)
- ✓ Rojo de metilo 1% (preparación antes de uso)

Otros

- ✓ Pinzas metálicas (sin marca)
- ✓ Desecador de vidrio con agente desecante (sin marca)
- ✓ Crisoles de porcelana (sin marca)
- ✓ Cocinillas (Marca: EUROSUR)
- ✓ Dedales para extracción (Marca: MUNKTELL)
- ✓ Papel filtro de porosidad media N° 1 (Marca: WATMAN)

2.2.3 MATERIALES DE GABINETE

- ✓ Certificados de calibración de equipos
- ✓ Certificados de calibración de material de vidrio

- ✓ Microsoft Excel
- ✓ Minitab versión 17

2.3 METODOLOGÍA

2.3.1 TIPO DE INVESTIGACIÓN

Por la naturaleza de los datos es de **tipo cuantitativo** porque los datos son obtenidos de manera cuantitativa, las cuales incluyen la medición sistemática y se emplea el análisis estadístico como característica resaltante.

Por el tipo de investigación, el presente trabajo de investigación reúne las condiciones de una investigación **descriptiva** porque describe la estimación de la incertidumbre de acuerdo a la Directriz para la estimación de la incertidumbre de medición INACAL versión 00, EURACHEM/CITAC y la Guía para la expresión de la incertidumbre de medida - evaluación de datos de medición – GUM.

2.3.2 UNIDAD DE ANALISIS

La unidad de análisis para la determinación de humedad y ceniza está constituida por una cantidad de 3 gramos, para determinación de grasa con 5 gramos y para proteína con 1 gramo.

2.3.3 POBLACIÓN DE ESTUDIO

La población está constituida por 1,5 kilos de muestra biológica (alimento de reconstitución instantánea).

2.3.4 SELECCIÓN DE MUESTRA

En el presente trabajo se utilizó la muestra biológica (mezcla de harinas – alimento de reconstitución instantánea) en la determinación de humedad y ceniza en una cantidad de 90 gramos, grasa 150 gramos y proteína 30 gramos

2.3.5 PROCESAMIENTO DE LA MUESTRA

Para la determinación de humedad, ceniza, grasa y proteína, se procesó la muestra biológica de acuerdo a los métodos descritos a continuación. Se realizó 30 repeticiones de la muestra por cada uno de los ensayos.

Norma Técnica Peruana: NTP 209.264 2013. Alimentos cocidos de reconstitución instantánea. Determinación de humedad. Método gravimétrico.

Se realizó los siguientes procedimientos:

- ✓ Precalentar la estufa a $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- ✓ Secar las placas en la estufa durante 1 hora, enfriar en desecador y pesar
- ✓ Colocar en la placa 3 gramos de muestra preparada
- ✓ Secar por 3 horas en estufa a $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- ✓ Enfriar en desecador, pesar rápidamente

Norma Técnica Peruana: NTP 209.265 2013. Alimentos cocidos de reconstitución instantánea. Determinación de cenizas. Método gravimétrico.

Se realizó los siguientes procedimientos:

- ✓ Pesar 2 gramos de muestra en el crisol de porcelana previamente pesado.
- ✓ Quemar la muestra hasta la desaparición de humo en una cocinilla.
- ✓ Colocar el crisol con la muestra en el horno mufla precalentado de 550°C - 600°C .
- ✓ Mantener el crisol en el horno hasta obtener cenizas libres de carbón.
- ✓ Transferir el crisol a un desecador enfriar no menos de media hora y pesar.

Norma Técnica Peruana: NTP 209.263 2013. Alimentos cocidos de reconstitución instantánea. Determinación de grasa. Método gravimétrico.

Se realizó los siguientes procedimientos:

- ✓ Pesar 5 gramos de muestra en un vaso precipitado de 250 ml
- ✓ Agregar lentamente mientras se agita 45 ml de agua hirviente para lograr una buena homogenización.
- ✓ Adicionar 55 ml de ácido clorhídrico 8N y agitar.
- ✓ Cubrir con una luna de reloj y llevar lentamente a ebullición por 15 minutos

- ✓ Enjuagar la luna de reloj con agua destilada (aproximadamente 100 ml).
- ✓ Filtrar a través de papel filtro de porosidad media enjuagando el vaso de precipitación tres veces con agua destilada.
- ✓ Continuar, lavando el filtro hasta que el agua de lavado no reacción acida.
- ✓ Transferir el papel húmedo y la muestra a un dedal de extracción y secar en un vaso pequeño a 100°C por un tiempo de 2 horas.
- ✓ Secar el balón de 250 ml por 1 hora a 100°C, enfriar en desecador hasta temperatura ambiente y pesar.
- ✓ Colocar el dedal de extracción que contiene la muestra, en el soxhlet y añadir 150 ml éter de petróleo
- ✓ Reflujar la muestra por 4 horas, ajustando el calor de modo que el extractor sifonee más de 30 veces.
- ✓ Secar el balón con la grasa extraída a 100°C.
- ✓ Enfriar en desecador hasta temperatura ambiente y pesar.

Norma Técnica Peruana: NTP 209.262 2013. Alimentos cocidos de reconstitución instantánea. Determinación de proteína. Método Kjeldahl.

Se realizó los siguientes procedimientos:

- ✓ En un balón de digestión, colocar 1 gramo de muestra pesada, añadir 15 gramos de sulfato de potasio, 1 gramo de sulfato de cobre pentahidratado y 25 ml de ácido sulfúrico concentrado.
- ✓ Preparar un blanco, utilizando los reactivos establecidos, digerir y destilar bajo las mismas condiciones establecidas para la muestra.

Digestión

- ✓ Colocar el balón kjeldahl en el digestor y someter a calentamiento hasta que la muestra se carbonice y la solución cambie de color, (verde con sulfato de cobre pentahidratado), agitar suavemente y continuar el calentamiento por 90 minutos más. Enfriar a temperatura ambiente.
- ✓ Añadir cuidadosamente entre 300 ml de agua destilada y agitar por rotación. Dejar que la mezcla enfrié a temperatura ambiente de destilación.

Destilación

- ✓ Colocar en el sistema de destilación, un matraz erlenmeyer de 500 ml conteniendo 50 ml de solución de ácido sulfúrico 0,1 N de tal manera que el terminal del condensador quede sumergido en la solución, añadir de 3 gotas de indicador de rojo de metilo.
- ✓ En el balón kjeldahl, añadir cuidadosamente por las paredes 60 ml de solución de hidróxido de sodio al 45% inmediatamente tapar y agitar el balón por rotación vigorosa para mezclar completamente.
- ✓ Aplicar calor y destilar, hasta obtener un volumen total de 200 ml – 250 ml en el matraz.

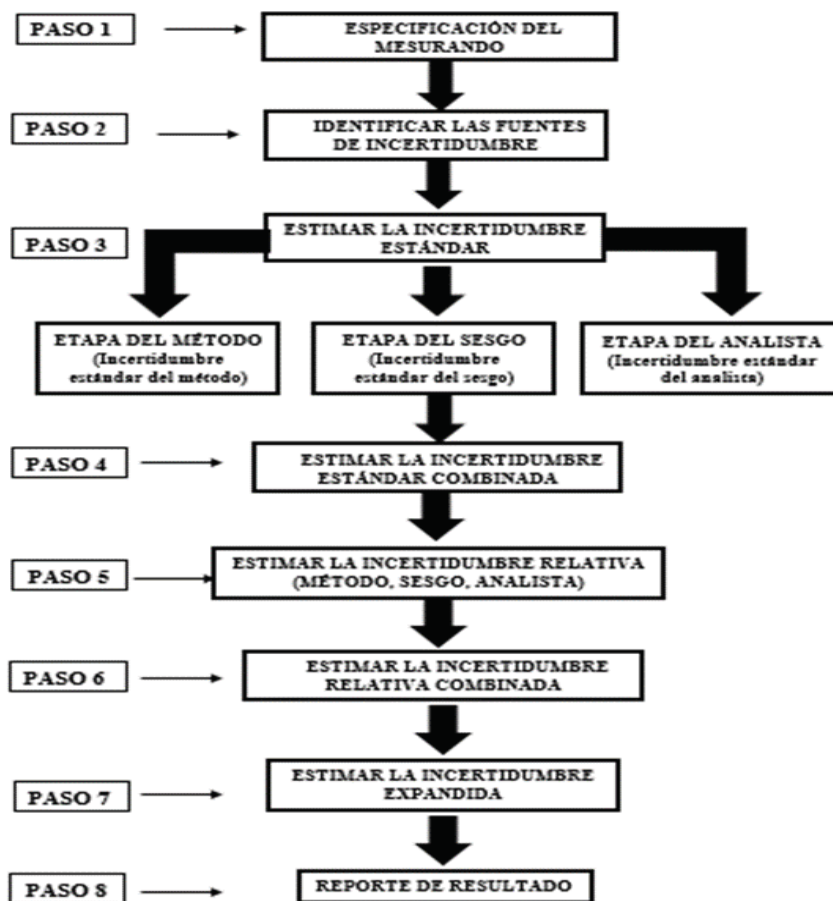
Titulación

- ✓ Titular el contenido del matraz con solución valorada de hidróxido de sodio 0,1 N. Anotar el gasto

**Nota: Desde el punto de vista estadístico se realizó 30 repeticiones de la muestra biológica porque se tomó en cuenta la aplicación del teorema de límite central, el teorema indica que si una muestra es lo bastante grande ($n \geq 30$) sea cual fuera la distribución de la variable de interés, la distribución de la media central será aproximadamente una normal y si la distribución es normal la expresión de los resultados se expresara con un nivel de confianza del 95%.*

2.3.6 METODOLOGIA DEL PROCESO DE LA ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE

El proceso de estimación de la incertidumbre se realizó de acuerdo al EURACHEM - Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas (CITAC), la Guía para la expresión de la incertidumbre de medida - evaluación de datos de medición (GUM) y la Directriz para la estimación de la incertidumbre de medición-INACAL versión 00, como se muestra en el flujograma N°1 para ello se realizó el análisis e interpretación de los resultados mediante la detección de puntos atípicos a través del programa Excel y la evaluación estadística con la prueba de la normalidad a través del programa estadístico Minitab versión 17.



Flujograma 1. Proceso de estimación de la incertidumbre

(Fuente: Adaptado en base a EURACHEM/CITAC, 2012)

2.3.6.1 Análisis e interpretación

Para realizar el análisis de los datos recopilados se realizó la detección de puntos atípicos mediante el programa de Excel y la evaluación estadística se realizó a través del programa estadístico Minitab versión 17.

- ❖ **Detección de puntos atípicos:** Un punto atípico es una observación inexplicablemente grande o pequeña. Los puntos atípicos pueden tener un efecto discordante en los resultados estadísticos, lo que puede conducir a interpretaciones engañosas. Se determinó los puntos atípicos mediante la evaluación del z-score.

Z-score o puntaje z: Son transformaciones, que se pueden hacer a los valores o puntuaciones de una distribución normal, con el propósito de analizar su distancia respecto a la media, expresándolas en unidades de desviación estándar (COFILAB MCEI005 Manual de Calidad Ensayos Interlaboratorios, (sf)).

Para utilizar el puntaje Z requerimos evaluar la normalidad y conocer la media y la desviación estándar de los puntajes.

Z score para datos normales

$$\text{Formula (1)} \quad Z_i = \frac{(X_i - \text{Media})}{\hat{\sigma}}$$

Donde:

Z_i = z- score

X_i = resultados

Media = promedio

$\hat{\sigma}$ = desviacion estandar o made

Z score para datos no normales

$$\text{Formula (2)} \quad Z_i = \frac{(X_i - \text{Mediana})}{S^*}$$

Donde:

Z_i = z- score

X_i = resultados

Mediana = mediana para datos no normales

S^* = desviación estándar robusta

S^* = 1.483 * mediana

Se tomó en cuenta los siguientes criterios de decisión, para cada dato, se calificó el Z-score (COFILAB MCEI005 Manual de Calidad Ensayos Interlaboratorios, (sf)).

$|Z \text{ score}| \leq 2$ el resultado es satisfactorio

$2 < |Z \text{ score}| < 3$ el resultado es cuestionable

$|Z \text{ score}| \geq 3$ el resultado es no satisfactorio

❖ Prueba de normalidad

La distribución de los datos se evaluó mediante la normalidad de Anderson Darling para ver si los datos se distribuyen normalmente o no con el nivel de significancia alfa igual a 0,05 (nivel de confianza al 95%).

La prueba de Anderson Darling es una prueba de bondad de ajuste, que permite decidir si un conjunto de datos observados es consistente con una distribución de probabilidad dada. Generalmente esta prueba mide el grado de ajuste que existe entre la función de distribución de los datos y la distribución teórica que se supone debe seguir esa muestra. Una forma de evaluar es con el P- Value (Spiegel y Stephens, 2009).

El criterio de decisión a tomar es:

P value $>$ alfa (0,05); entonces los datos se ajustan a una distribución normal

P value \leq alfa (0,05); entonces los datos no se ajustan a una distribución normal

2.3.6.2 Proceso de la estimación de incertidumbre en los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína

Para la estimación de la incertidumbre se realizó los siguientes pasos:

Paso N° 1. Se especificó el mesurando donde se incluyó una definición clara de lo que se mide, conteniendo la relación entre el mesurando y las cantidades de las que depende el mesurando de acuerdo a lo indicado para los métodos de ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína (EURACHEM/CITAC, 2012), (JCGM 100, 2008).

Paso N° 2. Se identificó la lista de las posibles fuentes de incertidumbre que contribuyeron al valor del mesurando efectuando un diagrama de causa y efecto para los métodos de ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína. (EURACHEM/CITAC, 2012), (JCGM 100, 2008).

Paso N° 3. Se realizó la cuantificación de cada una de las fuentes de incertidumbre por separado para obtener la contribución de dichas fuentes, cada contribución es conocida como un componente de la misma, la cual se expresará como una desviación estándar (EURACHEM/CITAC, 2012), (JCGM 100, 2008).

Para ello se estableció tres etapas:

- 3.1 Etapa de la incertidumbre del método
- 3.2 Etapa de la incertidumbre del sesgo
- 3.3 Etapa de la incertidumbre del analista

Paso 3.1: Etapa de la incertidumbre del método para los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína

Se realizó la estimación de la incertidumbre estándar de cada una de las fuentes de incertidumbre correspondientes a los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína.

Paso 3.1.1 Se estimó la incertidumbre de la balanza (incertidumbre expandida de la medición - U_R) usando la ecuación obtenida del certificado de calibración de la balanza N°BD15-0279- 2015.

$$U_R = 2 * \sqrt{0.0000000040^2 + 0.00000000014^2 * R^2}$$

Dónde:

U_R : Incertidumbre expandida de la medición

R: Resultado de las mediciones promedio del total de datos

Paso 3.1.2 Se estimó la incertidumbre estándar de la balanza para lo cual se aplicó la incertidumbre tipo B (distribución normal)

$$u_{\text{estándar balanza}} = \frac{U}{2}$$

Dónde:

$u_{\text{estándar balanza}}$: Incertidumbre estándar de la balanza

U: Incertidumbre expandida de medición = U_R

Paso 3.1.3 Se estimó la incertidumbre estándar de la resolución de la balanza para lo cual se aplicó la incertidumbre tipo B (distribución rectangular)

$$u_{\text{estándar resolución de balanza}} = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

Dónde:

$u_{\text{estándar resolución de balanza}}$: Incertidumbre estándar de la resolución de la balanza
 $a = 0.0001$: Resolución de la balanza (Dato obtenido del certificado de calibración de la balanza)

Paso 3.1.4 Se estimó la incertidumbre estándar de la estabilidad de la balanza para lo cual se aplicó la incertidumbre tipo B (distribución rectangular)

$$u_{\text{estándar estabilidad de balanza}} = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

Dónde:

$u_{\text{estándar estabilidad de balanza}}$: Incertidumbre estándar de la estabilidad de la balanza
 $S = \text{Resolución de la balanza} = 0.0001$
 $a = 2 * S = 0.0002$ (Dato obtenido del manual el abc de la pesada)

Paso 3.1.5 Para el ensayo de humedad, ceniza y grasa, se estimó la incertidumbre estándar de la temperatura, utilizando el dato obtenido del certificado de calibración de la estufa y mufla, para lo cual se aplicó la evaluación tipo B (distribución normal).

$$u = \frac{U}{2}$$

Dónde:

u : Incertidumbre de la temperatura
 $U = 0.2$: Incertidumbre expandida de la temperatura de la estufa a 100°C (Dato obtenido del certificado de calibración N° LT-186-2015)
 $U = 2.1$: Incertidumbre expandida de la temperatura de la mufla a 575°C (Dato obtenido del certificado de calibración N° CI15-186-0171)

Paso 3.1.6 Se estimó la incertidumbre estándar del peso molecular del reactivo grado primario (usado para la estandarización); para ello se calculó el peso molecular del reactivo y por elemento se identificó el número de moles (N°), peso atómico (valores obtenidos de la tabla periódica IUPAC). Para la estimación de la incertidumbre estándar se aplicó la incertidumbre tipo B (distribución rectangular).

$$u_{\text{estándar por elemento de reactivo}} = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

Dónde:

u (estándar por elemento de reactivo) = Incertidumbre estándar por elemento del reactivo
 a = Valor obtenido de la tabla IUPAC (valor que aparece entre paréntesis en determinada posición después de la coma).

Posteriormente de estimar la incertidumbre estándar, se multiplico por el número de moles.

$$u_{\text{estandar Peso Molecular del reactivo}} = u_{\text{estandar por elemento}} * N^\circ \text{ de moles}$$

Paso 3.1.7 Se estimó la incertidumbre estándar del volumen gastado de NaOH para la estandarización realizada por triplicado (peso 1, 2,3), para la titulación de la muestra y titulación del blanco. Para ello se calculó la incertidumbre de la bureta (calibración de la bureta), la incertidumbre estándar de la resolución de la bureta e incertidumbre estandar de variación de volumen y temperatura, se aplicó la incertidumbre tipo B (distribución normal, triangular y rectangular respectivamente).

$$u_{\text{estándar bureta}} = \frac{U}{2}$$

Dónde:

$u_{\text{estándar bureta}}$: Incertidumbre estándar de la bureta

$U = 0.05$ = Incertidumbre de la bureta (Dato obtenido del certificado de calibración N° MV15- 0777- 2015)

$$u_{\text{estándar resolución de bureta}} = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

Dónde:

$u_{\text{estándar resolución de bureta}}$: Incertidumbre de la resolución de la bureta

$a = 0.1$ = Resolución de la bureta (Dato obtenido del certificado de calibración N° MV15-0777- 2015)

$$u_{\text{estándar variación volumen y temperatura}} = \frac{\text{variación de Temp.} * \text{Coef. dilat} * \text{volumen}}{\sqrt{3}}$$

Dónde:

$u_{\text{estándar variación volumen y temperatura}}$: Incertidumbre estándar de la variación de volumen y temperatura

Volumen = Volumen de NaOH gastado en la estandarización

Variación de temperatura : ± 2 °C

Coeficiente de dilatación del agua a 1 °C = 0.00021

Paso 3.1.8 Se estimó la incertidumbre estándar de la pureza del reactivo grado primario (usado para la estandarización), para lo cual se aplicó una incertidumbre tipo B comportamiento correspondiente a una distribución rectangular.

$$u_{\text{estándar pureza del reactivo}} = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

Dónde:

$u_{\text{estándar pureza del reactivo}}$ = Incertidumbre estándar de la pureza del reactivo

$a = 100\% \pm 0,05\% = 1,0000 \pm 0,0005$ (Dato obtenido del certificado de análisis del reactivo)

Paso 3.1.9 Se estimó la incertidumbre estándar de la diferencia de las dos principales fuentes de incertidumbre de las que depende el mesurando de acuerdo al ensayo (humedad, ceniza, grasa y proteína), así mismo para calcular el resultado, se realizó la operación matemática (diferencia de pesos o volúmenes) según corresponda.

- Incertidumbre estándar

$$u(\text{estandar}_{(\text{Fuente a}-\text{Fuente b})}) = \sqrt{u_{\text{estandar (fuente a)}}^2 + u_{\text{estandar (fuente b)}}^2}$$

- Cálculo del resultado (diferencia de pesos o diferencia de volúmenes)

$$\text{Resultado} = (\text{Resultado promedio}_{\text{fuente a}} - \text{Resultado promedio}_{\text{fuente b}})$$

Paso 3.2 Etapa de la incertidumbre del sesgo para los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína

Paso 3.2.1 Se realizó el cálculo estadístico para un solo analista mediante la fórmula del promedio general ponderado (PGP), para obtener una media más exacta y que este dato tenga un peso y un grado de importancia.

$$\text{PGP} = \frac{(\text{Varianza 1} * \text{Media 1} + \text{Varianza 2} * \text{Media 2})}{(\text{Varianza 1} + \text{Varianza 2})}$$

Donde:

Varianza: Varianza de los resultados de las mediciones en dos tiempos

Media: Promedio de los resultados de las mediciones en dos tiempos

Paso 3.2.2 Se realizó la estimación de la incertidumbre estándar del sesgo.

$$u_{\text{estandar del sesgo}} = |\bar{x} - \mu|$$

Donde:

$u_{\text{estandar del sesgo}}$ = Incertidumbre estándar del sesgo

\bar{x} = Media

μ = Promedio general ponderado (PGP)

Paso 3.3 Etapa de la incertidumbre del analista para los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína

Paso 3.3.1 Se realizó el cálculo estadístico para un solo analista mediante la fórmula de la varianza agrupada (VA). Para ver la dispersión de datos mediante la desviación estándar promedio.

$$VA = \frac{(n1 - 1) * varianza 1 + (n2 - 1) * varianza 2}{(n1 - 1) + (n2 - 1)}$$

Donde:

n: Número de repeticiones en dos tiempos

Varianza: Varianza del analista participante en dos tiempos

Paso 3.3.2 Se realizó la estimación de la incertidumbre estándar del analista

$$u_{\text{estándar del analista}} = S_r = \sqrt{\text{varianza agrupada}^2}$$

Donde: S_r = Desviación estándar de los analistas participantes.

Paso N° 4. Se realizó la estimación de la incertidumbre estándar combinada mediante la ley de propagación de incertidumbre provenientes de cada fuente para los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína (EURACHEM/CITAC, 2012), (JCGM 100, 2008).

$$u_{\text{Combinada}} = \sqrt{u_{\text{estandar 1}}^2 + u_{\text{estandar 2}}^2 + u_{\text{estandar 3}}^2}$$

Paso 4.1 Se realizó la combinación de cada una de las estimaciones estandar halladas provenientes de la fuente de balanza mediante la ley de propagación de la incertidumbre.

$$u_{(\text{estándar balanza})} = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolucion}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$$

Paso 4.2 Se realizó la combinación de cada una de las estimaciones estandar halladas provenientes de la fuente del peso molecular del reactivo grado primario (usado para la estandarización) mediante la ley de propagación de la incertidumbre.

$$u_{\text{estandar PM reactivo}} = \sqrt{\text{peso molecular}_1^2 + \text{peso molecular}_2^2 + \text{peso molecular}_3^2 + \text{peso molecular}_4^2}$$

Paso 4.3 Se estimó la incertidumbre estándar combinada de la fuente: Normalidad de NaOH (reactivo titulante) = componente 1 + componente 2 + componente 3 + componente 4, para ello se realizó la combinación de las incertidumbres estándar estimadas mediante la aplicación de la ley de la propagación de la incertidumbre.

$$u_{\text{estandar fuente (NaOH)}} = \sqrt{u_{\text{est. comp.1}}^2 + u_{\text{est. comp.2}}^2 + u_{\text{est. comp.3}}^2 + u_{\text{est. comp.4}}^2}$$

**** Nota:** Se realizó la multiplicación del resultado de la fuente (normalidad NaOH) por la incertidumbre estándar estimada para obtener las unidades correspondientes y finalmente se estimó la incertidumbre promedio de las (n) réplicas obtenidas.

$$u_{\text{Normalidad NaOH}} = \text{Resultado (Normalidad NaOH)} \times u_{\text{estándar Normalidad NaOH}}$$

$$u_{\text{promedio (n)replicas}} = \frac{1}{n} \times \sqrt{u_{\text{NaOH}_1}^2 + u_{\text{NaOH}_2}^2 + u_{\text{NaOH}_3}^2 \dots}$$

Paso 4.4 Se estimó la incertidumbre estandar combinada de la bureta aplicando la ley de propagación de la incertidumbre

$$u_{\text{bureta}} = \sqrt{u_{\text{bureta}}^2 + u_{\text{estándar de la resolución}}^2}$$

Paso 4.5 Se estimó la incertidumbre estándar combinada del volumen gastado en la titulación

$$u_{\text{estándar volumen gastado}} = \sqrt{u_{\text{bureta}}^2 + u_{\text{variación de volumen y temperatura}}^2}$$

Paso N° 5. Se realizó la estimación de la incertidumbre relativa para cada una de las incertidumbres estándar halladas de cada fuente de incertidumbre correspondiente a la etapa del método, etapa del sesgo y etapa del analista para los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína (DA-acr-09D, 2014).

***** Nota:** Para la estimación de la incertidumbre relativa se tomara en cuenta la estimación descrita en el paso 3.1.9

Paso 5.1 Se realizó la estimación de la incertidumbre relativa del método para cada una de las incertidumbres estándar halladas de cada fuente de incertidumbre correspondiente a la etapa del método.

$$u_{\text{relativa del método}} = \frac{u(\text{estandar})}{\text{Resultado}}$$

Paso 5.2 Se estimó la incertidumbre relativa del peso de muestra

$$u_{\text{relativa peso de muestra}} = \frac{u_{\text{peso de la muestra}}}{\text{muestra}}$$

Paso 5.3 Se estimó la incertidumbre relativa del volumen gastado en la titulación

$$u_{\text{relativa del volumen gastado}} = \frac{u_{\text{estándar del volumen gastado}}}{\text{volumen}}$$

Paso 5.4 Se realizó la estimación de la incertidumbre relativa de la etapa del sesgo

$$u_{\text{relativa del sesgo}} = \frac{u(\text{estandar del sesgo})}{\text{Resultado(PGP)}}$$

Paso 5.5 Se realizó la estimación de la incertidumbre relativa de la etapa del analista

$$u_{\text{relativa del analista}} = \frac{u(\text{estandar del analista})}{\text{Resultado(PGP)}}$$

Paso N° 6. Se realizó la estimación de la incertidumbre combinada relativa de la etapa de incertidumbre del método, etapa de incertidumbre del sesgo y etapa de incertidumbre del analista por la ley de propagación de incertidumbre para los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína (DA-acr-09D, 2014).

$$u_{\text{relativa del método}} = \sqrt{\frac{u_{\text{estandar 1}}^2}{\text{Resultado 1}} + \frac{u_{\text{estandar 2}}^2}{\text{Resultado 2}} + \frac{u_{\text{estandar 3}}^2}{\text{Resultado 3}}}$$

Paso 6.1 Se realizó la combinación de la incertidumbre relativa de la etapa de incertidumbre del método, etapa de incertidumbre del sesgo y etapa de incertidumbre del analista por la ley de propagación de incertidumbre.

$$u_{\text{relativa combinada}} = \sqrt{u_{\text{rel. metodo}}^2 + u_{\text{rel. sesgo}}^2 + u_{\text{rel. analista}}^2}$$

Para obtener las unidades correspondientes se multiplico la incertidumbre relativa combinada por el mesurando

$$u_{\text{combinada}} = u_{\text{relativa combinada}} \times \text{Mсурando}$$

Paso N° 7. Se realizó la estimación de la incertidumbre expandida para los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína (EURACHEM/CITAC, 2012), (JCGM:GUM, 2008).

$$\text{Incertidumbre Expandida (U)} = u_{\text{relativa combinada}} \times (K)$$

Donde:

K= 2; Nivel de confianza al 95%

$u_{\text{relativa combinada}}$ = Incertidumbre combinada

Paso N° 8. Se realizó el reporte de los resultados y la interpretación correspondiente para los ensayos de humedad, ceniza, grasa y proteína (EURACHEM/CITAC, 2012), (JCGM:GUM, 2008).

Resultado (R) ± Incertidumbre expandida (U)

INTERPRETACION: El valor verdadero de la concentración del analito se encuentra en el intervalo

[R + U ; R – U] ; al 95% de confianza

CAPITULO III

RESULTADOS Y DISCUSIONES

3.1 RESULTADOS EN ENSAYO DE HUMEDAD

Los datos y resultados de la muestra de alimento de reconstitución instantánea, para la determinación de ensayo de humedad mediante el método gravimétrico según NTP 209.264 como se muestra en la tabla 1.

Tabla 1

Resultados del ensayo de humedad en alimento de reconstitución instantánea

CODIGO	TIEMPO	PESO DE PLACA	PESO DE LA MUESTRA (m)	PESO DE PLACA MAS MUESTRA (P1)	PESO DE PLACA MAS MUESTRA SECA (P2)	HUMEDAD %
LLP-MH-2016-1	Tiempo 1	26,3310	3,0002	29,3312	29,1960	4,51
LLP-MH-2016-2	Tiempo 1	26,4959	3,0011	29,4970	29,3617	4,51
LLP-MH-2016-3	Tiempo 1	26,2088	3,0013	29,2101	29,0748	4,51
LLP-MH-2016-4	Tiempo 1	38,4983	3,0011	41,4994	41,3637	4,52
LLP-MH-2016-5	Tiempo 1	38,2238	3,0014	41,2252	41,0896	4,52
LLP-MH-2016-6	Tiempo 1	32,8115	3,0016	35,8131	35,6778	4,51
LLP-MH-2016-7	Tiempo 1	33,9209	3,0008	36,9217	36,7861	4,52
LLP-MH-2016-8	Tiempo 1	25,9254	3,0006	28,9260	28,7905	4,52
LLP-MH-2016-9	Tiempo 1	35,3949	3,0011	38,3960	38,2601	4,53
LLP-MH-2016-10	Tiempo 1	35,3554	3,0009	38,3563	38,2205	4,53
LLP-MH-2016-11	Tiempo 1	32,6032	3,0008	35,6040	35,4683	4,52
LLP-MH-2016-12	Tiempo 1	26,1879	3,0001	29,1880	29,0525	4,52
LLP-MH-2016-13	Tiempo 1	32,3528	3,0005	35,3533	35,2175	4,53
LLP-MH-2016-14	Tiempo 1	32,5918	3,0005	35,5923	35,4565	4,53
LLP-MH-2016-15	Tiempo 1	26,3141	3,0001	29,3142	29,1791	4,50
LLP-MH-2016-16	Tiempo 2	32,2970	3,0001	35,2971	35,1621	4,50
LLP-MH-2016-17	Tiempo 2	34,5888	3,0000	37,5888	37,4531	4,52
LLP-MH-2016-18	Tiempo 2	35,4209	3,0008	38,4217	38,2862	4,52
LLP-MH-2016-19	Tiempo 2	33,4428	3,0005	36,4433	36,3083	4,50
LLP-MH-2016-20	Tiempo 2	34,5375	3,0011	37,5386	37,4031	4,52
LLP-MH-2016-21	Tiempo 2	26,1041	3,0013	29,1054	28,9694	4,53
LLP-MH-2016-22	Tiempo 2	26,1196	3,0013	29,1209	28,9851	4,52
LLP-MH-2016-23	Tiempo 2	37,9680	3,0014	40,9694	40,8338	4,52
LLP-MH-2016-24	Tiempo 2	37,1222	3,0004	40,1226	39,9873	4,51
LLP-MH-2016-25	Tiempo 2	32,4249	3,0014	35,4263	35,2911	4,50
LLP-MH-2016-26	Tiempo 2	31,0748	3,0012	34,0760	33,9401	4,53
LLP-MH-2016-27	Tiempo 2	33,7787	3,0005	36,7792	36,6435	4,52
LLP-MH-2016-28	Tiempo 2	38,4316	3,0007	41,4323	41,2971	4,51
LLP-MH-2016-29	Tiempo 2	36,6930	3,0008	39,6938	39,5578	4,53
LLP-MH-2016-30	Tiempo 2	35,0169	3,0013	38,0182	37,8826	4,52
PROMEDIO		32,4746	3,0008	35,4754	35,3398	4,52

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 1 se muestran los resultados de las 30 repeticiones de ensayo de humedad realizada a la muestra de alimento de reconstitución instantánea con código LLP-MH-2016 realizadas en dos tiempos: Tiempo 1 y Tiempo 2, determinándose que el promedio del porcentaje de humedad de la muestra es de 4,52% con un valor mínimo de 4,50 % y un valor máximo de 4,53 %. Estas 30 repeticiones difieren con lo realizado en Martines y Lira (2014) ellos realizaron 15 repeticiones; asimismo difiere con lo dicho en Vano et al. (2009) ellos realizaron 5 repeticiones.

3.1.1 RESULTADOS DE PRUEBA DE NORMALIDAD EN ENSAYO DE HUMEDAD

Para evaluar la distribución de datos se aplicó la prueba de normalidad como se observa en la figura 1.

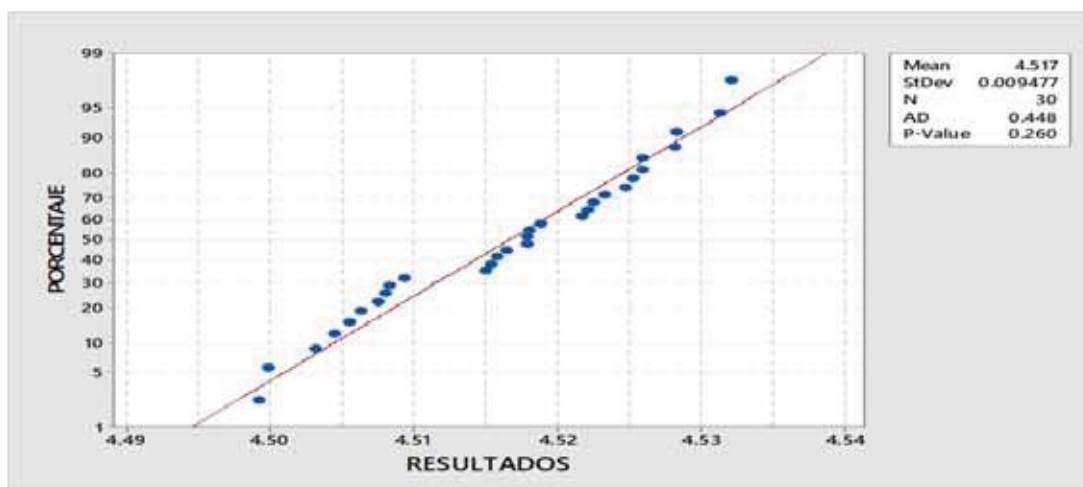


Figura 1. Prueba de normalidad para ensayo de humedad de alimento de reconstitución instantánea

(Fuente: Programa estadístico Minitab)

Aplicando el programa estadístico minitab versión 17, se determinó que la media de los resultados en humedad es igual a 4,52 %, con una desviación estándar igual a 0,009 y un P-Value igual a 0,260 este resultado indica que los datos tienen una distribución normal por ser mayor al nivel de significancia de 0.05.

3.1.2 RESULTADOS DE DETECCIÓN DE PUNTOS ATÍPICOS EN ENSAYO DE HUMEDAD

Para saber si los valores recopilados del ensayo de humedad tienen un efecto discordante en las evaluaciones estadísticas se realiza la detección de puntos atípicos como se presenta en la tabla 2.

Tabla 2

Detección de puntos atípicos del ensayo de humedad de alimento de reconstitución instantánea

N°	RESULTADOS	Z-SCORE	/Z SCORE/	CALIFICACIÓN
1	4,51	-1,0840	1,0840	SATISFACTORIO
2	4,51	-0,8750	0,8750	SATISFACTORIO
3	4,51	-0,9067	0,9067	SATISFACTORIO
4	4,52	0,5314	0,5314	SATISFACTORIO
5	4,52	0,1322	0,1322	SATISFACTORIO
6	4,51	-0,9542	0,9542	SATISFACTORIO
7	4,52	0,2275	0,2275	SATISFACTORIO
8	4,52	-0,0924	0,0924	SATISFACTORIO
9	4,53	1,2347	1,2347	SATISFACTORIO
10	4,53	0,9149	0,9149	SATISFACTORIO
11	4,52	0,5792	0,5792	SATISFACTORIO
12	4,52	-0,0130	0,0130	SATISFACTORIO
13	4,53	0,9785	0,9785	SATISFACTORIO
14	4,53	0,9785	0,9785	SATISFACTORIO
15	4,50	-1,4199	1,4199	SATISFACTORIO
16	4,50	-1,7716	1,7716	SATISFACTORIO
17	4,52	0,7064	0,7064	SATISFACTORIO
18	4,52	-0,1241	0,1241	SATISFACTORIO
19	4,50	-1,8349	1,8349	SATISFACTORIO
20	4,52	-0,1718	0,1718	SATISFACTORIO
21	4,53	1,5544	1,5544	SATISFACTORIO
22	4,52	0,8512	0,8512	SATISFACTORIO
23	4,52	0,1322	0,1322	SATISFACTORIO
24	4,51	-0,7640	0,7640	SATISFACTORIO
25	4,50	-1,2741	1,2741	SATISFACTORIO
26	4,53	1,2187	1,2187	SATISFACTORIO
27	4,52	0,6269	0,6269	SATISFACTORIO
28	4,51	-1,1632	1,1632	SATISFACTORIO
29	4,53	1,6341	1,6341	SATISFACTORIO
30	4,52	0,1481	0,1481	SATISFACTORIO
PROMEDIO(X)	4,52			
DESVIACION ESTANDAR (σ)	0,009			

Para el cálculo del Z- score se tomó en cuenta la fórmula y criterios de decisión descritas en la página 31. Fuente:

Elaboración propia

El cálculo del Z- score para datos normales muestra que los resultados obtenidos son menores o iguales a 2 con un valor mínimo de 0,0130 y un valor máximo de 1,8349, por lo tanto, el total de resultados son satisfactorios; es decir no existen datos atípicos.

3.1.3 RESULTADOS DEL MESURANDO EN ENSAYO DE HUMEDAD

Formula (3)

$$\% \text{Humedad} = \frac{P1 - P2}{m} \times 100$$

$$\% \text{Humedad} = \frac{35,4754 - 35,3398}{3,0008} \times 100$$

$$\% \text{Humedad} = 4,52 \%$$

Dónde:

Humedad: en porcentaje (%)

m: Peso de la muestra (g)

P1: Peso de la placa más muestra (g)

P2: Peso de la placa más muestra seca (g)

La determinación de humedad expresada en porcentaje contenida en 3 gramos de muestra biológica (mezcla de harinas).

3.1.4 RESULTADOS DE LA FUENTE DE INCERTIDUMBRE EN ENSAYO HUMEDAD

Para identificar la lista de las posibles fuentes de incertidumbre, para el ensayo de humedad, se realizó el diagrama de causa y efecto.

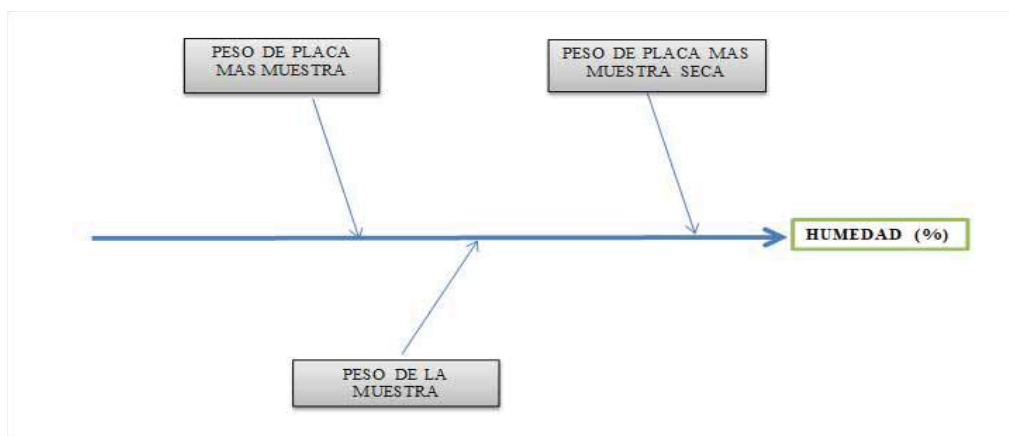


Figura 2. Diagrama de causa y efecto para ensayo humedad por modelo matemático

(Fuente: Elaboración propia)

En la figura 2, se muestra la identificación de tres fuentes de incertidumbre respecto al mesurando del ensayo de humedad (formula 3); siendo estas similares a lo realizado por Vano et al. (2009) asimismo coincide en Martines y Lira (2014).

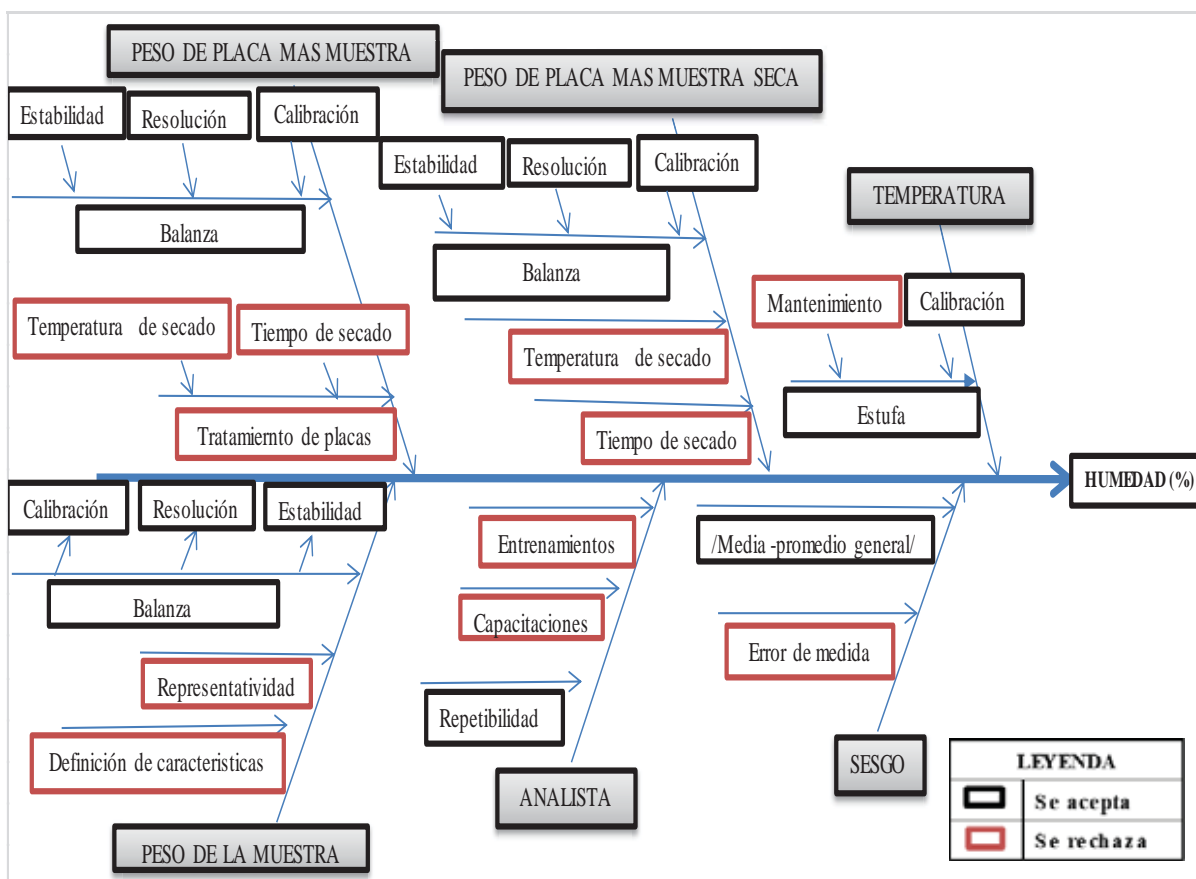


Figura 3. Diagrama de causa y efecto para ensayo humedad por fuente de variación

(Fuente: Elaboración propia)

En la figura 3, se muestra la identificación de las fuentes de incertidumbre con sus componentes siendo estas: Peso de placa más muestra, peso de placa más muestra seca, peso de la muestra, además se incluye como fuente de incertidumbre al analista, temperatura y sesgo porque tendría un aporte considerable en la estimación de incertidumbre a pesar que no se menciona en el mesurando (formula 3). Cada uno de los componentes se analizó rechazando aquellas fuentes que no aportan o que se duplican o que son poco significativas para la estimación de la incertidumbre como se muestra en los casilleros de color rojo. Así mismo este análisis es similar con lo realizado por Vano et al. (2009) ellos identificaron

como fuentes: la masa de la capsula, masa de la muestra, masa de la capsula con la muestra seca y repetibilidad del método, pero difieren en la identificación de la fuente de temperatura y sesgo del método. Para Martines y Lira (2014) identificaron como fuentes: la masa de la muestra, masa del recipiente, masa del recipiente con la muestra seca tambien es similar pero difiere en la identificación de fuente de temperatura, sesgo y analista.

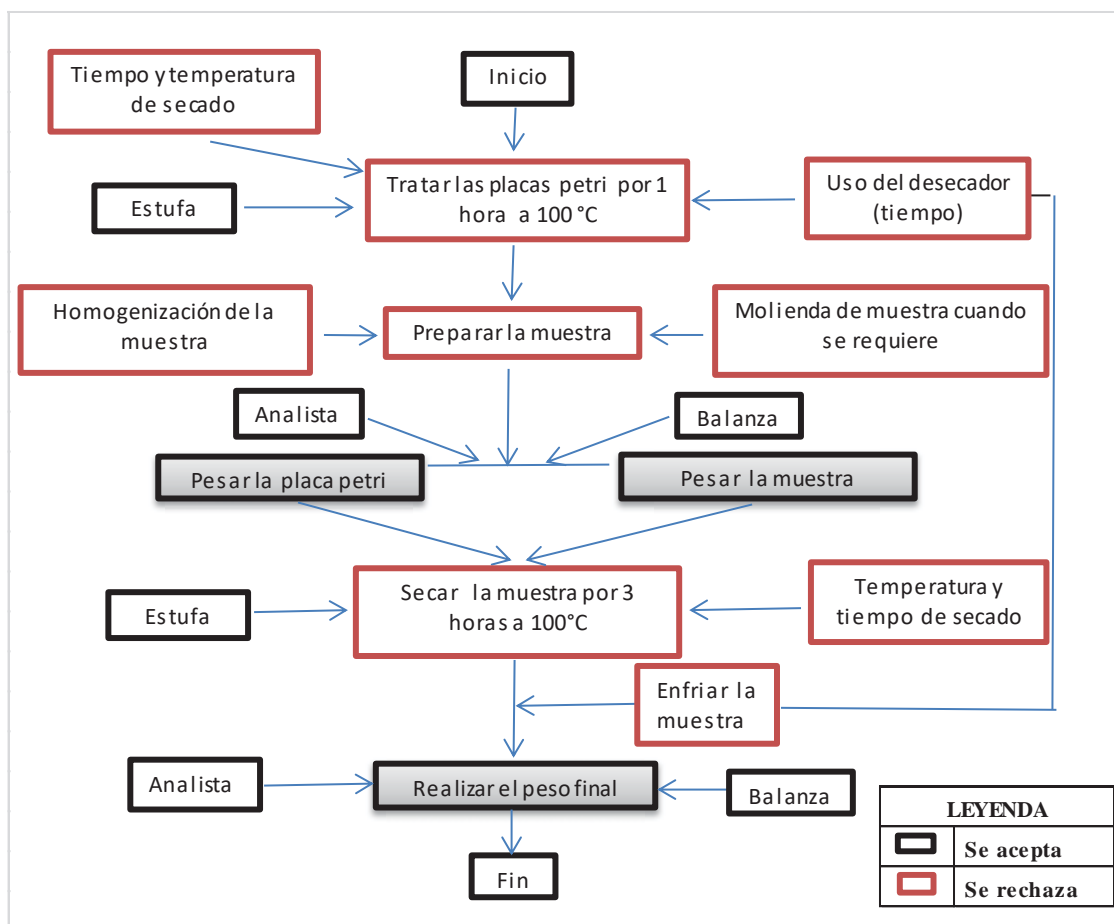


Figura 4. Diagrama de causa y efecto para ensayo humedad por proceso de diagrama de flujograma

(Fuente: Elaboración propia)

La figura 4, muestra el diagrama de causa y efecto por proceso de diagrama de flujograma para profundizar el método, realizando la descripción completa de las diferentes etapas del procedimiento, además de la influencia que existe entre ellas. Se identificó la **etapa de tratamiento** de material de vidrio a una temperatura de 100°C, la etapa de preparación de la muestra con influencia de la homogenización y molienda de la muestra, cabe resaltar el peso de la placa petri más la muestra con una cantidad de 3 gramos influenciada por la calibración de la balanza y la participación del analista, también se identificó la **etapa de secado** de la

muestra a 100°C por un tiempo de 3 horas influenciada por la calibración de la estufa, la temperatura de secado y la **etapa del pesaje final** influenciada por la calibración de estufa y la participación del analista. Después del proceso de análisis se rechazaron aquellos procedimientos que no aportan fuentes de incertidumbre considerables como se muestra en casilleros de color rojo.

3.1.5 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR Y RELATIVA EN EL ENSAYO DE HUMEDAD

Se realizó la estimación de las incertidumbres estándar y relativa de cada una de las fuentes identificadas en el ensayo de humedad. Las fuentes identificadas son:

Mesurando: Humedad (%) (**Formula 3 pág. 45**)

Fuente 1: P1: Peso de placa más muestra (g)

Fuente 2: m: Peso de la muestra (g)

Fuente 3: P2: Peso de placa más muestra seca (g)

Fuente 4: T: Temperatura

Fuente 5: S: Sesgo

Fuente 6: A: Analista

Tabla 3

Estimación de las incertidumbres estándar y relativa en ensayo de humedad en alimento de reconstitución instantánea

PASO 3.1: Etapa de la incertidumbre del método		
Nº Paso	Fuente	Incertidumbre estándar
Paso: 3.1.1 Incertidumbre de la balanza (Incertidumbre expandida de la medición)	Fuente 1 (P1) Peso de la placa más muestra P1= 35,4754	$U_R = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * R^2}$ <p>Dónde: R= resultados de las mediciones promedios</p> $U_{RP1} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 35,4753^2}$ $U_{RP1} = 0,000472$

	Fuente 2 (m) Peso de la muestra m= 3,0008	$U_{R_m} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 3,0008^2}$ $U_{R_m} = 0,000022$
	Fuente 3 (P2) Peso de la placa más muestra seca P2=35,3398	$U_{R_{P2}} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 35,3398^2}$ $U_{R_{P2}} = 0,000264$
Paso: 3.1.2 Incertidumbre estándar de la balanza		$u = \frac{a}{2}$ Donde a = U_R : incertidumbre expandida de medición de la fuente 1,2,3
	Fuente 1 (P1) Peso de la placa más muestra	$u_{P1} = \frac{0,000472}{2}$ $u_{P1} = 0,000236$
	Fuente 2 (m) Peso de la muestra	$u_m = \frac{0,000022}{2}$ $u_m = 0,000011$
	Fuente 3 (P2) Peso de la placa más muestra seca	$u_{P2} = \frac{0,000264}{2}$ $u_{P2} = 0,000132$
Paso: 3.1.3 Incertidumbre estándar de la resolución de la balanza	Fuente 1 (P1) Fuente 2 (m) Fuente 3 (P2)	$u = \frac{a}{\sqrt{3}}$ $u = \frac{0,0001}{\sqrt{3}}$ $u = 0,000058$ Donde a= resolución de la balanza =0,0001 (dato obtenido del certificado de calibración de la balanza)
Paso 3.1.4 Incertidumbre estándar de la estabilidad de la balanza	Fuente 1(P1) Fuente 2 (m) Fuente 3 (P2)	$u = \frac{a}{\sqrt{3}}$ $u = \frac{0,0002}{\sqrt{3}}$ $u = 0,000115$ Donde a= 2*S (dato obtenido del manual el abc de la pesada) S= resolución de la balanza = 0,0001
Paso 3.1.5 Estimación de la incertidumbre estándar de la temperatura	Fuente 4 (T) Temperatura	$u = \frac{a}{2}$ $u = \frac{0,2}{2}$ $u = 0,100000$ Donde a=incertidumbre expandida (U) de la temperatura de la estufa a 100°C (dato obtenido del certificado de calibración de la estufa)
Paso 4.1 Combinación de las incertidumbre	Fuente 1 (P1) Peso de la placa más muestra	$u_{P1(\text{peso de la placa+muestra})} = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolucion}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_{P1} = \sqrt{0,00024^2 + 0,000058^2 + 0,0001154^2}$ $u_{P1} = 0,000269$

estándar por la ley de la propagación de la incertidumbre	Fuente 2 (m) Peso de la muestra	$u_{m(\text{muestra})} = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolucion}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_m = \sqrt{0,00001^2 + 0,000058^2 + 0,0001154^2}$ $u_m = 0,000130$
	Fuente 3 (P2) Peso de la placa más muestra seca	$u_{P2(\text{peso de la placa+muestra seca})} = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolucion}}^2 + u_{\text{estab.}}^2}$ $u_{P2} = \sqrt{0,00013^2 + 0,000058^2 + 0,0001154^2}$ $u_{P2} = 0,000185$
Paso 5 Estimación de la incertidumbre relativa del método	Fuente 1 - Fuente 3 Incertidumbre relativa del Peso de placa más muestra (P1) – peso de placa más muestra seca (P2)	<p>*** Nota: Paso 3.1.9: Estimación de la incertidumbre estándar de la diferencia de pesos</p> <p>(Fuente 1 - Fuente 3) = (peso de la placa más muestra (P1) - peso de la placa más muestra seca (P2))</p> $u_{\text{estandar}(P1-P2)} = \sqrt{u_{\text{estandar } P1}^2 + u_{\text{estandar } P2}^2}$ $u_{(P1-P2)} = \sqrt{0,000269^2 + 0,000185^2}$ $u_{(P1-P2)} = 0,000326$ <p><u>Cálculo del resultado (diferencia de pesos)</u></p> <p>Resultado = (Resul. promedio_{fuente 1} – Resul. promedio_{fuente 3})</p> <p>(P1 – P2) = (35,4754 – 35,3398)</p> <p>(P1 – P2) = 0,1355</p>
		$u_{\text{relativa } (P1-P2)} = \frac{u_{\text{estandar } (P1-P2)}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa } (P1-P2)} = \frac{0,000326}{0,1355} = 0,002407$
	Fuente 2: Incertidumbre relativa muestra (m)	$u_{\text{relativa } (m)} = \frac{u_{\text{estandar } (m)}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa } (m)} = \frac{0,000130}{3,0008} = 0,000043$
	Fuente 4: Incertidumbre relativa temperatura (T)	$u_{\text{relativa } (T)} = \frac{u_{\text{estandar } (T)}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa } (T)} = \frac{0,10000}{100} = 0,001000$

<p style="text-align: center;">Paso 6 Combinación de las incertidumbres relativas del método por la ley de propagación de incertidumbre</p>	$u_{\text{relativa método}} = \sqrt{u_{(P2-P1)}^2 + u_{\text{rel}(m)}^2 + u_{\text{rel}(T)}^2}$ $u_{\text{relativa método}} = \sqrt{0,002407^2 + 0,000043^2 + 0,001000^2}$ $u_{\text{relativa método}} = 0,0026$
<p>En la etapa del método, se muestran los resultados de la estimación de incertidumbre estándar, para la fuerza 1 (P1): peso de la placa más muestra de 0,000269, fuerza 2 (m): peso de la muestra de 0,000130 y fuerza 3 (P2): peso de la placa más muestra seca de 0,000185, se cuantifico como influencia principal a la calibración de la balanza la cual presenta tres fuentes potenciales: la incertidumbre de la balanza (incertidumbre expandida) obtenida del certificado de calibración, la resolución y estabilidad de la balanza. Para la fuerza 4 (T): temperatura, se aplicó la distribución normal como parte de la incertidumbre tipo B, la incertidumbre estándar fue de 0,1. Y como parte del cálculo de incertidumbre relativa se estimó la incertidumbre estándar de la diferencia de pesos (P1-P2) con 0,000326. Cabe resaltar que las incertidumbres estándar de cada fuente se calcularon a incertidumbres relativas para ser combinadas mediante la ley de propagación de incertidumbre y poder estimar la incertidumbre combinada relativa del método, con un resultado de 0,0026.</p>	
<p>PASO 3.2: Etapa de la incertidumbre del sesgo Fuente: sesgo</p>	
<p style="text-align: center;">Paso 3.2.1 Promedio General Ponderado</p>	<p>Calculo estadístico del promedio general ponderado para obtener una media más exacta por ser un solo analista</p> <p style="text-align: center;">Formula (4)</p> $PGP = \frac{(\text{Varianza 1} * \text{Media 1} + \text{Varianza 2} * \text{Media 2})}{(\text{Varianza 1} + \text{Varianza 2})}$ <p>Donde: Varianza 1 = varianza en el tiempo 1 = 0.0077 Varianza 2 = varianza en el tiempo 2 = 0.0103 Media 1 = promedio de los resultados en el tiempo 1= 4.5176 Media 2 = promedio de los resultados en el tiempo 2= 4.5169</p> $PGP = \frac{(0,0077 * 4,5176 + 0,0103 * 4,5169)}{(0,0077 + 0,0103)}$ <p>PGP= 4,52</p>

<p style="text-align: center;">Paso 3.2.2 Estimación de la incertidumbre estándar del sesgo</p>	$u_{\text{estándar del sesgo}} = \bar{x} - \mu $ <p>Donde:</p> <p>$u_{\text{(estándar del sesgo)}} = \text{incertidumbre estándar del sesgo}$</p> <p>$\bar{x}$ = promedio de resultados del analista</p> <p>μ = promedio general ponderado del analista</p> $u_{\text{estándar del sesgo}} = 4,5173 - 4,52 $ $u_{\text{estándar del sesgo}} = 0,0027$
<p style="text-align: center;">Paso 5.4 Estimación de la incertidumbre relativa del sesgo</p>	$u_{\text{relativa del sesgo}} = \frac{u_{\text{estándar del sesgo}}}{\text{resultado (PGP)}}$ $u_{\text{relativa del sesgo}} = \frac{0,0027}{4,52}$ $u_{\text{relativa del sesgo}} = 0,0006$
<p>Para la etapa del sesgo se calculó el promedio general ponderado debido a que la repetibilidad del método se realizó por un solo analista, luego se procedió a la estimación de la incertidumbre estándar del sesgo para obtener la incertidumbre relativa con un resultado de 0,0006.</p>	
<p style="text-align: center;">PASO 3.3: Etapa de la incertidumbre del analista Fuente: analista</p>	
<p style="text-align: center;">Paso 3.3.1 Varianza Agrupada</p>	<p>Calculo estadístico de la varianza agrupada mediante la desviación estándar promedio por ser un solo analista</p> <p><u>Formula (5)</u></p> $VA = \frac{(n1 - 1) * \text{varianza 1} + (n2 - 1) * \text{varianza 2}}{(n1 - 1) + (n2 - 1)}$ <p>Donde:</p> <p>$n1$ = Número de datos del tiempo 1 = 15</p> <p>$n2$ = Número de datos del tiempo 2 = 15</p> <p>Varianza 1 = varianza de datos en el tiempo 1 = 0.0077</p> <p>Varianza 2 = varianza de datos en el tiempo 2 = 0.0103</p> $VA = \frac{(15 - 1) * 0,0077 + (15 - 1) * 0,0103}{(15 - 1) + (15 - 1)}$ $VA = 0,0090$

<p style="text-align: center;">Paso 3.3.2 Estimación de la incertidumbre estándar del analista</p>	$u_{\text{estándar del analista}} = S_r = \sqrt{\text{varianza agrupada}^2}$ $u_{\text{estándar del analista}} = \sqrt{(0.0090)^2}$ $u_{\text{estándar del analista}} = 0,0090$
<p style="text-align: center;">Paso 5.5 Estimación de la incertidumbre relativa del analista</p>	$u_{\text{relativa analista}} = \frac{u_{\text{estándar del analista}}}{\text{resultado (PGP)}}$ $u_{\text{relativa analista}} = \frac{0,0090}{4,52}$ $u_{\text{relativa analista}} = 0,0019$
<p>En la etapa del analista se realizó el cálculo de la varianza agrupada debido a que la repetibilidad del método se realizó por un solo analista, resultado que es considerado como la incertidumbre estándar del analista, para luego obtener la incertidumbre relativa con un resultado de 0,0019.</p>	

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 3 las estimaciones de incertidumbre relativas obtenidas en la etapa del método, sesgo y analista no son comparables con lo obtenido en Vano et al. (2009) asimismo en Martines y Lira (2014) debido a que ellos solo estimaron la incertidumbre estándar de cada fuente y no llegaron a realizar la estimación de incertidumbre relativa.

3.1.6 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA COMBINADA E INCERTIDUMBRE EXPANDIDA EN ENSAYO DE HUMEDAD

Se realizó la estimación de la incertidumbre estándar relativa combinada y expandida además de la expresión e interpretación del resultado como se muestra en la tabla 4.

Tabla 4

Estimación de incertidumbre relativa combinada y expandida del ensayo de humedad en alimento de reconstitución instantánea

Paso	Ensayo	Mesurando	Incertidumbre estándar relativa combinada (método + sesgo + analista)
Paso 6.1	Humedad	4.52 %	$u_{\text{relativa combinada}} = \sqrt{u_{\text{relativa metodo}}^2 + u_{\text{relativa sesgo}}^2 + u_{\text{relativa analista}}^2}$ $u_{\text{relativa combinada}} = \sqrt{0,0026^2 + 0,0006^2 + 0,0019^2}$ $u_{\text{relativa combinada}} = 0,0033$ $u_{\text{combinada}} = u_{\text{relativa combinada}} \times \text{Mesurando}$ $u_{\text{combinada}} = 0,0033 \times 4,52$ $u_{\text{combinada}} = 0,0151 \%$
Paso 7	Incertidumbre expandida (U)		$U_{\text{Expandida}} = u_{\text{combinada}} \times K$ $U_{\text{Expandida}} = 0,0151 \times 2$ $U_{\text{Expandida}} = 0,03 \%$
Paso 8	Reporte del resultado		Resultado (R) ± Incertidumbre expandida (U)
	Interpretación del resultado		4,52 % ± 0,03 %
	El valor verdadero de la concentración del analito se encuentra entre el intervalo de (4,49 % - 4,55 %)		

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 4 se muestra la estimación de la incertidumbre relativa combinada de la etapa del método, sesgo y analista obteniendo un resultado de 0,0151 %, dato que se utiliza para el cálculo de la incertidumbre expandida en el ensayo de humedad siendo igual a 0,03 % en mezcla de harinas alimento de reconstitución instantánea, este resultado difiere con lo obtenido en Vano et al. (2009) encontrando una incertidumbre de humedad de 0,06 % en harina de maíz pre cocida, asimismo este resultado también difiere con lo obtenido en Martines y Lira (2014) encontrando una incertidumbre menor al 0,4 % esto debido que trabaja en una matriz de cereales. Cabe resaltar que este resultado se encuentra por debajo del rango mínimo óptimo de 0.10% establecido en el laboratorio Louis Pasteur además de mostrar un rango máximo de 0.53% de estimación de incertidumbre.

3.1.7 CONTRIBUCIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE QUE PARTICIPAN EN EL ENSAYO DE HUMEDAD

Para analizar la contribución de las fuentes de incertidumbre identificadas durante el proceso de estimación se realizó un presupuesto de la incertidumbre como se muestra en la tabla y figura 5.

Tabla 5

Contribución de la incertidumbre estimada en ensayo de humedad en alimento de reconstitución instantánea

	Componentes de la incertidumbre	Factores	Valor	$u(\text{relativa})$	$u(\text{relativa})^2$	Contribución (%)	
Método	PESO DE PLACA MAS MUESTRA - PESO DE PLACA MAS MUESTRA SECA	p1 - p2	0,1355	0,002407	0,000006	52%	
	MUESTRA	m	3,0008	0,000043	0,000000002	0%	
	TEMPERATURA	T °C	100	0,001000	0,000001000	9%	
		Analista		0,0019	0,000004000	36%	
		Sesgo		0,0006	0,000000400	3%	
					Urel. comb ²	0,000011	
					Urel. comb	0,0033	
				Ucomb	0,015		
				Uexp	0,03		

Fuente: Elaboración propia

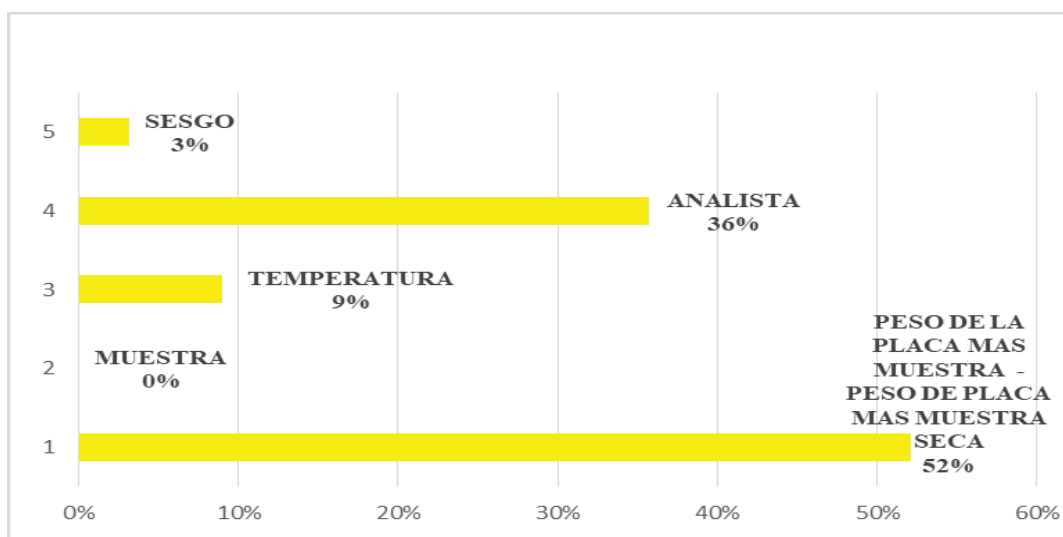


Figura 5. Contribución de las fuentes de la incertidumbre en el ensayo de humedad

(Fuente: Elaboración propia)

En la tabla y figura 5 se muestran los valores y resultados de las cuantificaciones de cada fuente de incertidumbre obtenidas durante la etapa del método, sesgo y analista. Estos datos permiten hallar la contribución significativa a la estimación de incertidumbre en ensayo de humedad identificando que la diferencia de pesos (peso de placa más muestra menos peso de la placa más muestra seca) ($P1-P2$) es la fuente que aporta con una mayor contribución de 52 %. La segunda fuente con mayor contribución es el analista con un valor de 36 % así mismo las fuentes que aportan con menor contribución a la estimación de la incertidumbre en humedad es la temperatura con un 9 %, sesgo con 3 % y muestra con un 0%. Este resultado coincide con lo reportado por Martines y Lira (2014), donde la fuente que aporta mayor contribución en la estimación de la incertidumbre es el peso de la placa más masa seca, esto se debe a la balanza usada, al tamaño de partícula de la muestra, al tamaño de la masa de la muestra, al tiempo de secado, a los efectos de temperatura dentro del horno y la humedad relativa en la muestra seca. Este resultado difiere con lo reportado por Vano et al. (2009) que indican que la fuente con mayor contribución en la estimación de incertidumbre en harina de maíz–pre cocida es la repetibilidad del método correspondiente a la evaluación tipo A, este resultado se debe a que se utilizaron datos colaborativos de interlaboratorios.

3.2 RESULTADOS EN ENSAYO DE CENIZA

Los datos y resultados de la muestra de alimento de reconstitución instantánea para la determinación de ensayo de ceniza mediante el método gravimétrico según NTP 209.265 como se muestra en la tabla 6.

Tabla 6

Resultados del ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea

CODIGO	TIEMPO	MASA DEL CRISOL (M1)	MASA DE LA MUESTRA (M)	MASA DEL CRISOL MAS CENIZAS (M2)	CENIZA%
LLP-MH-2016-1	Tiempo 1	26,0283	2,0002	26,0701	2,09
LLP-MH-2016-2	Tiempo 1	21,3487	2,0002	21,3906	2,09
LLP-MH-2016-3	Tiempo 1	16,0536	2,0000	16,0955	2,10
LLP-MH-2016-4	Tiempo 1	22,5066	2,0003	22,5487	2,10
LLP-MH-2016-5	Tiempo 1	16,0239	2,0002	16,0661	2,11
LLP-MH-2016-6	Tiempo 1	20,7169	2,0001	20,7589	2,10
LLP-MH-2016-7	Tiempo 1	18,4259	2,0001	18,4677	2,09
LLP-MH-2016-8	Tiempo 1	27,8555	2,0002	27,8975	2,10
LLP-MH-2016-9	Tiempo 1	18,1535	2,0002	18,1953	2,09
LLP-MH-2016-10	Tiempo 1	20,1851	2,0003	20,2272	2,10
LLP-MH-2016-11	Tiempo 1	20,7170	2,0012	20,7590	2,10
LLP-MH-2016-12	Tiempo 1	22,5070	2,0009	22,5489	2,09
LLP-MH-2016-13	Tiempo 1	27,8563	2,0006	27,8985	2,11
LLP-MH-2016-14	Tiempo 1	18,1539	2,0003	18,1961	2,11
LLP-MH-2016-15	Tiempo 1	16,0538	2,0006	16,0956	2,09
LLP-MH-2016-16	Tiempo 2	23,3643	2,0015	23,4064	2,10
LLP-MH-2016-17	Tiempo 2	16,0242	2,0001	16,0665	2,11
LLP-MH-2016-18	Tiempo 2	26,0290	2,0014	26,0710	2,10
LLP-MH-2016-19	Tiempo 2	21,3489	2,0001	21,3912	2,11
LLP-MH-2016-20	Tiempo 2	18,4265	2,0001	18,4686	2,10
LLP-MH-2016-21	Tiempo 2	16,0256	2,0006	16,0674	2,09
LLP-MH-2016-22	Tiempo 2	26,0313	2,0006	26,0731	2,09
LLP-MH-2016-23	Tiempo 2	20,7194	2,0003	20,7615	2,10
LLP-MH-2016-24	Tiempo 2	22,5092	2,0003	22,5510	2,09
LLP-MH-2016-25	Tiempo 2	18,4296	2,0009	18,4718	2,11
LLP-MH-2016-26	Tiempo 2	20,1892	2,0005	20,2310	2,09
LLP-MH-2016-27	Tiempo 2	20,7202	2,0005	20,7625	2,11
LLP-MH-2016-28	Tiempo 2	26,0307	2,0009	26,0728	2,10
LLP-MH-2016-29	Tiempo 2	26,0507	2,0007	26,0930	2,11
LLP-MH-2016-30	Tiempo 2	20,7208	2,0008	20,7627	2,09
PROMEDIO		21,1735	2,0005	21,2155	2,10

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 6 se observa los resultados promedios de las 30 repeticiones de la muestra en alimento de reconstitución instantánea con código de LLP-MH-2016, realizados en dos tiempos: Tiempo 1 y Tiempo 2, se determinó que el cálculo del porcentaje promedio de

ceniza es de 2,10% con un valor mínimo de 2,09% y un valor máximo de 2,11%. Estos 30 resultados difieren con lo dicho en Vano et al. (2009) ellos realizaron 15 repeticiones.

3.2.1 RESULTADOS DE PRUEBA DE NORMALIDAD EN ENSAYO DE CENIZA

Para evaluar la distribución de datos, se aplicó la prueba de normalidad como se observa en la figura 6.

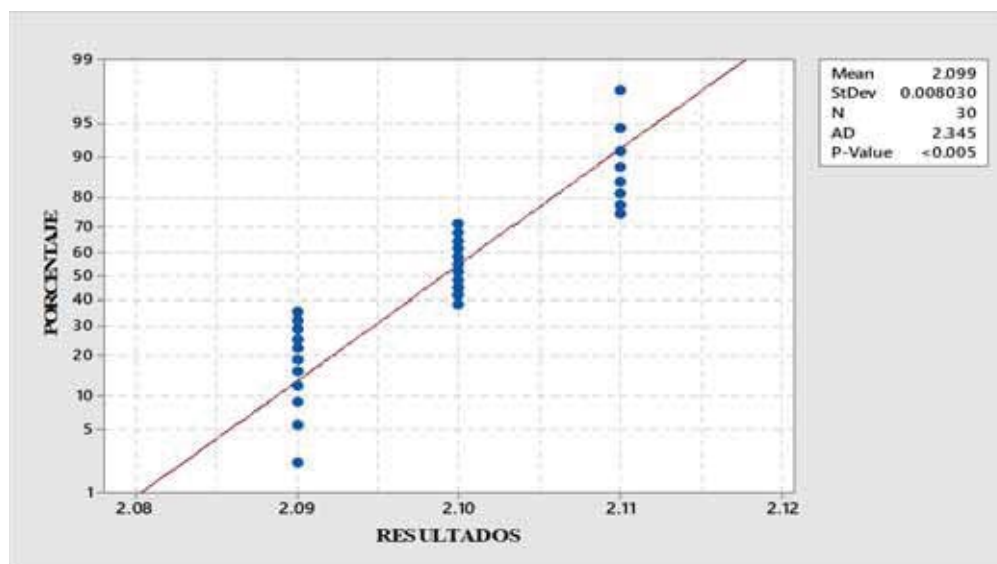


Figura 6. Prueba de normalidad para ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea

(Fuente: Programa estadístico Minitab)

A través del programa estadístico minitab versión 17 se determinó que la media de los resultados en ceniza es 2,09 %, con una desviación estándar igual a 0,008, el valor de P-value es igual a 0,005 este valor fue menor que el nivel de significancia de 0,05 por lo que podemos afirmar que los datos no se distribuyen normalmente.

3.2.2 RESULTADOS EN DETECCIÓN DE PUNTOS ATÍPICOS EN ENSAYO DE CENIZA

Para poder analizar la distancia respecto a la media se realizó la detección de puntos atípicos como se presenta en la tabla 7.

Tabla 7

Detección de puntos atípicos en ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea

N°	RESULTADOS	/Xi -Me/	Z-SCORE	/Z SCORE/	CALIFICACIÓN
1	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
2	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
3	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
4	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
5	2,11	0,011	0,8242	0,8242	SATISFACTORIO
6	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
7	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
8	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
9	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
10	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
11	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
12	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
13	2,11	0,011	0,8242	0,8242	SATISFACTORIO
14	2,11	0,011	0,8242	0,8242	SATISFACTORIO
15	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
16	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
17	2,11	0,011	0,8242	0,8242	SATISFACTORIO
18	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
19	2,11	0,011	0,8242	0,8242	SATISFACTORIO
20	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
21	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
22	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
23	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
24	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
25	2,11	0,011	0,8242	0,8242	SATISFACTORIO
26	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
27	2,11	0,011	0,8242	0,8242	SATISFACTORIO
28	2,10	0,001	0,0749	0,0749	SATISFACTORIO
29	2,11	0,011	0,8242	0,8242	SATISFACTORIO
30	2,09	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
PROMEDIO (X)	2,10				
MEDIANA(X)	0,01				
DESVIACION ESTANDAR ROBUSTA (S*)	0,013				

Para el cálculo del Z- score se tomó en cuenta la fórmula y criterios de decisión descritas en la página 31. Fuente:

Elaboración propia

El cálculo de Z- score, para datos no normales en ensayo de ceniza muestra que los resultados obtenidos son menores o igual a 2 con un valor mínimo de 0,0749 y un valor máximo de

0,8242, por lo tanto, el total de resultados son satisfactorios, lo que indica que no existe presencia de puntos atípicos.

3.2.3 RESULTADOS DEL MESURANDO Y MODELO MATEMATICO EN ENSAYO DE CENIZA

Formula (6)

$$\%Ceniza = \frac{(M2 - M1)}{M} \times 100$$

$$\%Ceniza = \frac{(21,2155 - 21,1735)}{2.0005} \times 100$$

$$\%Ceniza = 2,10 \%$$

Dónde:

Ceniza: en porcentaje %

M = Masa de la muestra (g)

M1= Masa del crisol (g)

M2= Masa del crisol más cenizas (g)

La determinación de ceniza expresada en porcentaje contenida en 2 gramos de muestra biológica (mezcla de harinas).

3.2.4 RESULTADOS DE FUENTE DE INCERTIDUMBRE EN ENSAYO DE CENIZA

Para identificar la lista de las posibles fuentes de incertidumbre para el ensayo de ceniza se realizó el diagrama de causa y efecto.

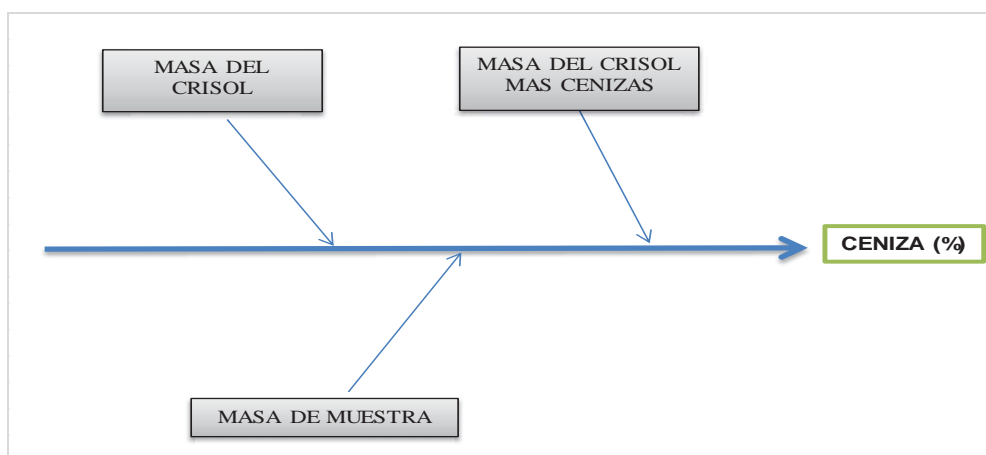


Figura 7. Diagrama de causa y efecto para ensayo de ceniza por modelo matemático

(Fuente: Elaboración propia)

En la figura 7 se muestra la identificación de tres fuentes de incertidumbre significativas de acuerdo al mesurando del ensayo de ceniza (formula 6), estas fueron similares a la identificación que se realizó en Vano et al. (2009).

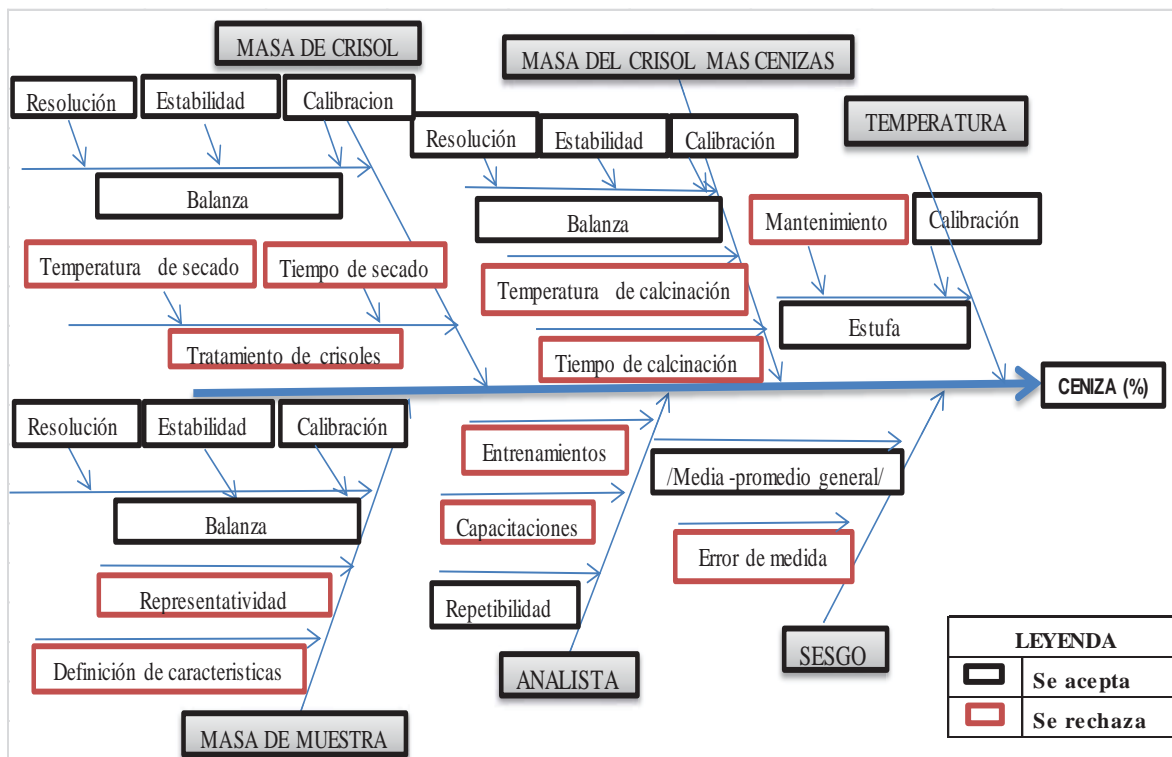


Figura 8. Diagrama de causa y efecto para ensayo de ceniza por fuente de variación

(Fuente: Elaboración propia)

Se realizó la identificación de las fuentes de incertidumbre con sus respectivos componentes como se muestra en la figura 8, siendo estas la masa del crisol, masa del crisol más cenizas, masa de la muestra además se incluye como fuente de incertidumbre al analista, temperatura y sesgo porque se podrían considerar importantes fuentes de incertidumbre a pesar que no se menciona en el mesurando (formula 6).

Al analizar cada uno de los componentes, fueron rechazados aquellos que se duplican, que no aportan o que son poco significativas para la estimación de la incertidumbre como se muestra en los casilleros de color rojo. Este análisis es similar por lo realizado en Vano et al. (2009) se identificaron: masa del crisol vacío, masa del crisol con la muestra, masa del crisol con cenizas, repetibilidad del método y tiempo/temperatura, pero difieren con la identificación de la fuente del sesgo.

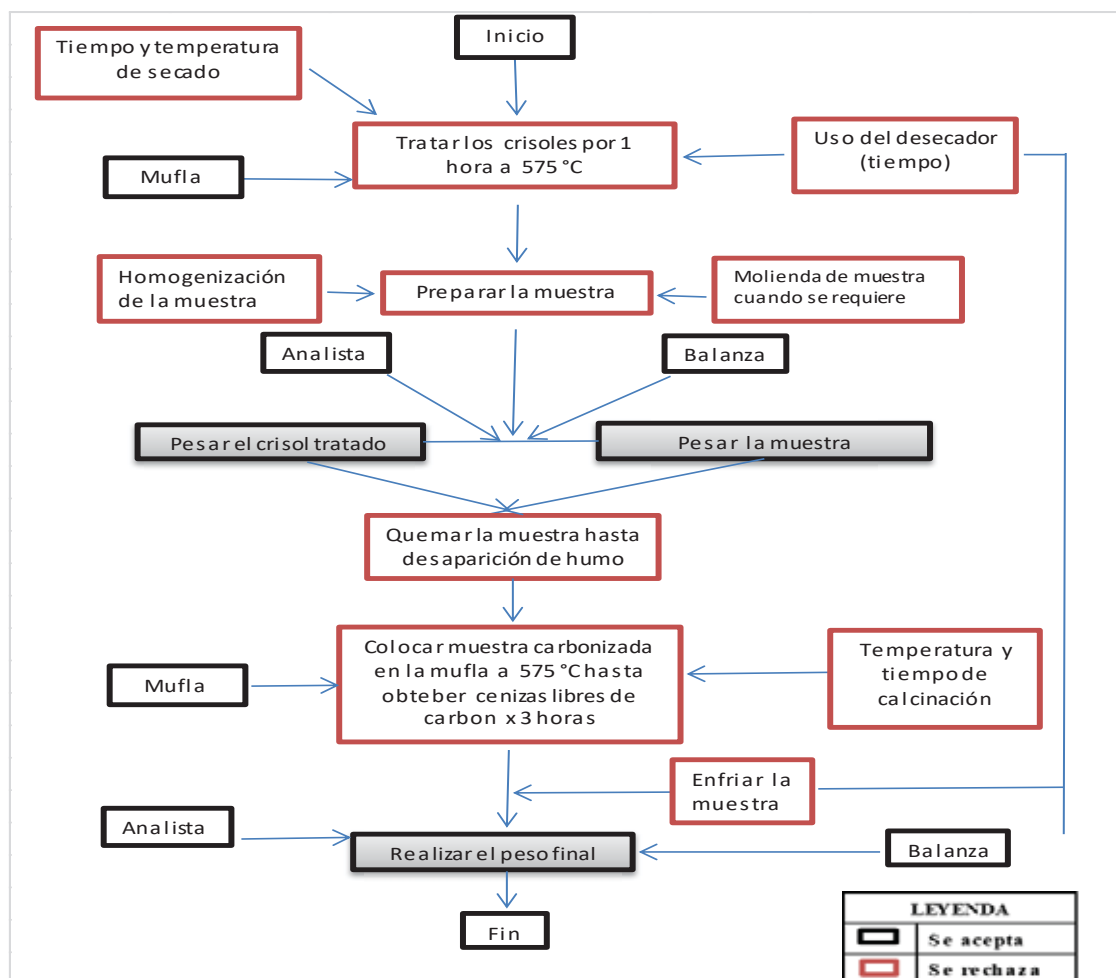


Figura 9. Diagrama de causa y efecto para ensayo de ceniza por proceso de diagrama de flujograma
(Fuente: Elaboración propia)

Para profundizar el método se realizó la descripción detallada de las diferentes etapas del procesamiento a través del diagrama de causa y efecto por proceso de diagrama de flujograma como se muestra en la figura 9. Se identificó la **etapa de tratamiento** de material a una temperatura de 575°C, seguida de la **etapa de la preparación de la muestra** con influencia de la homogenización y molienda de la muestra, la etapa del peso del crisol más la muestra con una cantidad de 3 gramos, influenciada por la calibración de la balanza y la participación del analista, la **etapa de la incineración** de la muestra a una temperatura de 575°C por un tiempo de 3 horas hasta que la muestra tome un color blanco o gris influenciada por la calibración de la mufla y la temperatura de incineración, la **etapa del peso final**

influenciada por la calibración de la mufla y la participación del analista. Después de identificar cada etapa del método se rechazaron aquellos procedimientos que no aportan fuentes de incertidumbre como se muestra en casilleros de color rojo.

3.2.5 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR Y RELATIVA EN ENSAYO DE CENIZA

Se realizó la estimación de incertidumbre estándar y relativa de cada una de las fuentes de incertidumbre identificadas en el ensayo de ceniza.

Mesurando: Ceniza (%) (**Formula 6 pág. 60**)

Fuente 1: M1= Masa del Crisol (g)

Fuente 2: M = Masa de la muestra (g)

Fuente 3: M2= Masa del crisol más cenizas (g)

Fuente 4: T: Temperatura

Fuente 5: S: Sesgo

Fuente 6: A: Analista

Tabla 8

Estimación de incertidumbre estándar y relativa en ensayo de ceniza de alimento de reconstitución instantánea

PASO 3.1: Etapa de la incertidumbre del método		
Nº Paso	Fuente	Incertidumbre estándar
Paso: 3.1.1 Incertidumbre de la balanza (Incertidumbre expandida de la medición)	Fuente 1 (M1) Masa del crisol M1=21,1735	$U_R = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * R^2}$ <p>Dónde: R= resultados de las mediciones promedios</p> $U_{R_{M1}} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 21,1735^2}$ $U_{R_{M1}} = 0,000271$
	Fuente 2 (M) Masa de la muestra M = 2,0005	$U_{R_M} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 2,0005^2}$ $U_{R_M} = 0,000015$

	Fuente 3 (M2) Masa del crisol más cenizas M2= 21.2155	$U_{R_{M2}} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 21,2155^2}$ $U_{R_{M2}} = 0,000159$
Paso 3.1.2 Incertidumbre estándar de la balanza		$u = \frac{a}{2}$ Donde $U_R = a$: incertidumbre expandida de medición de la fuente 1,2,3
	Fuente 1 (M1) Masa del crisol	$u_{M1} = \frac{0,000271}{2} \quad \mathbf{u_{M1} = 0,000136}$
	Fuente 2 (M) Masa de la muestra	$u_M = \frac{0,000015}{2} \quad \mathbf{u_M = 0,000007}$
	Fuente 3 (M2) Masa del crisol más cenizas	$u_{M2} = \frac{0,000159}{2} \quad \mathbf{u_{M2} = 0,000079}$
Paso 3.1.3 Incertidumbre estándar de la resolución de la balanza	Fuente1 (M1) Fuente 2 (M) Fuente 3 (M2)	$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad u = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} \quad \mathbf{u = 0,000058}$ Donde a= resolución de la balanza=0.0001 (dato obtenido del certificado de calibración de la balanza)
Paso 3.1.4 Incertidumbre estándar de la estabilidad de la balanza	Fuente1 (M1) Fuente 2 (M) Fuente 3 (M2)	$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad u = \frac{0,0002}{\sqrt{3}} \quad \mathbf{u = 0,000115}$ Donde a= 2*S (dato obtenido del manual el abc de la pesada) S= resolución de la balanza = 0,0001
Paso 3.1.5 Estimación de la incertidumbre estándar de la temperatura	Fuente 4 (T) Temperatura	$u = \frac{a}{2} \quad u = \frac{2,1}{2} \quad \mathbf{u = 1,050000}$ Donde a= incertidumbre expandida (U) temperatura de la estufa a 575°C (dato obtenido del certificado de calibración de la estufa)
Paso 4.1 Combinación de las incertidumbres estándar por la ley de la propagación de la incertidumbre	Fuente 1 (M1) Masa del crisol	$\mathbf{u_{M1(masa de crisol)}} = \sqrt{u_{balanza}^2 + u_{resolución}^2 + u_{estabilidad}^2}$ $u_{M1} = \sqrt{0,000136^2 + 0,000058^2 + 0,000115^2}$ $u_{M1} = 0,000187$
	Fuente 2 (M) Masa de la muestra	$\mathbf{u_{M(masa de la muestra)}} = \sqrt{u_{balanza}^2 + u_{resolución}^2 + u_{estabilidad}^2}$ $u_M = \sqrt{0,0000136^2 + 0,000058^2 + 0,000115^2}$ $u_M = 0,000129$

	Fuente 3 (M2) Masa del crisol más cenizas	$u_{M2(\text{masa de crisol+cenizas})} = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolución}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_{M2} = \sqrt{0,00008^2 + 0,000058^2 + 0,000115^2}$ $u_{M2} = 0,000152$
Paso 5 Estimación de la incertidumbre relativa del método	Fuente 3 – Fuente 1 Incertidumbre relativa de la Masa del crisol más cenizas (M2) - Masa del crisol (M1)	<p>*** Nota: Paso 3.1.9 Estimación de la incertidumbre estándar de la diferencia de pesos</p> <p>Fuente 3 – Fuente 1 = Masa del crisol más cenizas (M2) - Masa del crisol (M1)</p> $u_{\text{estándar}(M2-M1)} = \sqrt{u_{\text{estándar } M2}^2 + u_{\text{estándar } M1}^2}$ $u_{\text{estándar}(M2-M1)} = \sqrt{0,000152^2 + 0,000187^2}$ $u_{\text{estándar}(M2-M1)} = 0,000241$ <p>Cálculo del resultado (diferencia de pesos)</p> <p>Resultado = (Resul.promedio_{fuente 3} – Resul.promedio_{fuente 1})</p> <p>$(M2 - M1) = (21,2155 - 21,1735)$</p> <p>$(M2 - M1) = 0,0420$</p>
		$u_{\text{relativa } (M2-M1)}^2 = \frac{u_{\text{estándar } (M2-M1)}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa } (M2-M1)} = \frac{0,000241}{0,0420} = 0,005732$
	Fuente 2 Incertidumbre relativa masa de la muestra	$u_{\text{relativa } (M)}^2 = \frac{u_{\text{estándar } (M)}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa } (M)}^2 = \frac{0,00013}{2,0005} = 0,000065$
	Fuente 4 Incertidumbre relativa temperatura	$u_{\text{relativa } (T)}^2 = \frac{u_{\text{estándar } (T)}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa } (T)}^2 = \frac{1,0500}{575} = 0,001826$
Paso 6. Combinación de las incertidumbres relativas del método por la ley de propagación de incertidumbre		$u_{\text{relativa método}} = \sqrt{u_{\text{rel}(M2-M1)}^2 + u_{\text{rel}(M)}^2 + u_{\text{rel}(T)}^2}$ $u_{\text{relativa método}} = \sqrt{0,005732^2 + 0,000065^2 + 0,001826^2}$ $u_{\text{relativa método}} = 0,0060$

En la etapa del método, se estimó la incertidumbre estándar de la **fente 1, fuente 2 y fuente 3**, para ello se realizó la estimación de incertidumbre estándar de la calibración de la balanza la cual presenta tres fuentes potenciales: la incertidumbre de la balanza obtenida del certificado de calibración (incertidumbre expandida), la resolución y estabilidad de la balanza obteniendo para la masa del crisol (M1) 0,000187, para la masa de la muestra (M) 0,000129, para la masa del crisol más cenizas (M2) 0,000152 y **para la fuente 4** la estimación de la incertidumbre estándar de temperatura (T) se aplicó la distribución normal como parte de la incertidumbre tipo B con 1,0500. Asimismo, se realizó la estimación de incertidumbre estándar para la diferencia de pesos (M2-M1) como parte de la estimación de incertidumbre relativa combinada con 0,000241. Cabe resaltar que las estimaciones de incertidumbre estándar son estimadas a incertidumbre relativa obteniéndose los siguientes, para la diferencia de pesos de 0,005732, para la masa de la muestra de 0,000065 y la temperatura de 0,001826 para luego ser combinadas mediante la ley de propagación de incertidumbre y así obtener la incertidumbre relativa del método con un resultado de 0,0060.

PASO 3.2: Etapa de la incertidumbre del sesgo Fuente : sesgo

<p>Paso 3.2.1 Promedio General Ponderado</p>	<p>Calculo estadístico del promedio general ponderado para obtener una media más exacta por ser un solo analista</p> <p>Formula (4)</p> $PGP = \frac{(\text{Varianza 1} * \text{Media 1} + \text{Varianza 2} * \text{Media 2})}{(\text{Varianza 1} + \text{Varianza 2})}$ <p>Donde: Varianza 1 = varianza en el tiempo 1 =0.0075 Varianza 2 = varianza en el tiempo 2 = 0.0100 Media 1 = promedio de los resultados en el tiempo 1= 2.0986 Media 2 = promedio de los resultados en el tiempo 2= 2.1023</p> $PGP = \frac{(0,0075 * 2,0986 + 0,0100 * 2,1023)}{(0,0075 + 0,0100)}$ <p>PGP= 2,10</p>
<p>Paso 3.2.2 Estimación de la incertidumbre estándar del sesgo</p>	$u_{\text{estándar del sesgo}} = \bar{x} - \mu $ <p>Donde: u(estándar del sesgo)= incertidumbre estándar del sesgo \bar{x} = promedio de resultados del analista μ = promedio general ponderado del analista</p>

	$u_{\text{estándar del sesgo}} = 2,10049 - \mathbf{2,10} $ $u_{\text{estándar del sesgo}} = \mathbf{0,0004}$
<p>Paso 5.4 Estimación de la incertidumbre relativa del sesgo</p>	$u_{\text{relativa del sesgo}} = \frac{u_{\text{estándar del sesgo}}}{\text{resultado (PGP)}}$ $u_{\text{relativa del sesgo}} = \frac{0,0004}{2,10}$ $u_{\text{relativa del sesgo}} = \mathbf{0,0002}$
<p>Para la estimación de la incertidumbre estándar en la etapa del sesgo se calculó el promedio general ponderado debido a que la repetibilidad del método se realizó por un solo analista, para obtener la incertidumbre relativa con un resultado de 0,0002.</p>	
<p>PASO 3.3: Etapa de la incertidumbre del analista Fuente: analista</p>	
<p>Paso 3.3.1 Varianza Agrupada</p>	<p>Calculo estadístico de la varianza agrupada mediante la desviación estándar promedio por ser un solo analista</p> <p>Formula (5)</p> $VA = \frac{(n1 - 1) * \text{varianza 1} + (n2 - 1) * \text{varianza 2}}{(n1 - 1) + (n2 - 1)}$ <p>Donde: $n1 = \text{Número de datos del tiempo 1} = 15$ $n2 = \text{Número de datos del tiempo 2} = 15$ Varianza 1 = varianza de datos en el tiempo 1 = 0.0075 Varianza 2 = varianza de datos en el tiempo 2 = 0.0100</p> $VA = \frac{(15 - 1) * 0,0075 + (15 - 1) * 0,0100}{(15 - 1) + (15 - 1)}$ $VA = \mathbf{0,0090}$
<p>Paso 3.3.2 Estimación de la incertidumbre estándar del analista</p>	$u_{\text{estándar del analista}} = S_r = \sqrt{\text{varianza agrupada}^2}$ $u_{\text{estándar del analista}} = \sqrt{(0.0090)^2}$ $u_{\text{estándar del analista}} = \mathbf{0,0090}$
<p>Paso 5.5 Estimación de la incertidumbre relativa del analista</p>	$u_{\text{relativa del analista}} = \frac{u_{\text{estándar del analista}}}{\text{resultado (PGP)}}$ $u_{\text{relativa del analista}} = \frac{0,0090}{2,10}$ $u_{\text{relativa analista}} = \mathbf{0,0043}$

Se realizó la cuantificación en la etapa del analista para lo cual se calculó la varianza agrupada debido a que la repetibilidad del método se realizó por un solo analista y así obtener la incertidumbre relativa con un resultado de 0,0043.

Fuente: Elaboración propia

Los resultados de las estimaciones de incertidumbre relativa obtenidas en la etapa del método, sesgo y analista no son comparables con lo obtenido por Vano et al. (2009) debido a que ellos solo estimaron la incertidumbre estándar de cada fuente no llegaron a realizar la estimación de incertidumbre relativa.

3.2.6 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA COMBINADA E INCERTIDUMBRE EXPANDIDA EN ENSAYO DE CENIZA

Se realizó la estimación de incertidumbre estándar relativa combinada y expandida de cada una de las fuentes de incertidumbre identificadas en el ensayo de ceniza como se muestra en la tabla 9.

Tabla 9

Resultados de la estimación de incertidumbre estándar relativa combinada y expandida en ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea

Paso	Ensayo	Mesurando	Incertidumbre estándar relativa combinada (método + sesgo + analista)
Paso 6.1	Ceniza	2.10 %	$u_{\text{relativa combinada}} = \sqrt{u_{\text{relativa metodo}}^2 + u_{\text{relativa sesgo}}^2 + u_{\text{relativa analista}}^2}$ $u_{\text{relativa combinada}} = \sqrt{0,0060^2 + 0,0002^2 + 0,0043^2}$ $u_{\text{relativa combinada}} = 0,0074$ $u_{\text{combinada}} = u_{\text{relativa combinada}} * \text{Mesurando}$ $u_{\text{combinada}} = 0,0074 * 2,10$ $u_{\text{combinada}} = 0,0155 \%$
Paso 7.	Incertidumbre expandida (U)		$U_{\text{Expandida}} = u_{\text{combinada}} * K$ $U_{\text{Expandida}} = 0,0155 * 2$ $U_{\text{Expandida}} = 0,03 \%$

Paso 8.	Resporte de resultado	Resultado (R) \pm Incertidumbre expandida (U)
		2,10 % \pm 0,03 %
	Interpretación del resultado:	
	El valor verdadero de la concentración del analito se encuentra entre el intervalo (2,07 % – 2,13%).	

Fuente: Elaboración propia

Se realizó la estimación de la incertidumbre relativa combinada de la etapa del método, etapa del sesgo y la etapa del analista como se muestra en la tabla 9, de 0,0155 %. También se muestra la estimación de la incertidumbre expandida en el ensayo de ceniza siendo igual a 0,03 % en mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea) este último resultado es similar con lo obtenido en Vano et al. (2009) encontrando una incertidumbre de ceniza de 0.02 % en harina de maíz pre-cocida. Asimismo, se menciona que este resultado de 0.03 % se encuentra por debajo del rango mínimo óptimo de 0.04% establecido por el laboratorio Louis Pasteur además de contar con un rango máximo de 0.20%.

3.2.7 CONTRIBUCIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE QUE PARTICIPAN EN EL ENSAYO DE CENIZA

Para analizar la contribución de las fuentes de incertidumbre identificadas durante el proceso de estimación se realizó un presupuesto de la incertidumbre como se muestra en la tabla y figura 10.

Tabla 10

Contribución de la incertidumbre estimada en el ensayo de ceniza en alimento de reconstitución instantánea

	Componentes de la incertidumbre	Factores	Valor	<i>u</i> (relativa)	<i>u</i> (relativa) ²	Contribución (%)	
Método	MASA DE CRISOL MAS CENIZAS - MASA DEL CRISOL	M2-M1	0,04202	0,005732	0,00003286	60%	
	MUESTRA	M	2,0005	0,000065	0,000000004	0%	
	TEMPERATURA	T °C	100	0,001826	0,00000333	6%	
	Analista			0,0043	0,00001837	34%	
	Sesgo			0,0002	0,00000005	0%	
					Urel. comb ²	0,000055	
					Urel. comb	0,0074	
				Ucomb	0,016		
				Uexp	0,03		

Fuente: Elaboracion propia

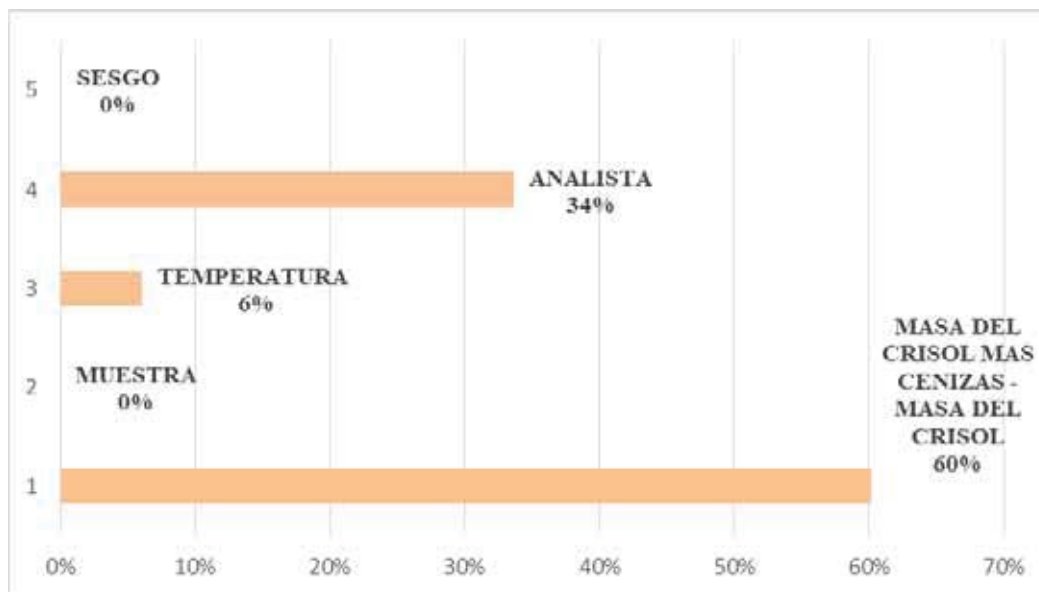


Figura 10. Contribución de las fuentes de la incertidumbre en el ensayo de ceniza

(Fuente: Elaboración propia)

En tabla y figura 10 se muestra los resultados promedios de las 30 repeticiones del ensayo de ceniza y las estimaciones de incertidumbre estándar de cada fuente de incertidumbre obtenidas durante la etapa del método, sesgo y analista. Estos datos permitieron hallar la contribución significativa en ensayo de ceniza identificando, la diferencia de pesos como la fuente que aporta mayor contribución a la incertidumbre con un 60 %. La segunda fuente con mayor contribución es el analista con el 34 % así mismo las fuentes que aportan menor contribución a la estimación de la incertidumbre en ceniza es la temperatura con 6%, el sesgo 0% y la muestra con el 0%. Este resultado difiere con lo dicho en Vano et al. (2009) indican que la fuente con mayor contribución en el ensayo de ceniza en harina de maíz pre cocida es la calibración de la balanza, esto se debió a que no se realizó una calibración adecuada de la balanza.

3.3 RESULTADOS DEL ENSAYO DE GRASA

Los datos y resultados de la muestra alimento de reconstitución instantánea, para la determinación de ensayo de grasa mediante el método gravimétrico según NTP 209.263 como se muestra en la tabla 11.

Tabla 11**Resultados del ensayo de grasa de alimento de reconstitución instantánea**

CODIGO	TIEMPO	PESO DE MUESTRA (m)	PESO DEL BALON VACIO (P1)	PESO DEL BALON CON GRASA (P2)	GRASA %
LLP-MH-2016-1	Tiempo 1	5,0017	110,2387	110,5651	6,53
LLP-MH-2016-2	Tiempo 1	5,0004	107,1245	107,4512	6,53
LLP-MH-2016-3	Tiempo 1	5,0013	104,7376	105,0653	6,55
LLP-MH-2016-4	Tiempo 1	5,0017	134,7467	135,0738	6,54
LLP-MH-2016-5	Tiempo 1	5,0011	110,8145	111,1417	6,54
LLP-MH-2016-6	Tiempo 1	5,0002	108,5208	108,8475	6,53
LLP-MH-2016-7	Tiempo 1	5,0014	108,4564	108,7831	6,53
LLP-MH-2016-8	Tiempo 1	5,0011	103,5136	103,8413	6,55
LLP-MH-2016-9	Tiempo 1	5,0012	105,2344	105,5620	6,55
LLP-MH-2016-10	Tiempo 1	5,0004	110,2551	110,5822	6,54
LLP-MH-2016-11	Tiempo 1	5,0007	134,7473	135,0743	6,54
LLP-MH-2016-12	Tiempo 1	5,0001	110,2393	110,5663	6,54
LLP-MH-2016-13	Tiempo 1	5,0002	104,7384	105,0633	6,50
LLP-MH-2016-14	Tiempo 1	5,0002	107,1258	107,4522	6,53
LLP-MH-2016-15	Tiempo 1	5,0006	108,5220	108,8490	6,54
LLP-MH-2016-16	Tiempo 2	5,0005	110,2438	110,5709	6,54
LLP-MH-2016-17	Tiempo 2	5,0000	107,1286	107,4551	6,53
LLP-MH-2016-18	Tiempo 2	5,0011	106,4344	106,7609	6,53
LLP-MH-2016-19	Tiempo 2	5,0004	134,2344	134,5621	6,55
LLP-MH-2016-20	Tiempo 2	5,0007	97,1105	97,4378	6,55
LLP-MH-2016-21	Tiempo 2	5,0012	110,2412	110,5685	6,54
LLP-MH-2016-22	Tiempo 2	5,0008	101,3289	101,6561	6,54
LLP-MH-2016-23	Tiempo 2	5,0005	102,4894	102,8171	6,55
LLP-MH-2016-24	Tiempo 2	5,0007	110,8157	111,1430	6,55
LLP-MH-2016-25	Tiempo 2	5,0002	104,4752	104,8018	6,53
LLP-MH-2016-26	Tiempo 2	5,0008	110,2421	110,5688	6,53
LLP-MH-2016-27	Tiempo 2	5,0002	101,3350	101,6613	6,53
LLP-MH-2016-28	Tiempo 2	5,0006	134,7420	135,0689	6,54
LLP-MH-2016-29	Tiempo 2	5,0009	110,2418	110,5690	6,54
LLP-MH-2016-30	Tiempo 2	5,0010	101,3337	101,6610	6,54
PROMEDIO		5,0007	110,3804	110,7074	6,54

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 11 se observa los 30 resultados promedios del ensayo en grasa en muestra alimento de reconstitución instantánea con código LLP-MH-2016, realizados en dos tiempos: Tiempo 1 y Tiempo 2 determinándose que el calculó promedio del porcentaje de grasa es 6,54 % con un valor mínimo de 6,50 % y un valor máximo de 6,55 %. Los 30 resultados promedio del ensayo difieren con lo dicho por Vano et al. (2009) ellos trabajaron con 15 datos. También difiere con Guzmán et al. (2009) debido a que ellos trabajaron con 13 datos y asimismo difiere con Jácome (2016) debido a que ella trabajo con 20 datos.

3.3.1 RESULTADOS DE PRUEBA DE NORMALIDAD EN ENSAYO DE GRASA

Para evaluar la distribución de datos se aplicó la prueba de normalidad como se observa en la figura 11.

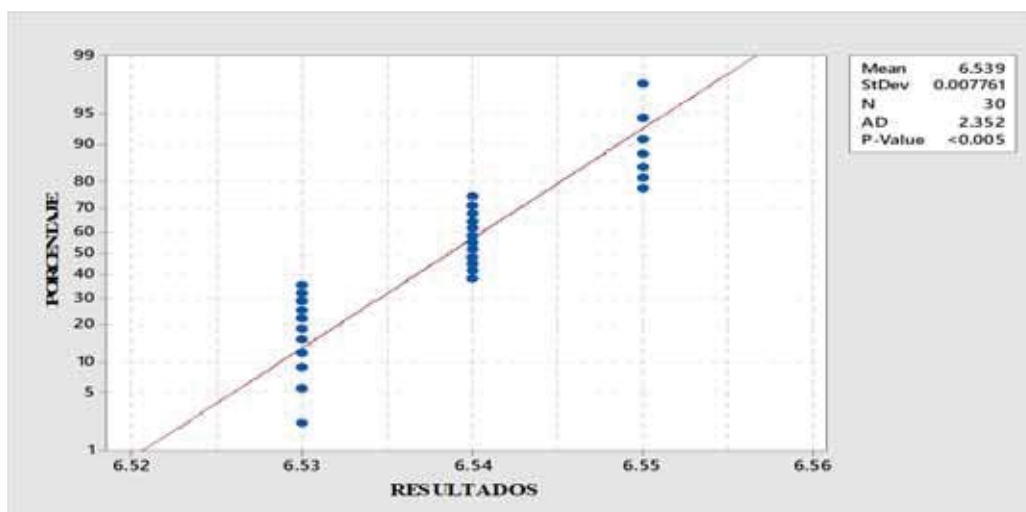


Figura 11. Prueba de normalidad para ensayo de grasa de alimento de reconstitución instantánea

(Fuente: Programa estadístico Minitab)

Se determinó la normalidad de datos en el ensayo de grasa, como se muestra en la figura 11 a través del programa estadístico minitab versión 17, se determinó la media con un 6,53 %, una desviación estándar igual a 0,007, el valor de P-value fue igual a 0,005 este resultado es menor que el nivel de significancia de 0,05 por lo que podemos afirmar que los datos no se distribuyen normalmente.

3.3.2 RESULTADOS DE DETECCIÓN DE PUNTOS ATÍPICOS EN ENSAYO DE GRASA

Para poder analizar la distancia respecto a la media se realizó la detección de puntos atípicos como se muestra en la tabla 12.

Tabla 12

Detección de puntos atípicos en ensayo de grasa de alimento de reconstitución instantánea

N°	RESULTADOS	/Xi -Me/	Z-SCORE	/Z SCORE/	CALIFICACIÓN
1	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
2	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
3	6,55	0,011	0,8818	0,8818	SATISFACTORIO
4	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
5	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
6	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
7	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
8	6,55	0,011	0,8818	0,8818	SATISFACTORIO
9	6,55	0,011	0,8818	0,8818	SATISFACTORIO
10	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
11	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
12	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
13	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
14	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
15	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
16	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
17	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
18	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
19	6,55	0,011	0,8818	0,8818	SATISFACTORIO
20	6,55	0,011	0,8818	0,8818	SATISFACTORIO
21	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
22	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
23	6,55	0,011	0,8818	0,8818	SATISFACTORIO
24	6,55	0,011	0,8818	0,8818	SATISFACTORIO
25	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
26	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
27	6,53	0,009	-0,6743	0,6743	SATISFACTORIO
28	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
29	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
30	6,54	0,001	0,1037	0,1037	SATISFACTORIO
MEDIA(X)	6,54				
MEDIANA (X)	0,01				
DESVIACION ESTANDAR ROBUSTA (S*)	0,013				

Para cálculo de Z-score en datos no normales se tomó en cuenta la fórmula y criterios de decisión descritas en la página 31. Fuente: Elaboración propia

Se realizó el cálculo de Z- score para datos no normales donde nos muestra que los resultados obtenidos son menores o igual a 2 con un valor mínimo de 0,1037 y un valor máximo de

0,8818 por lo tanto el total de resultados son satisfactorios, lo que indica que no existe presencia de puntos atípicos.

3.3.3 RESULTADOS DEL MESURANDO Y MODELO MATEMATICO EN ENSAYO DE GRASA

Formula (7)

$$\%Grasa = \frac{(P2 - P1)}{m} \times 100$$

$$\%Grasa = \frac{(110,7074 - 110,3804)}{5,0007} \times 100$$

$$\%Grasa = 6,54$$

Dónde:

Grasa: en porcentaje %

P1 = Peso del balón vacío (g)

P2 = Peso del balón con grasa (g)

m = Peso de muestra (g)

La determinación de grasa expresada en porcentaje contenida en 5 gramos de muestra biológica (mezcla de harinas).

3.3.4 RESULTADOS DE LA FUENTE DE INCERTIDUMBRE EN ENSAYO DE GRASA

Para identificar la lista de las posibles fuentes de incertidumbre para el ensayo de grasa se realizó el diagrama de causa y efecto.

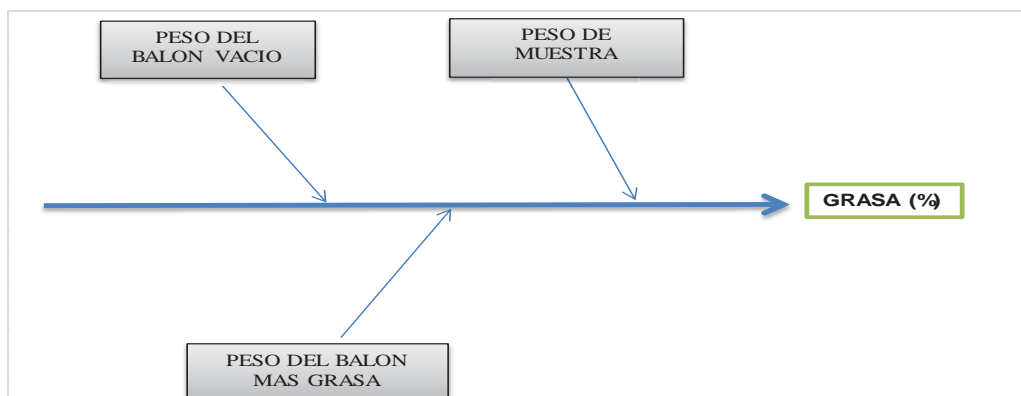


Figura 12. Diagrama de causa y efecto para ensayo de grasa por modelo matemático

(Fuente: Elaboración propia)

Se realizó la identificación de tres fuentes de incertidumbre significativas como se muestra en la figura 12 respecto al mesurando del ensayo de grasa (formula 7). La identificación de

estas fuentes de incertidumbre coincide con lo dicho por Guzmán et al. (2009), por Vano et al. (2009) asimismo coincide con Jácome (2016).

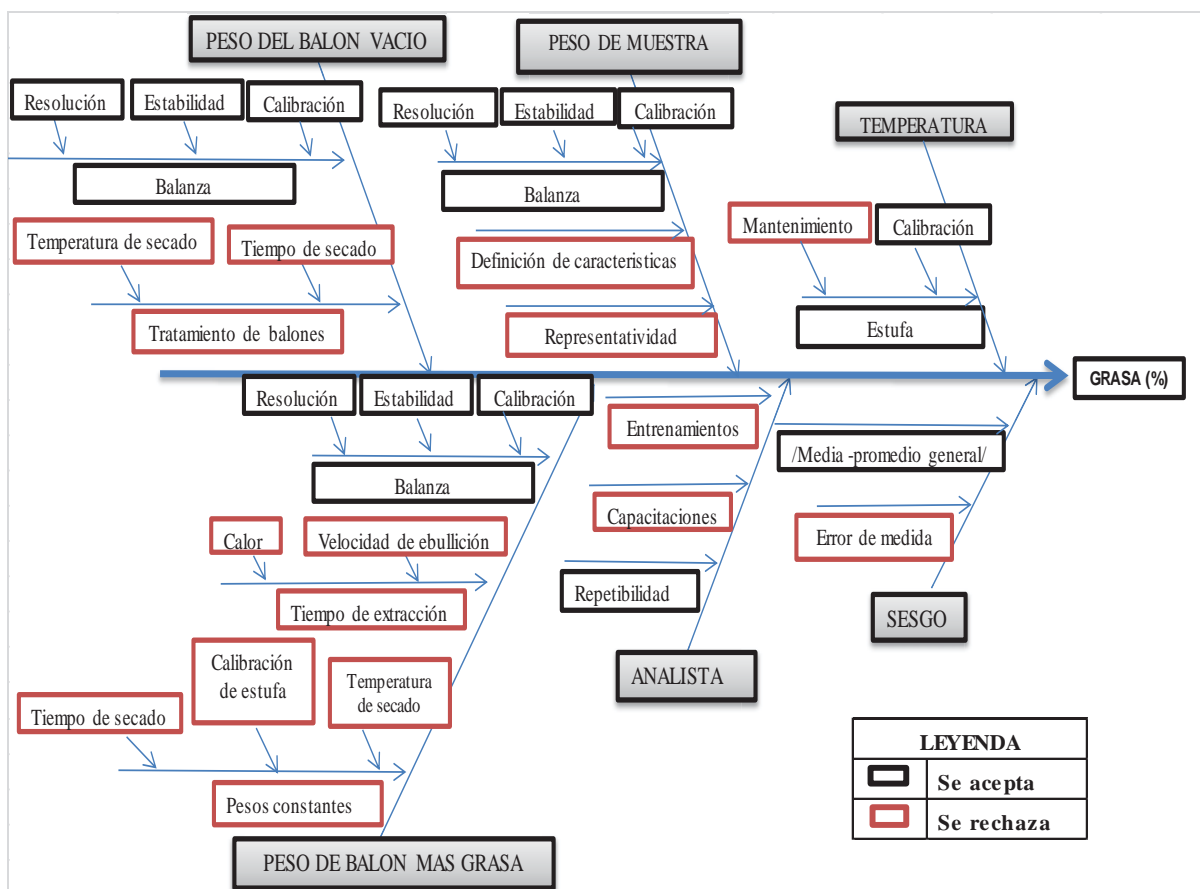


Figura 13. Diagrama de causa y efecto para ensayo de grasa por fuente de variación

(Fuente: Elaboración propia)

En la figura 13 se muestra la identificación de las fuentes de incertidumbre presentes en el mesurando además de sus componentes siendo estas el peso del balón vacío, peso de la muestra, peso del balón más grasa así también se podría considerar fuentes importantes la temperatura, sesgo y analista a pesar que no se indican en el mesurando (formula 7). Al analizar cada uno de sus componentes se rechazó aquellas fuentes que no aportan, que se duplican y las que son poco significativas para la estimación de la incertidumbre como se muestran en los casilleros de color rojo. La identificación de fuentes en la figura 13 coincide

con lo dicho en Vano et al. (2009) también con Guzmán et al. (2009) asimismo coincide Jácome (2016) pero todos difieren en la identificación de la fuente: temperatura y sesgo.

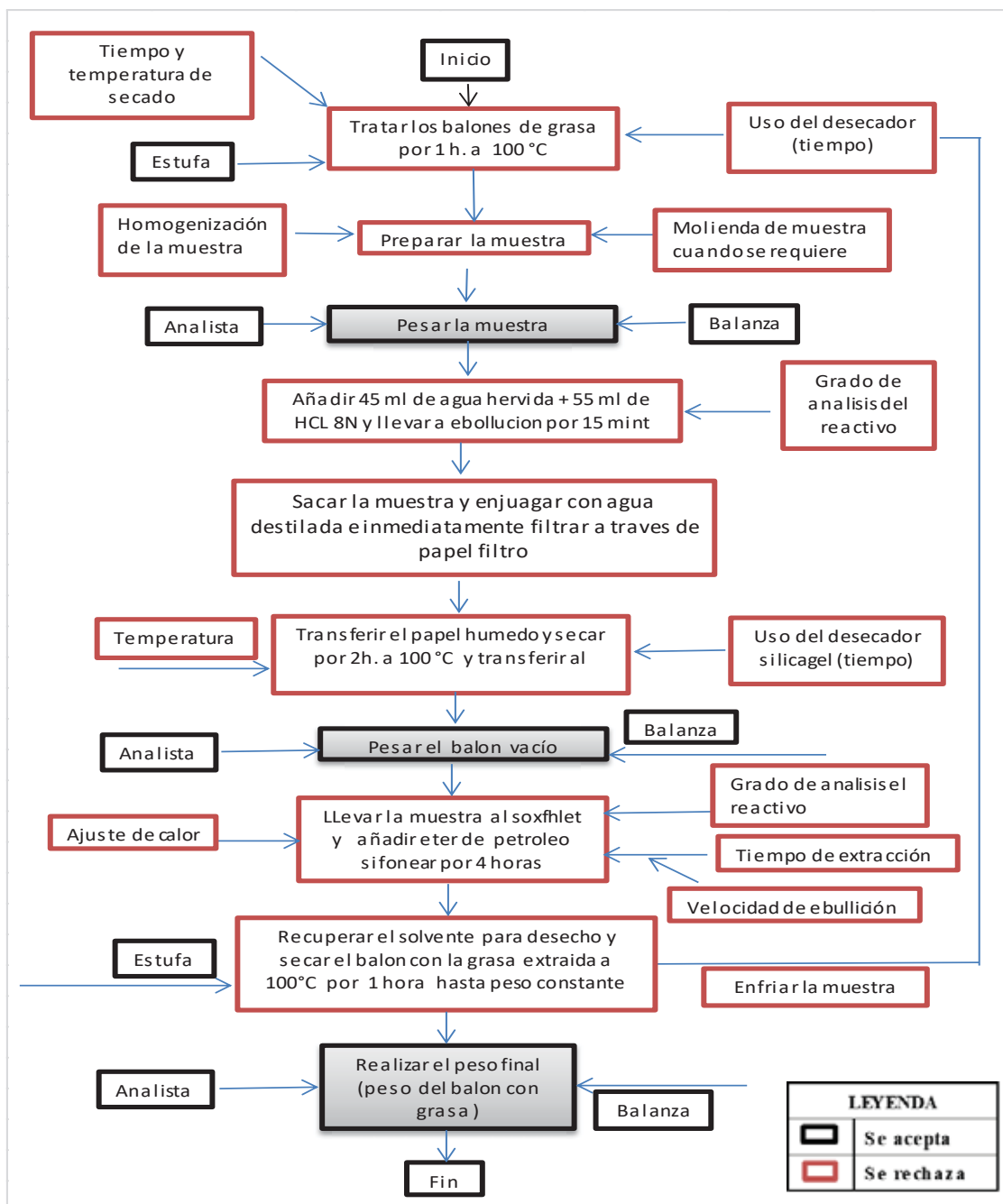


Figura 14. Diagrama de causa y efecto para ensayo de grasa por proceso de diagrama de flujograma

(Fuente: Elaboración propia)

A través del diagrama de causa y efecto por proceso de diagrama de flujograma como se muestra en la figura 9, se realizó una descripción completa de las diferentes etapas del

método de ensayo en grasa, además de la influencia que puede existir entre ellas a partir de otros procedimientos. Se identificó la **etapa de tratamiento** del material de vidrio para los balones de grasa a una temperatura de 100°C por 1 hora, para luego realizar el peso inicial del balón vacío, la **etapa de preparación** de la muestra con influencia de la homogenización y molienda de la muestra, la etapa del peso de la muestra con una cantidad de 5 gramos influenciada por la calibración de la balanza y la participación del analista, la etapa de tratamiento de la muestra al añadir el agua hervida para su homogenización más el ácido clorhídrico para realizar el lavado, filtrado y secado de muestra. También se identificó la **etapa de extracción** de la muestra con el solvente por un tiempo de 4 horas para finalmente, recuperar el solvente para desecho y secar el balón con a grasa extraída a peso constante a una temperatura de 100°C influenciada por la calibración de la estufa y la participación del analista. Como resultado del análisis de cada etapa del método podemos rechazar procedimientos que no aportan fuentes de incertidumbre importantes como se muestra en los casilleros de color rojo.

3.3.5 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR Y RELATIVA EN ENSAYO DE GRASA

Se realizó la estimación de incertidumbre estándar y relativa de cada una de las fuentes de incertidumbre identificadas en el ensayo de grasa.

Mesurando = Grasa (%) (**Formula 7** pág. 74)

Fuente 1: P2 = Peso del balón más grasa (g)

Fuente 2: P1 = Peso del balón vacío (g)

Fuente 3: m = Peso de muestra (g)

Fuente 4: T: Temperatura

Fuente 5: S: Sesgo

Fuente 6: A: Analista

Tabla 13

Estimación de incertidumbre estándar y relativa en grasa de alimento de reconstitución instantánea

PASO 3: Etapa de la incertidumbre del método		
Nº Paso	Fuente	Incertidumbre estándar
Paso: 3.1.1 Incertidumbre de la balanza (Incertidumbre expandida de la medición)	Fuente 1 (P2) Peso del balón más grasa P2 = 110,7074	$U_R = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * R^2}$ Dónde: R= resultados de las mediciones promedios $U_{Rp2} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 110,7074^2}$ $U_{Rp2} = 0,000828$
	Fuente 2 (P1) Peso del balón vacío P1 = 110,3804	$U_{Rp1} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 110,3834^2}$ $U_{Rp1} = 0,000826$
	Fuente 3 (m) Peso de muestra m = 5.0007	$U_{Rm} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 5,0007^2}$ $U_{Rm} = 0,000037$
Paso 3.1.2 Incertidumbre estándar de la balanza		$u = \frac{a}{2}$ Donde $U_R = a$: incertidumbre expandida de medición de la fuente 1,2,3
	Fuente 1(P2) Peso del balón más grasa	$u_{p2} = 0,000828/2$ $u_{p2} = 0,000414$
	Fuente 2 (P1) Peso del balón vacío	$u_m = 0,000037/2$ $u_m = 0,000019$
	Fuente 3 (m) Peso de muestra	$u_{p1} = 0,000826/2$ $u_{p1} = 0,000413$
Paso 3.1.3 Incertidumbre estándar de la resolución de la balanza	Fuente 1 (P2) Fuente 2 (P1) Fuente 3(m)	$u = \frac{a}{\sqrt{3}}$ $u = \frac{0,0001}{\sqrt{3}}$ $u = 0,000058$ Donde a= resolución de la balanza = 0,0001 (dato obtenido del certificado de calibración de la balanza)

Paso 3.1.4 Incertidumbre estándar de la estabilidad de la balanza	Fuente 1 (P2) Fuente 2 (P1) Fuente 3(m)	$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad u = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} \quad u = 0,000115$ <p>Donde a= 2*S (dato obtenido del manual el abc de la pesada) S= resolución de la balanza = 0,0001</p>
Paso 3.1.5 Estimación de la incertidumbre estándar de la temperatura	Fuente 4 (T) Temperatura	$u = \frac{a}{2} \quad u = \frac{0,2}{2} \quad u = 0,1000$ <p>Donde a= incertidumbre expandida (U) temperatura de la estufa a 100°C (dato obtenido del certificado de calibración de la estufa)</p>
Paso 4.1 Combinación de las Incertidumbre estándar por la ley de la propagación de la incertidumbre	Fuente 1 (P2) Peso del balón más grasa	$u_{P2}(\text{peso del balón con grasa}) = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolución}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_{P2} = \sqrt{0,000414^2 + 0,000058^2 + 0,000115^2}$ $u_{P2} = 0,000434$
	Fuente 2 (P1) Peso del balón vacío	$u_{P1}(\text{peso del balón vacío}) = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolución}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_{P1} = \sqrt{0,000413^2 + 0,000058^2 + 0,000115^2}$ $u_{P1} = 0,000433$
	Fuente 3(m) Peso de muestra	$u_m(\text{peso de la muestra}) = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolución}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_m = \sqrt{0,000019^2 + 0,000058^2 + 0,000115^2}$ $u_m = 0,000130$
Incertidumbre relativa del Peso del balón con grasa (P2) - Peso del balón vacío (P1)		<p>***Nota: Paso 3.1.9 Estimación de la incertidumbre estándar de la diferencia de pesos</p> <p>(Fuente 1- Fuente 2): (Peso del balón con grasa (P2) - Peso del balón vacío (P1))</p> $u_{\text{estándar}(P2-P1)} = \sqrt{u_{\text{estándar } P2}^2 + u_{\text{estándar } P1}^2}$ $u_{(P2-P1)} = \sqrt{0,000434^2 + 0,000433^2}$ $u_{(P2-P1)} = 0,000613$ <p>Cálculo del resultado (diferencia de pesos)</p> <p>Resultado = (Resul. promedio_{fuentes 1} - Resul. promedio_{fuentes 2})</p> <p>(P2 - P1) = (110,7074 - 110,3804)</p> <p>(P2 - P1) = 0,3270</p>

Paso 5 Estimación de la incertidumbre relativa del método		$u_{\text{relativa (P2-P1)}}^2 = \frac{u_{\text{estándar (P2-P1)}}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa (P2-P1)}} = \frac{0,000613}{0,3270} = \mathbf{0,001865}$
	Incertidumbre relativa de la muestra	$u_{\text{relativa (m)}}^2 = \frac{u_{\text{estándar (m)}}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa (m)}} = \frac{0,000130}{5,0007} = \mathbf{0,000026}$
	Incertidumbre relativa de temperatura	$u_{\text{relativa (T)}}^2 = \frac{u_{\text{estándar (T)}}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa (T)}} = \frac{0,1000}{100} = \mathbf{0,001000}$
Paso 6. Combinación de las incertidumbres relativas por la ley de propagación de incertidumbre		$u_{\text{relativa método}} = \sqrt{u_{\text{rel(P2-P1)}}^2 + u_{\text{rel (m)}}^2 + u_{\text{rel (T)}}^2}$ $u_{\text{relativa método}} = \sqrt{0,001865^2 + 0,000026^2 + 0,001000^2}$ $u_{\text{relativa método}} = \mathbf{0,0021}$
<p>En la etapa del método, se estimó la incertidumbre estándar de la fuerza 1: peso del balón con grasa (P2), fuerza 2: peso del balón vacío (P1), fuerza 3: peso de muestra (m) para ello se cuantifico como influencia principal la estimación de la incertidumbre estándar de la calibración de la balanza la cual presenta tres fuentes potenciales :la incertidumbre de la balanza (incertidumbre expandida) obtenida del certificado de calibración, la resolución y estabilidad de la balanza obteniéndose los siguientes resultados de P2= 0,000434, P1=0,000433, m= 0,000130 y para la fuerza 4: la temperatura (T); se aplicó la distribución normal como parte de la incertidumbre tipo B con 0,1. Asimismo, se estimó la incertidumbre estándar de diferencia de pesos (P2 - P1) como parte de la estimación de la incertidumbre combinada relativa con 0,0006. Cabe resaltar que las incertidumbres estándar obtenidas fueron estimadas a incertidumbres relativas para ser combinadas mediante la ley de propagación de incertidumbre obteniendo la incertidumbre relativa del método con un resultado de 0,0021.</p>		
PASO 3.2: Etapa de la incertidumbre del sesgo Fuente: Sesgo		
	Cálculo estadístico del promedio general ponderado para obtener una media más exacta por ser un solo analista	

<p style="text-align: center;">Paso 3.2.1 Promedio General Ponderado</p>	<p>Formula (4)</p> $PGP = \frac{(\text{Varianza 1} * \text{Media 1} + \text{Varianza 2} * \text{Media 2})}{(\text{Varianza 1} + \text{Varianza 2})}$ <p>Donde: Varianza 1 = varianza en el tiempo 1 = 0.0134 Varianza 2 = varianza en el tiempo 2 = 0.0086 Media 1 = promedio de los resultados en el tiempo 1= 6.5365 Media 2 = promedio de los resultados en el tiempo 2= 6.5399</p> $PGP = \frac{(0,0134 * 6,5365 + 0,0086 * 6,5399)}{(0,013 + 0,009)}$ <p>PGP = 6,54</p>
<p style="text-align: center;">Paso 3.2.2 Estimación de la Incertidumbre estándar del sesgo</p>	$u_{\text{estándar del sesgo}} = \bar{x} - \mu $ <p>Donde: U sesgo = incertidumbre estándar del sesgo \bar{x} = promedio de resultados del analista μ = promedio general ponderado del analista</p> $u_{\text{estándar del sesgo}} = 6,5382 - 6,54 $ <p style="text-align: right;">U</p> <p>$u_{\text{estándar del sesgo}} = 0,0018$</p>
<p style="text-align: center;">Paso 5.4 Estimación de la incertidumbre relativa del sesgo</p>	$u_{\text{relativa del sesgo}} = \frac{u_{\text{estándar del sesgo}}}{\text{resultado (PGP)}}$ $u_{\text{relativa del sesgo}} = \frac{0,0018}{6,54}$ <p>$u_{\text{relativa del sesgo}} = 0,0003$</p>
<p>Para la etapa del sesgo se realizó el cálculo estadístico del promedio general ponderado debido a que la repetibilidad del método se realizó por un solo analista, luego se procedió a la estimación de la incertidumbre estándar del sesgo para obtener la incertidumbre relativa con un resultado de 0,0003.</p>	
<p style="text-align: center;">PASO 3.3: Etapa de la incertidumbre del analista Fuente: Analista</p>	
<p style="text-align: center;">Paso 3.3.1 Varianza Agrupada</p>	<p>Calculo estadístico de la varianza agrupada mediante la desviación estándar promedio por ser un solo analista</p> <p>Formula (5)</p> $VA = \frac{(n1 - 1) * \text{varianza1} + (n2 - 1) * \text{varianza2}}{(n1 - 1) + (n2 - 1)}$

	<p>Donde:</p> <p>$n1 = \text{Número de datos del tiempo 1} = 15$</p> <p>$n2 = \text{Número de datos del tiempo 2} = 15$</p> <p>Varianza 1 = varianza de datos en el tiempo 1 = 0.0134</p> <p>Varianza 2 = varianza de datos en el tiempo 2 = 0.0086</p> $VA = \frac{(15 - 1) * 0,0134 + (15 - 1) * 0,0086}{(15 - 1) + (15 - 1)}$ <p>VA = 0,0110</p>
<p>Paso 3.3.2</p> <p>Estimación de la incertidumbre estándar del analista</p>	$u_{\text{estándar del analista}} = S_r = \sqrt{\text{varianza agrupada}^2}$ $u_{\text{estándar del analista}} = \sqrt{(0,0110)^2}$ <p>$u_{\text{estándar del analista}} = 0,0110$</p>
<p>Paso 5.5</p> <p>Estimación de la incertidumbre relativa del analista</p>	$u_{\text{relativa del analista}} = \frac{u_{\text{estándar analista}}}{\text{resultado (PGP)}}$ $u_{\text{relativa del analista}} = \frac{0,0110}{6,54}$ <p>$u_{\text{relativa del analista}} = 0,0017$</p>
<p>En la etapa del analista se realizó el cálculo estadístico de la varianza agrupada debido a que la repetibilidad del método se realizó por un solo analista, resultado que será considerado como la incertidumbre estándar del analista para luego obtener la incertidumbre relativa con un resultado de 0,0017.</p>	

Fuente: Elaboración propia

Los resultados obtenidos de las incertidumbres relativas de la etapa del método, etapa del sesgo y etapa del analista en el ensayo de grasa no son comparables con lo obtenido en Vano et al. (2009), asimismo no son comparables con lo obtenido en Jácome (2016) debido a que ellos solo estimaron las incertidumbres estándar de sus fuentes identificadas, no llegaron a estimar las incertidumbres relativas. Estos resultados de igual forma no son comparables con lo dicho por Guzmán et al. (2009), debido a que ellos solo llegaron a estimar la incertidumbre estándar de sus fuentes identificadas mediante derivadas parciales, no llegaron a estimar incertidumbres relativas.

3.3.6 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA COMBINADA E INCERTIDUMBRE EXPANDIDA EN ENSAYO DE GRASA

Se realizó la estimación de incertidumbre estándar relativa combinada e expandida además de la expresión e interpretación del resultado como se muestra en la tabla 14.

Tabla 14

Estimación de incertidumbre expandida en ensayo de grasa en alimento de reconstitución instantánea

Paso	Ensayo	Mesurando	Incertidumbre estándar relativa combinada(método + sesgo + analista)
Paso 6.1	Grasa	6,54 %	$u_{\text{relativa combinada}} = \sqrt{u_{\text{relativa método}}^2 + u_{\text{relativa sesgo}}^2 + u_{\text{relativa analista}}^2}$ $u_{\text{relativa combinada}} = \sqrt{0,0021^2 + 0,0003^2 + 0,0017^2}$ $u_{\text{relativa combinada}} = 0,0028$ $u_{\text{combinada}} = u_{\text{relativa combinada}} * \text{Mesurando}$ $u_{\text{combinada}} = 0,0028 * 6,54 \%$ $u_{\text{combinada}} = 0,0178 \%$
Paso 7.	Incertidumbre expandida (U)		$U_{\text{Expandida}} = u_{\text{combinada}} * K$ $U_{\text{Expandida}} = 0.0178 * 2$ $U_{\text{Expandida}} = 0.04 \%$
Paso 8.	Reporte de resultado		<p style="text-align: center;">Resultado (R) ± Incertidumbre expandida(U)</p> <p style="text-align: center;">6,54 % ± 0,04 %</p> <p>Interpretación del resultado: El valor verdadero de la concentración del analito se encuentra entre el intervalo (6,50% – 6,58%).</p>

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 14 se muestra la estimación de la incertidumbre relativa combinada de la etapa del método, etapa del sesgo y la etapa del analista obteniendo un resultado de 0,0178 %, dato que se utiliza para el cálculo de la incertidumbre expandida en el ensayo de grasa en mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea) siendo igual a 0,04 % este resultado difiere con lo obtenido en Vano et al. (2009) encontrando una incertidumbre en el ensayo de

grasa de 0,09 % en harina de pescado, este resultado también difiere con lo obtenido en Jácome (2016) encontrando una incertidumbre de 0,16 % en una matriz de cereales derivados. Cabe resaltar que los resultados obtenidos por Guzmán et al. (2009) no son similares debido a que ellos estimaron la incertidumbre de una matriz diferente: carne fresca con un resultado de 0,1169 % y en carne procesada con un resultado de 0,1122. Asimismo, este resultado de 0.04% se encuentra por debajo del rango mínimo óptimo de 0.05% establecido por el laboratorio Louis Pasteur además de mostrar un rango máximo de 0.68%.

3.3.7 CONTRIBUCIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE QUE PARTICIPAN EN EL ENSAYO DE GRASA

Para analizar la contribución de las fuentes de incertidumbre identificadas durante el proceso de estimación se realizó un presupuesto de la incertidumbre como se muestra en la tabla y figura 15.

Tabla 15

Contribución de la incertidumbre estimada en el ensayo de grasa en alimento de reconstitución instantánea

		Componentes de la incertidumbre	Valor	u (relativa)	u (relativa) ²	Contribución (%)
método	PESO DEL BALON CON GRASA - PESO DEL BALON VACIO	P2 - P1	0,32696	0,001865	0,00000351	47%
	MUESTRA	m	5,0007	0,000026	0,0000000007	0%
	TEMPERATURA	T °C	100	0,001000	0,00000100	13%
		Analista		0,00167	0,00000283	38%
		Sesgo		0,0003	0,00000028	1%
				Urel. comb ²	0,000008	
				Urel. comb	0,0028	
			Ucomb	0,018		
			Uexp	0,04		

Fuente: Elaboración propia

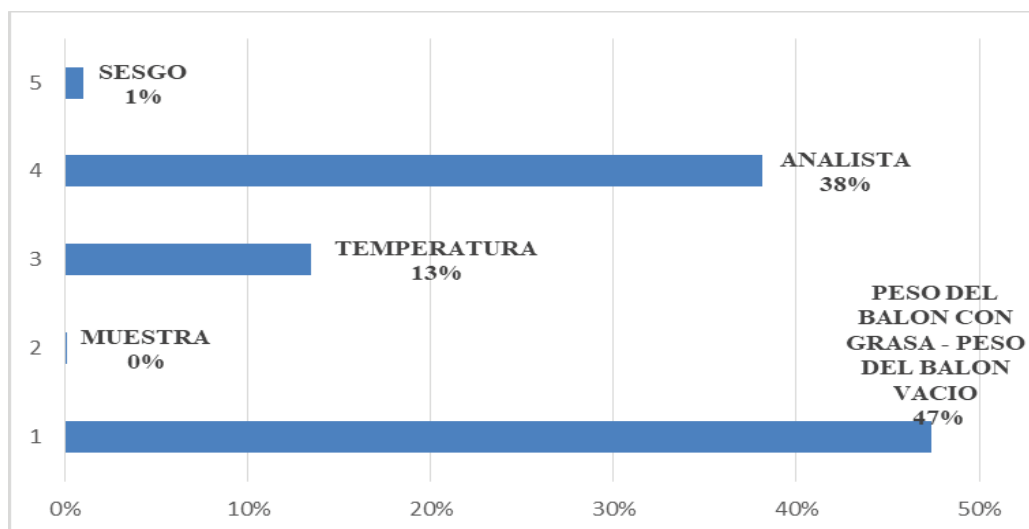


Figura 15. Contribución de los componentes de la incertidumbre en el ensayo de grasa en alimento de reconstitución instantánea

(Fuente: Elaboración propia)

La tabla y figura 15 se muestran los resultados promedios y los valores de estimación de incertidumbre relativa obtenida de cada una de las fuentes de incertidumbre identificadas de la etapa del método, sesgo y analista. Estos datos permitieron calcular la contribución significativa a la estimación de incertidumbre en ensayo de grasa identificando la diferencia de pesos de (P2: peso del balón con grasa – P1: peso del balón vacío) como la fuente que aporta una mayor contribución con un 47%. La segunda fuente con mayor contribución es el analista con una contribución del 38% asimismo, las fuentes que aportan menor contribución a la estimación de la incertidumbre en grasa es la temperatura con un 13%, sesgo 1% y muestra con un 0%.

Este resultado difiere con lo dicho en Vano et al. (2009) indican que la fuente con mayor contribución en el ensayo de grasa en harina de pescado es la repetibilidad del método de ensayo correspondiente a la evaluación tipo A, debido a que utilizaron datos colaborativos de interlaboratorios cuyo número de observaciones fueron insuficientes. Este resultado también difiere con lo dicho por Jácome (2016) que indica que la fuente con mayor contribución en la estimación de la incertidumbre es la repetibilidad del método debido al cambio de analistas. En el caso de Guzmán et al. (2009) el análisis de contribución no es comparable debido que ellos no realizaron la identificación de la fuente con mayor contribución en la estimación de incertidumbre en carne seca y procesada.

3.4 RESULTADOS EN ENSAYO DE PROTEINA

Los datos y resultados de la muestra alimento de reconstitución instantánea, para la determinación de ensayo de proteína mediante el método gravimétrico según NTP 209.262 como se muestra en la tabla 16.

Tabla 16

Resultados del ensayo de proteína de alimento de reconstitución instantánea

CODIGO	TIEMPO	PESO DE LA MUEST. (m)	VOL. DEL NAOH GAST. EN EL BLANCO (VBk)	VOL. GAST. EN LA MUEST. TITUL. (Vm)	NORMAL. DEL NAOH (N)	NITRG. (% N)	PROTEINA %
LLP-MH-2016-1	Tiempo 1	1,0002	52,2	36,2	0,1001	2,24	14,01
LLP-MH-2016-2	Tiempo 1	1,0002	52,2	36,1	0,1001	2,26	14,10
LLP-MH-2016-3	Tiempo 1	1,0001	52,2	35,8	0,1001	2,30	14,36
LLP-MH-2016-4	Tiempo 1	1,0008	52,2	35,9	0,1001	2,28	14,27
LLP-MH-2016-5	Tiempo 1	1,0003	52,2	36,0	0,1001	2,27	14,18
LLP-MH-2016-6	Tiempo 1	1,0008	52,2	36,2	0,1001	2,24	14,00
LLP-MH-2016-7	Tiempo 1	1,0002	52,2	36,3	0,1001	2,23	13,92
LLP-MH-2016-8	Tiempo 1	1,0004	52,2	36,2	0,1001	2,24	14,01
LLP-MH-2016-9	Tiempo 1	1,0000	52,2	36,0	0,1001	2,27	14,19
LLP-MH-2016-10	Tiempo 1	1,0002	52,2	36,1	0,1001	2,26	14,10
LLP-MH-2016-11	Tiempo 1	1,0004	52,2	36,0	0,1001	2,27	14,18
LLP-MH-2016-12	Tiempo 1	1,0002	52,2	35,9	0,1001	2,28	14,27
LLP-MH-2016-13	Tiempo 1	1,0006	52,2	35,8	0,1001	2,30	14,36
LLP-MH-2016-14	Tiempo 1	1,0000	52,2	36,2	0,1001	2,24	14,01
LLP-MH-2016-15	Tiempo 1	1,0002	52,2	36,1	0,1001	2,26	14,10
LLP-MH-2016-16	Tiempo 2	1,0001	52,2	36,3	0,1001	2,23	13,93
LLP-MH-2016-17	Tiempo 2	1,0002	52,2	36,4	0,1001	2,21	13,84
LLP-MH-2016-18	Tiempo 2	1,0000	52,2	36,0	0,1001	2,27	14,19
LLP-MH-2016-19	Tiempo 2	1,0006	52,2	35,8	0,1001	2,30	14,36
LLP-MH-2016-20	Tiempo 2	1,0004	52,2	35,8	0,1001	2,30	14,36
LLP-MH-2016-21	Tiempo 2	1,0001	52,2	36,1	0,1001	2,26	14,10
LLP-MH-2016-22	Tiempo 2	1,0001	52,2	36,3	0,1001	2,23	13,93
LLP-MH-2016-23	Tiempo 2	1,0001	52,2	36,3	0,1001	2,23	13,93
LLP-MH-2016-24	Tiempo 2	1,0000	52,2	36,2	0,1001	2,24	14,01
LLP-MH-2016-25	Tiempo 2	1,0000	52,2	36,0	0,1001	2,27	14,19
LLP-MH-2016-26	Tiempo 2	1,0004	52,2	35,9	0,1001	2,28	14,27
LLP-MH-2016-27	Tiempo 2	1,0004	52,2	35,8	0,1001	2,30	14,36
LLP-MH-2016-28	Tiempo 2	1,0006	52,2	35,8	0,1001	2,30	14,36
LLP-MH-2016-29	Tiempo 2	1,0008	52,2	36,2	0,1001	2,24	14,00
LLP-MH-2016-30	Tiempo 2	1,0010	52,2	36,0	0,1001	2,27	14,18
PROMEDIO		1,0003	52,2	36,0	0,1001	2,26	14,14

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 16 se observan los resultados promedios de las 30 repeticiones de ensayo de proteína en muestra de alimento de reconstitución instantánea con códigos LLP-MH-2016 realizados en dos tiempos: Tiempo 1 y Tiempo 2, determinándose que el promedio del porcentaje de proteína es de 14,14% con un valor mínimo de 13,92% y un valor máximo de 14,35 %. Las 30 repeticiones de ensayo de proteína difieren con lo dicho en Vano et al. (2011); ellos realizaron 18 repeticiones en su investigación. También difiere con lo dicho en Guzmán et al. (2010); ellos trabajaron con 12 resultados. Asimismo, difiere con lo realizado en Salazar (2016) ella trabajo con 20 repeticiones.

3.4.1 RESULTADOS DE PRUEBA DE NORMALIDAD EN ENSAYO DE PROTEINA

Para evaluar la distribución de datos se aplicó la prueba de normalidad como se observa en la figura 16.

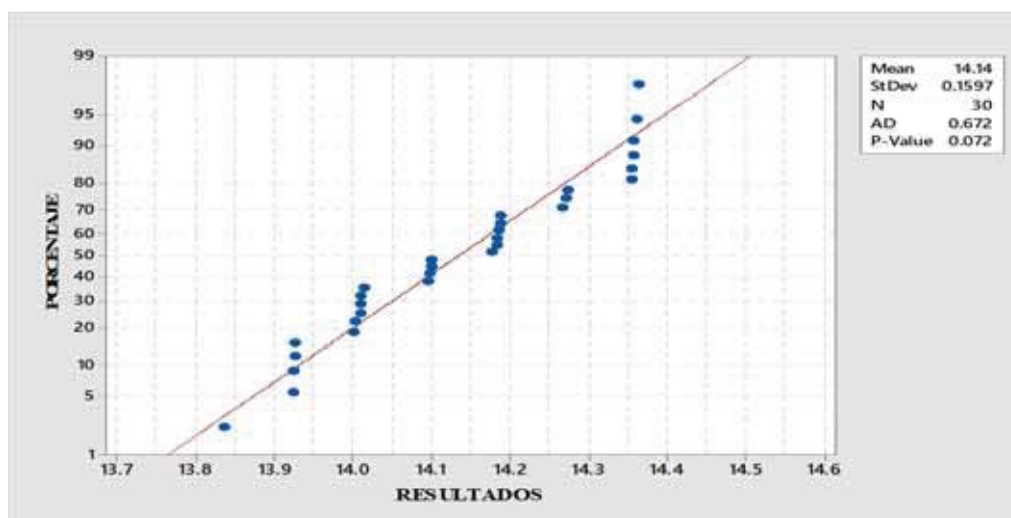


Figura 16. Prueba de normalidad para ensayo de proteína en alimento de reconstitución instantánea

(Fuente: Programa estadístico Minitab)

Con ayuda del programa estadístico minitab versión 17 se determinó que la media de los resultados en proteína es igual 14,14 %, con una desviación estándar de 0,1597, el valor de P-value fue igual a 0,072, este resultado fue mayor que el nivel de significancia de 0,05 por lo que podemos afirmar que los datos se distribuyen normalmente.

3.4.2 RESULTADOS DE DETECCIÓN DE PUNTOS ATÍPICOS EN ENSAYO DE PROTEÍNA

Para poder analizar la distancia respecto a la media, se realizó la detección de puntos atípicos como se muestra en la tabla 17.

Tabla 17

Detección de puntos atípicos del ensayo de proteína en alimento de reconstitución instantánea

N°	RESULTADOS	Z-SCORE	/Z SCORE/	CALIFICACIÓN
1	14,01	-0,7856	0,7856	SATISFACTORIO
2	14,10	-0,2207	0,2207	SATISFACTORIO
3	14,36	1,4169	1,4169	SATISFACTORIO
4	14,27	0,8327	0,8327	SATISFACTORIO
5	14,18	0,2667	0,2667	SATISFACTORIO
6	14,00	-0,8470	0,8470	SATISFACTORIO
7	13,92	-1,3253	1,3253	SATISFACTORIO
8	14,01	-0,7593	0,7593	SATISFACTORIO
9	14,19	0,3200	0,3200	SATISFACTORIO
10	14,10	-0,2461	0,2461	SATISFACTORIO
11	14,18	0,3111	0,3111	SATISFACTORIO
12	14,27	0,8506	0,8506	SATISFACTORIO
13	14,36	1,4349	1,4349	SATISFACTORIO
14	14,01	-0,7769	0,7769	SATISFACTORIO
15	14,10	-0,2196	0,2196	SATISFACTORIO
16	13,93	-1,3078	1,3078	SATISFACTORIO
17	13,84	-1,8737	1,8737	SATISFACTORIO
18	14,19	0,3289	0,3289	SATISFACTORIO
19	14,36	1,3989	1,3989	SATISFACTORIO
20	14,36	1,3809	1,3809	SATISFACTORIO
21	14,10	-0,2284	0,2284	SATISFACTORIO
22	13,93	-1,3166	1,3166	SATISFACTORIO
23	13,93	-1,3078	1,3078	SATISFACTORIO
24	14,01	-0,7856	0,7856	SATISFACTORIO
25	14,19	0,3378	0,3378	SATISFACTORIO
26	14,27	0,8684	0,8684	SATISFACTORIO
27	14,36	1,3989	1,3989	SATISFACTORIO
28	14,36	1,3809	1,3809	SATISFACTORIO
29	14,00	-0,8295	0,8295	SATISFACTORIO
30	14,18	0,3022	0,3022	SATISFACTORIO
MEDIA (X)	14,14			
DESVIACION ESTANDAR (σ)	0,160			

Para el cálculo del Z- score se tomó en cuenta la fórmula y criterios de decisión descritas en la página 31. Fuente:

Elaboración propia

Se calculó el Z- score para datos normales determinando que los resultados obtenidos son menores o igual a 2 con un valor mínimo de 0,2196 y un valor máximo de 1,4349 por lo tanto el total de resultados son satisfactorios, lo que indica que no existe presencia de datos atípicos.

3.4.3 RESULTADOS DEL MESURANDO Y MODELO MATEMATICO EN ENSAYO DE PROTEINA

Formula (8)

Dónde:

Proteína: en porcentaje (%)

M: Peso de la muestra (g)

N: Normalidad del NaOH (N)

VBk: Volumen gastado del hidróxido de sodio en el blanco (ml)

VM: Volumen gastado en la titulación de la muestra (ml)

$$\%Proteinas = \left[\frac{(V_{BK} - V_M) \times N_{NaOH} \times 0,014}{M} \times 100 \right] \times 6,25$$

$$\%Proteinas = \left[\frac{(52,2 - 36) \times 0,1001 \times 0,014}{1,0003} \times 100 \right] \times 6,25$$

$$\%Proteinas = 14,14$$

La determinación de proteína expresada en porcentaje contenida en 1 gramo de muestra biológica (mezcla de harinas).

3.4.4 RESULTADOS DE FUENTE DE INCERTIDUMBRE EN ENSAYO DE PROTEINA

Para identificar la lista de las posibles fuentes de incertidumbre para ensayo de proteína, se realizó el diagrama de causa y efecto.

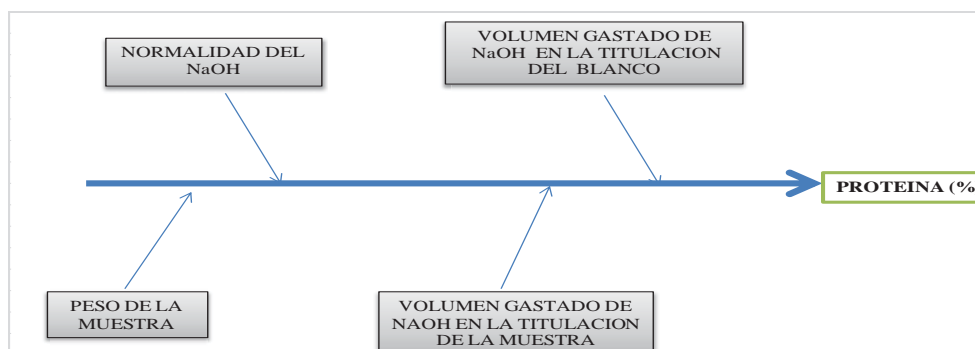


Figura 17. Diagrama de causa y efecto para ensayo de proteína por modelo matemático

(Fuente: Elaboración propia)

En la figura 17 se muestra, la identificación de cuatro fuentes de incertidumbre significativas relacionado al mesurando del ensayo de proteína (formula 8), siendo estas similares a lo obtenido por Vano et al. (2011) y así mismo con lo obtenido por Guzmán et al. (2010) y Salazar (2016).

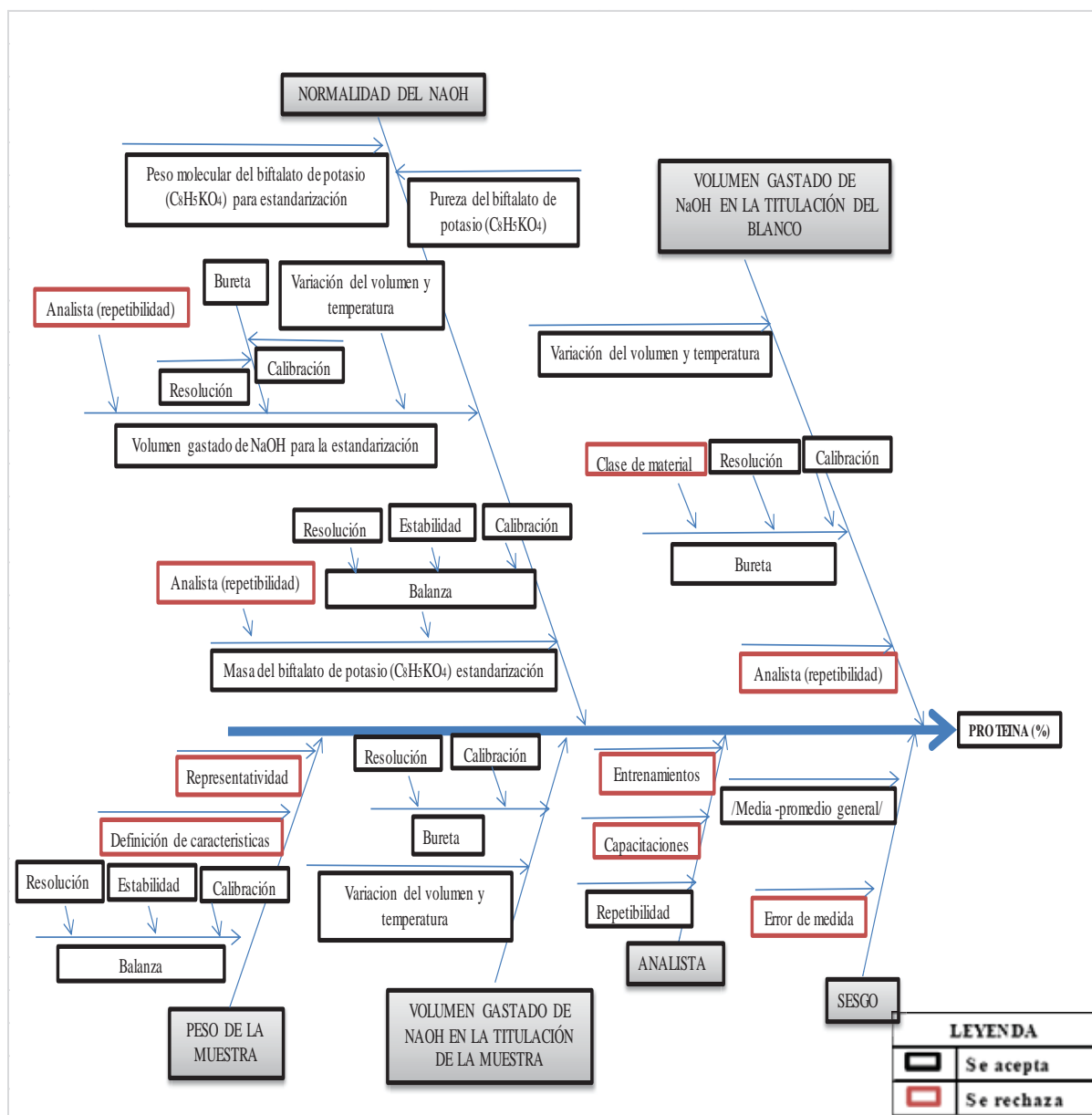


Figura 18. Diagrama de causa y efecto para ensayo de proteína por fuente de variación

(Fuente: Elaboración propia)

Se realizó la identificación de las fuentes de incertidumbre presentes en el mesurando y sus componentes como se muestra en la figura 18, siendo estas el peso de la muestra, la normalidad del hidróxido de sodio, volumen gastado del hidróxido de sodio en la titulación de la muestra, el volumen gastado de hidróxido de sodio en la titulación del blanco así también se podría mencionar dos fuentes importantes que no se mencionan en el mesurando de la formula (8) como son: el sesgo y el analista. Se analizó las magnitudes de influencia de cada uno de los componentes rechazando aquellas que no aportan, que son poco significativas o que se duplican para la estimación de la incertidumbre como se muestra en los casilleros de color rojo.

La identificación de las fuentes de incertidumbre en la figura 18 coincide con lo dicho en Vano et al. (2011) y Salazar (2016) pero difieren en la identificación de la fuente del sesgo. Asimismo, coincide con lo dicho por Guzmán et al. (2010) pero difiere en la identificación de la fuente del sesgo y en el uso de un reactivo de grado primario para la estandarización del HCl 0.1 N.

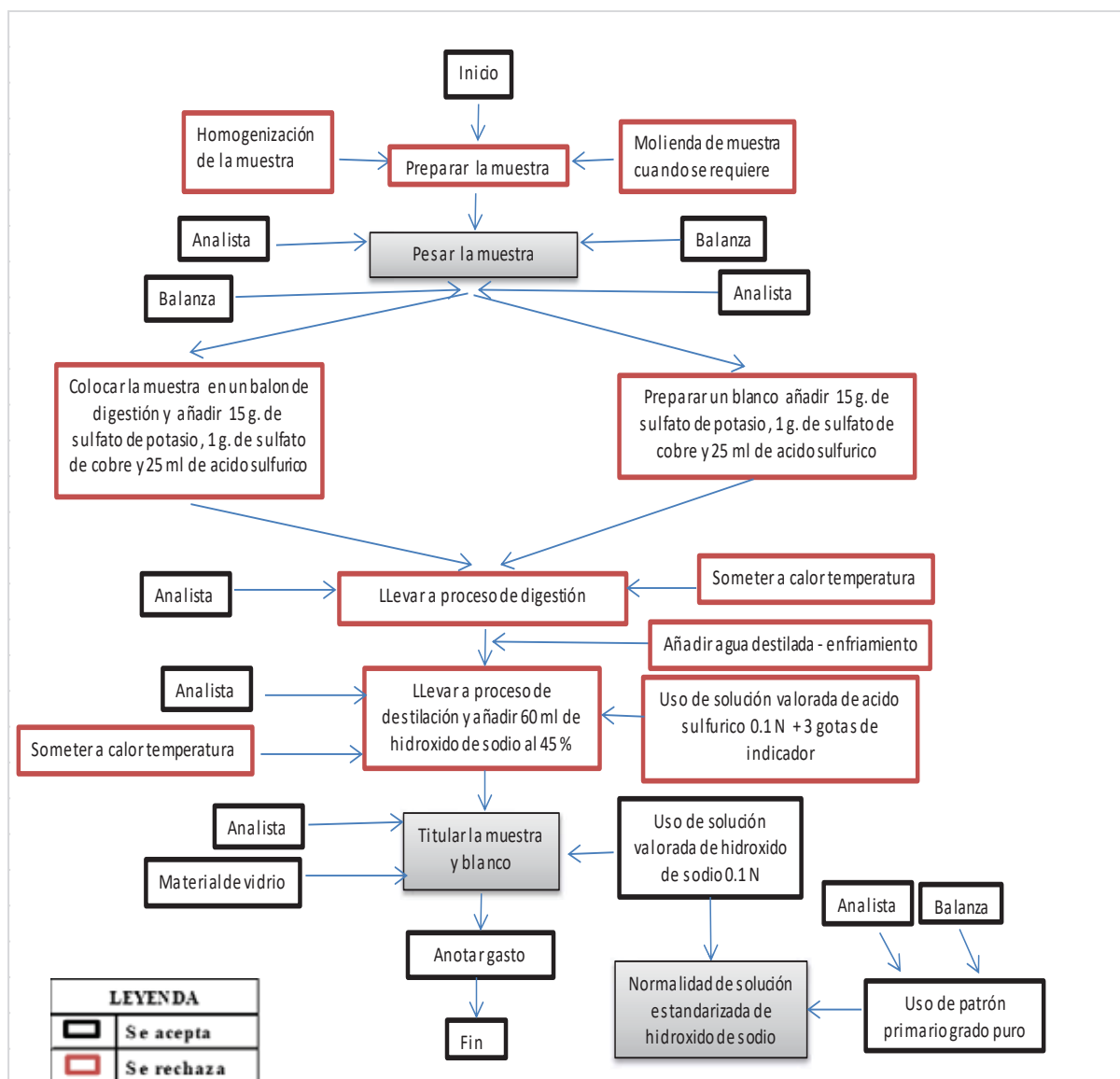


Figura 19. Diagrama de causa y efecto para ensayo de proteína por proceso de diagrama de flujograma

(Fuente: Elaboración propia)

La figura 19 presenta el diagrama de causa y efecto por proceso de diagrama de flujograma, para profundizar el método realizando la descripción completa de los diferentes procedimientos, además de la influencia que existe entre ellas. Se identificó la **etapa de preparación** de la muestra con influencia de la homogenización y molienda de la muestra, el peso de la muestra de 1 gramo influenciada por la calibración de la balanza y la participación del analista, la **etapa de preparación** de reactivos en el balón de digestión (15 gramos de sulfato de potasio más 1 gramo de sulfato de cobre). Asimismo, la corrida del

blanco influenciada por la calibración de la balanza en la preparación de reactivos y la participación del analista, la **etapa de digestión** al añadir el ácido sulfúrico por un tiempo de 2 horas, también se identificó la etapa de destilación influenciada por el uso del reactivo de ácido sulfúrico 0.1 N y el uso del hidróxido de sodio al 45 %, además de someter al calor y la participación del analista y finalmente la **etapa de titulación** empleando la solución de hidróxido de sodio 0.1 N (titulante) previamente estandarizada con un reactivo de grado primario donde se determina su pureza, masa y peso molecular influenciadas por la calibración de la balanza, la calibración del material de vidrio y participación del analista. Finalmente después de analizar cada etapa del procedimiento del método se rechazaron aquellas etapas que no aportan fuentes de incertidumbre considerables como se muestra en los casilleros de color rojo.

3.4.5 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR E INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA EN ENSAYO DE PROTEINA

Se realizó la estimación de incertidumbre estándar y relativa de cada una de las fuentes de incertidumbre identificadas en el ensayo de proteína.

Mesurando: Proteína (%) (**Formula 8 pág. 89**)

Fuente 1: M: Peso de la muestra (g)

Fuente 2: N: Normalidad de NaOH (N)

Fuente 3: VBk: Volumen gastado de NaOH en el blanco (ml)

Fuente 4: VM: Volumen gastado en titulación la muestra (m)

Fuente 5: S: Sesgo

Fuente 6: A: Analista

Tabla 18

Estimación de incertidumbre estándar y relativa en proteína alimento de reconstitución instantánea

PASO 3: Etapa de la incertidumbre del método	
Fuente 1: Peso de la muestra (m)	
Paso: 3.1.1 Incertidumbre de la balanza (Incertidumbre expandida de la medición)	$U_R = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * R^2}$ <p>Dónde: R= resultado de la medición promedio M= 1,0003</p> $U_{R_M} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 1,0003^2}$ $U_{R_M} = 0,000127$
Paso 3.1.2 Incertidumbre estándar de la balanza	$u = \frac{a}{2} \quad u_M = \frac{0,000127}{2} \quad u_M = 0,000063$ <p>Donde $U_R = a$: incertidumbre expandida de medición de la fuente 1</p>
Paso 3.1.3 Incertidumbre estándar de la resolución de la balanza	$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad u = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} \quad u = 0,000058$ <p>Donde a= resolución de la balanza =0.0001 (dato obtenido del certificado de calibración de la balanza)</p>
Paso 3.1.4 Incertidumbre estándar de la estabilidad de la balanza	$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad u = \frac{0,0002}{\sqrt{3}} \quad u = 0,000115$ <p>Donde a= 2*S (dato obtenido del manual el abc de la pesada) S= resolución de la balanza = 0,0001</p>
Paso 4.1 Combinación de las Incertidumbres estándar por la ley de la propagación de la incertidumbre	$u_{(M)\text{peso de la muestra}} = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolución}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_{(M)} = \sqrt{0,00006^2 + 0,000058^2 + 0,0001154^2}$ $u_{(M)} = 0,000144$
Fuente 2: Normalidad de NaOH (N): La Estandarización del titulante (NaOH 0.1N) realizado por triplicado con reactivo de grado primario (hidrogenoftalato de potasio)	
<u>COMPONENTE 1:</u> Peso del reactivo hidrogenoftalato de potasio (C₈H₅KO₄)	

<p>Paso: 3.1.1 Incertidumbre de la balanza (Incertidumbre expandida de la medición)</p>	$U_R = 2 * \sqrt{0.0000000040^2 + 0.00000000014^2 * R^2}$ <p>Dónde: R= resultado promedio del peso del reactivo realizado por triplicado</p> <p>PARA LA MASA 1: M1=0,4081</p> $U_{RP1} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 0,4081^2}$ $U_{RP1} = 0,0000031$ <p>PARA LA MASA 2: M2=0,4080</p> $U_{RP2} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 0,4080^2}$ $U_{RP2} = 0,0000031$ <p>PARA LA MASA 3: M3=0,4081</p> $U_{RP3} = 2 * \sqrt{0,0000000040^2 + 0,00000000014^2 * 0,4081^2}$ $U_{RP3} = 0,0000031$
<p>Paso 3.1.2 Incertidumbre estándar de la balanza</p>	$u = \frac{a}{2}$ <p>Donde $U_R = a$: incertidumbre expandida de medición</p> $u_{M1} = \frac{0,0000031}{2} \quad u_{M2} = \frac{0,0000031}{2} \quad u_{M3} = \frac{0,0000031}{2}$ $u_{M1} = 0,000002 \quad u_{M2} = 0,000002 \quad u_{M3} = 0,000002$
<p>Paso 3.1.3 Incertidumbre estándar de la resolución de la balanza</p>	$u = \frac{a}{\sqrt{3}}$ <p>Donde a= resolución de la balanza =0.0001 (dato obtenido del certificado de calibración de la balanza)</p> $u = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} \quad u = 0,000058$
<p>Paso 3.1.4 Incertidumbre estándar de la estabilidad de la balanza</p>	$u = \frac{a}{\sqrt{3}}$ <p>Donde $a= 2*S$ (dato obtenido del manual el abc de la pesada)</p> <p>S= resolución de la balanza = 0,0001</p> $u = \frac{0,0002}{\sqrt{3}} \quad u = 0,000115$

<p>Paso 4.1 Combinación de las incertidumbres estándar por la ley de la propagación de la incertidumbre</p>	$u_{\text{masa C}_8\text{H}_5\text{K}_4\text{O}_4(1)} = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolución}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_{\text{masa1}} = \sqrt{0,000002^2 + 0,000058^2 + 0,000115^2}$ $u_{\text{masa1}} = 0,00013$ $u_{\text{masa C}_8\text{H}_5\text{K}_4\text{O}_4(2)} = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolución}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_{\text{masa2}} = \sqrt{0,000002^2 + 0,000058^2 + 0,000115^2}$ $u_{\text{masa2}} = 0,00013$ $u_{\text{masa C}_8\text{H}_5\text{K}_4\text{O}_4(3)} = \sqrt{u_{\text{balanza}}^2 + u_{\text{resolución}}^2 + u_{\text{estabilidad}}^2}$ $u_{\text{masa3}} = \sqrt{0,000002^2 + 0,000058^2 + 0,000115^2}$ $u_{\text{masa3}} = 0,00013$																				
<p align="center">Fuente 2 : Normalidad de NAOH (N): COMPONENTE 2: Peso molecular del reactivo (C₈H₅KO₄)</p>																					
<p align="center">Paso 3.1.6. Estimación de la incertidumbre estándar del reactivo hidrogenoftalato de potasio (C₈H₅KO₄) por elemento</p>																					
<p align="center"><i>Valores tomados de la tabla periódica-IUPAC</i></p> <table border="1" data-bbox="423 1066 1269 1245"> <thead> <tr> <th><i>Elemento</i></th> <th><i>Numero</i></th> <th><i>n° Pesos atómicos</i></th> <th><i>Valor IUPAC</i></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><i>Carbono</i></td> <td>8</td> <td>12,0107</td> <td>0,0008</td> </tr> <tr> <td><i>Hidrogeno</i></td> <td>5</td> <td>1,00794</td> <td>0,00007</td> </tr> <tr> <td><i>Potasio</i></td> <td>1</td> <td>39,0983</td> <td>0,0001</td> </tr> <tr> <td><i>Oxigeno</i></td> <td>4</td> <td>15,9994</td> <td>0,0003</td> </tr> </tbody> </table>		<i>Elemento</i>	<i>Numero</i>	<i>n° Pesos atómicos</i>	<i>Valor IUPAC</i>	<i>Carbono</i>	8	12,0107	0,0008	<i>Hidrogeno</i>	5	1,00794	0,00007	<i>Potasio</i>	1	39,0983	0,0001	<i>Oxigeno</i>	4	15,9994	0,0003
<i>Elemento</i>	<i>Numero</i>	<i>n° Pesos atómicos</i>	<i>Valor IUPAC</i>																		
<i>Carbono</i>	8	12,0107	0,0008																		
<i>Hidrogeno</i>	5	1,00794	0,00007																		
<i>Potasio</i>	1	39,0983	0,0001																		
<i>Oxigeno</i>	4	15,9994	0,0003																		
$u_{\text{estándar por elemento}} = \frac{u_{\text{estándar peso atómico}}}{\sqrt{3}}$ <p>Carbono</p> $u_{\text{estándar por elemento}} = \frac{0,0008}{\sqrt{3}} = 0,000462$ <p>Hidrogeno</p> $u_{\text{estándar por elemento}} = \frac{0,00007}{\sqrt{3}} = 0,000040$ <p>Potasio</p> $u_{\text{estándar por elemento}} = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} = 0,000058$	$u_{\text{estándar Peso Molecular del reactivo}} = u_{\text{estándar por elemento}} * \text{N° de moles}$ <p>$u_{\text{estándar Peso Molecular del reactivo}} = u_{\text{estándar por elemento C}} * 8$</p> $u_{\text{estándar peso molecular del reactivo}} = 0,000462 * 8 = 0,003695$ <p>$u_{\text{estándar Peso Molecular del reactivo}} = u_{\text{estándar por elemento H}} * 5$</p> $u_{\text{estándar peso molecular del reactivo}} = 0,000040 * 5 = 0,000202$ <p>$u_{\text{estándar Peso Molecular del reactivo}} = u_{\text{estándar por elemento K}} * 1$</p> $u_{\text{estándar peso molecular del reactivo}} = 0,000057 * 1 = 0,000057$																				

<p>Oxigeno</p> $u_{\text{estándar por elemento}} = \frac{0,0003}{\sqrt{3}} = 0,000173$	$u_{\text{estándar Peso Molecular del reactivo}} = u_{\text{estándar por elemento}} * 4$ $u_{\text{estándar Peso Molecular del reactivo}} = 0,000173 * 4 = 0,000692$
<p>Paso 4.2 Combinación de cada una de las estimaciones estandar halladas provenientes de la fuente del peso molecular del reactivo grado primario (usado para la estandarizacion) mediante la ley de propagación de la incertidumbre.</p> $u_{\text{estandar PM reactivo}} = \sqrt{\text{peso molecular}_c^2 + \text{peso molecular}_H^2 + \text{peso molecular}_p^2 + \text{peso molecular}_O^2}$ $u_{\text{estandar. PM reactivo}} = \sqrt{0,003695^2 + 0,000202^2 + 0,000057^2 + 0,000692^2}$ $u_{\text{estandar PM reactivo}} = \mathbf{0,00377}$	
<p style="text-align: center;">Fuente 2: Normalidad de NaOH (N)</p> <p style="text-align: center;"><u>COMPONENTE 3: Volumen gastado del NaOH para estandarización por triplicado</u></p>	
<p style="text-align: center;">Paso 3.1.7</p> <p style="text-align: center;">Estimación de la incertidumbre estándar del volumen gastado de NaOH para la estandarización realizada por triplicado (peso 1, 2,3)</p>	<p>Estimación de la incertidumbre de la bureta</p> $u = \frac{a}{2} \quad u_{\text{bureta } 1,2,3} = \frac{0,05}{2} \quad u_{\text{bureta } 1,2,3} = \mathbf{0,025}$ <hr/> <p>Estimación de la incertidumbre estándar de la resolución de la bureta</p> $u_{\text{estándar resolución de la bureta}} = \frac{a}{\sqrt{6}}$ $u_{\text{estándar resolución peso } 1,2,3} = \frac{0,1}{\sqrt{6}}$ $u_{\text{estándar resolución peso } 1,2,3} = \mathbf{0,040825}$
<p style="text-align: center;">Paso 4.4</p> <p style="text-align: center;">Combinación de las incertidumbres estándar mediante la ley de propagación de incertidumbre</p>	$u_{\text{bureta}} = \sqrt{u_{\text{bureta}}^2 + u_{\text{estándar resolución}}^2}$ $u_{\text{bureta } 1,2,3} = \sqrt{0,025^2 + 0,040825^2}$ $u_{\text{bureta } 1,2,3} = \mathbf{0,047871}$
<p style="text-align: center;">Paso 3.1.7 : Estimación de incertidumbre estandar de variación volumen temperatura</p> $u_{\text{variación volumen y temperatura}} = \frac{\text{variacion de Temperatura} * \text{Coeficiente dilatacion} * \text{volumen}}{\sqrt{3}}$	

Dónde:	Volumen 1= 20	Volumen 2= 20	Volumen 3= 19,9
$u_{\text{vol.y temp}_1} = \frac{2 * 0,00021 * 20}{\sqrt{3}}$	$u_{\text{vol.y temp}_2} = \frac{2 * 0,00021 * 20}{\sqrt{3}}$	$u_{\text{vol.y temp}_3} = \frac{2 * 0,00021 * 19,9}{\sqrt{3}}$	
$u_{\text{vol.y temp}_1} = 0,004849$	$u_{\text{vol.y temp}_2} = 0,004849$	$u_{\text{vol.y temp}_3} = 0,004825$	
Paso 4.5: Estimación de la incertidumbre estándar combinada del volumen gastado			
$u_{\text{estándar volumen gastado}} = \sqrt{u_{\text{bureta}}^2 + u_{\text{variación de volumen y temperatura}}^2}$			
$u_{\text{estándar vol. gastado 1}} = \sqrt{0,04787^2 + 0,004849^2}$	$u_{\text{estándar vol. gastado 1}} = 0,04812$		
$u_{\text{estándar vol. gsstado 2}} = \sqrt{0,04787^2 + 0,004849^2}$	$u_{\text{estándar vol. gastado 2}} = 0,04811$		
$u_{\text{estándar vol. gastado 3}} = \sqrt{0,04787^2 + 0,004825^2}$	$u_{\text{estándar vol. gastado 3}} = 0,04811$		
Fuente 2 : Normalidad de NaOH (N)			
<u>COMPONENTE 4: Pureza del reactivo</u>			
Paso 3.1.8 Estimación de la incertidumbre estándar de la pureza del reactivo Hidrogenoftalato de Potasio			
$u_{(\text{Pureza}_{\text{FKH}})} = \frac{a}{\sqrt{3}}$	$u_{(\text{Pureza}_{\text{FKH}})} = \frac{0,0005}{\sqrt{3}}$	$u_{(\text{Pureza}_{\text{FKH}})} = 0,00029$	
Paso 4.3 Se estimó la incertidumbre estándar combinada de la fuente: Normalidad de NaOH – reactivo titulante (componente 1 + componente 2 + componente 3 + componente 4)			
$u_{\text{estandar fuente (NaOH)}} = \sqrt{u_{\text{est. comp.1}}^2 + u_{\text{est. comp.2}}^2 + u_{\text{est. comp.3}}^2 + u_{\text{est. comp.4}}^2}$			
$u_{\text{estandar fuente (NaOH}_1)} = \sqrt{0,00013^2 + 0,00377^2 + 0,04812^2 + 0,00029^2} = 0,0483$			
$u_{\text{estandar fuente (NaOH}_2)} = \sqrt{0,00013^2 + 0,00377^2 + 0,04812^2 + 0,00029^2} = 0,0483$			
$u_{\text{estandar fuente (NaOH}_3)} = \sqrt{0,00013^2 + 0,00377^2 + 0,04811^2 + 0,00029^2} = 0,0483$			
** Nota: Se realizó la multiplicación del resultado de la fuente (normalidad NaOH) por la incertidumbre relativa estimada para obtener las unidades correspondientes			
$u_{\text{Normalidad NaOH}} = \text{Resultado (Normalidad NaOH)} \times u_{\text{estándar Normalidad NaOH}}$			

Dónde: NaOH 1 = 0,0999

$$u_{N_1} = \text{Normalidad NaOH}_1 \times u_{\text{estándar Normalidad NaOH}}$$

$$u_{N_1} = 0,0999 \times 0,0483$$

$$u_{N_1} = \mathbf{0,00482}$$

Dónde: NaOH 2= 0,0999

$$u_{N_2} = \text{Normalidad NaOH}_2 \times u_{\text{estándar Normalidad NaOH}}$$

$$u_{N_2} = 0,1004 \times 0,0483$$

$$u_{N_2} = \mathbf{0,00482}$$

Dónde: NaOH 3= 0,1004

$$u_{N_3} = \text{Normalidad NaOH}_3 \times u_{\text{estándar Normalidad NaOH}}$$

$$u_{N_3} = 0,1004 \times 0,0483$$

$$u_{N_3} = \mathbf{0,00485}$$

**** Nota: Se estimó la incertidumbre promedio de las (n) réplicas obtenidas.**

$$u_{\text{estándar de normalidad NaOH promedio}} = \frac{1}{3} \times \sqrt{u_{N_1}^2 + u_{N_2}^2 + u_{N_3}^2}$$

$$u_{\text{estándar de normalidad NaOH promedio}} = \frac{1}{3} \times \sqrt{0,00482^2 + 0,00482^2 + 0,00485^2}$$

$$u_{\text{estándar de normalidad NaOH promedio}} = \mathbf{0,00279}$$

Fuente 3: Volumen gastado de NAOH en el blanco (VBK)

<p>Paso 3.1.7</p>	<p>Estimación de la incertidumbre estándar de la bureta</p> $u_{\text{bureta}} = \frac{a}{2} \quad u_{\text{bureta}} = \frac{0,05}{2} \quad u_{\text{bureta}} = \mathbf{0,025}$
<p>Estimación de la incertidumbre estándar del volumen gastado de NaOH en la titulación del blanco</p>	<p>Estimación de la incertidumbre estándar de la resolución de la bureta</p> $u_{\text{estándar de la resolución}} = \frac{a}{\sqrt{6}}$ $u_{\text{estándar de la resolución}} = \frac{0,1}{\sqrt{6}}$ $u_{\text{estándar de la resolución}} = \mathbf{0,040825}$

<p>Paso 3.1.7 Estimacion de la incertidumbre estándar de variacion de volumen y temperatura</p>	$u_{\text{est.variación vol. y temp.}} = \frac{\text{var. de Temp} * \text{Coef dilat} * \text{volumen}}{\sqrt{3}}$ $u_{\text{estándar vol.y temp}} = \frac{2 * 0,00021 * 52,2}{\sqrt{3}}$ $u_{\text{estándar vol.y temp}} = 0,012657$
<p>Paso 4.4 Combinación de incertidumbre estándar mediante la ley de propagación de incertidumbre</p>	$u_{\text{bureta}} = \sqrt{u_{\text{bureta}}^2 + u_{\text{estándar de la resolución}}^2}$ $u_{\text{bureta}} = \sqrt{0,025^2 + 0,040825^2}$ $u_{\text{bureta}} = 0,047871$
<p>Paso 4.5 Estimación de incertidumbre estándar combinada del volumen gastado</p>	$u_{\text{estándar volumen gastado}} = \sqrt{u_{\text{bureta}}^2 + u_{\text{estandar variación vol y temp}}^2}$ $u_{\text{estándar volumen gastado}} = \sqrt{0,047871^2 + 0,012657^2}$ $u_{\text{estándar volumen gastado}} = 0,04952$
<p>Fuente 4: Volumen gastado en la titulación de la muestra (VM)</p>	
<p>Paso 3.1.7 Estimación de incertidumbre estándar de la bureta</p>	$u_{\text{bureta}} = \frac{a}{2} \quad u_{\text{bureta}} = \frac{0,05}{2} \quad u_{\text{bureta}} = 0,025$
<p>Paso 3.1.7 Estimación de incertidumbre estándar de la resolución de la bureta</p>	$u_{\text{resolución de la bureta}} = \frac{a}{\sqrt{6}}$ $u_{\text{resolución}} = \frac{0,1}{\sqrt{6}}$ $u_{\text{resolución}} = 0,040825$
<p>Paso 3.1.7 Estimacion de la incertidumbre estandar de variación de volumen temperatura</p>	<p>Donde : vol. gastado en la titulacion =36</p> $u_{\text{variación de vol. y temp.}} = \frac{\text{var. de Temp} * \text{Coef dilat} * \text{vol.}}{\sqrt{3}}$ $u_{\text{variación de vol y temp}} = \frac{2 * 0.00021 * 36}{\sqrt{3}}$ $u_{\text{variación de vol y temp}} = 0,008739$
<p>Paso 4.4 Combinación de incertidumbre estándar mediante la ley de propagación de incertidumbre</p>	$u_{\text{bureta}} = \sqrt{u_{\text{bureta}}^2 + u_{\text{estandar de la resolución}}^2}$ $u_{\text{bureta}} = \sqrt{0,025^2 + 0,040825^2}$ $u_{\text{bureta}} = 0,047871$

<p>Paso 4.5 Estimación de incertidumbre estándar combinada del volumen total</p>	$u_{\text{estándar volumen total}} = \sqrt{u_{\text{bureta}}^2 + u_{\text{variación de volumen y temp}}^2}$ $u_{\text{estándar vol.total}} = \sqrt{0,04787^2 + 0,008739^2}$ $u_{\text{estándar vol.total}} = \mathbf{0,04866}$
<p>Paso 5 Estimación de la incertidumbre relativa del método</p>	<p>Fuente 1: Incertidumbre relativa de la muestra</p> $u_{\text{relativa (m)}}^2 = \frac{u_{\text{estándar (m)}}}{\text{resultado}} \quad u_{\text{relativa(m)}}^2 = \frac{0,000144}{1,0003} = \mathbf{0,00014}$ <hr/> <p>Fuente 2: Incertidumbre relativa de la normalidad promedio</p> $u_{\text{relativa (Normalidad promedio)}}^2 = \frac{u_{\text{estándar (Normalidad promedio)}}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa Normalidad promedio}}^2 = \frac{0,00279}{0,1001} = \mathbf{0,02786}$ <hr/> <p>Fuente 3 y Fuente 4: Incertidumbre relativa de la diferencia de volúmenes (VBK-VM)</p> <p>***Nota Paso 3.1.9: Estimación de la incertidumbre estándar de la diferencia de volúmenes</p> $u_{\text{estándar(VBK-VM)}} = \sqrt{u_{\text{estándar VBK}}^2 + u_{\text{estándar VM}}^2}$ $u_{\text{estándar(VBK-VM)}} = \sqrt{0,04952^2 + 0,04866^2}$ $u_{\text{estándar(VBK-VM)}} = \mathbf{0,069426}$ <p>Cálculo del resultado (diferencia de volúmenes)</p> <p>Resultado = (Resultado promedio_{fFuente 3} – Resultado promedio_{fFuente 4})</p> <p>(VBK – VM) = vol. gast. del NaOH en el blanco – vol. gast. del NaOH en la titulación de la muestra</p> <p>(VBK – VM) = (52,2 – 36)</p> <p>(VBK – VM) = 16,2</p> <p>Volumen gastado de NaOH en el blanco – volumen gastado de NaOH en la muestra</p> $u_{\text{relativa (VBK-VM)}}^2 = \frac{u_{\text{estándar (VBK-VM)}}}{\text{resultado}}$ $u_{\text{relativa (VBK-VM)}}^2 = \frac{0,069426}{16,2} = \mathbf{0,00430}$

Paso 6. Combinación de las incertidumbres relativas del método por la ley de propagación de incertidumbre

$$u_{\text{relativa del método}} = \sqrt{u_{\text{relativa (m)}}^2 + u_{\text{relativa (Normalidad promedio)}}^2 + u_{\text{relativa (VBK-VM)}}^2}$$

$$u_{\text{relativa del método}} = \sqrt{0,00014^2 + 0,02786 + 0,00430^2}$$

$$u_{\text{relativa del método}} = \mathbf{0,0282}$$

En la etapa del método se estimó la incertidumbre estándar de la **fuerza 1 (M)**: peso de la muestra con 0,00014, para ello se cuantificó como influencia principal a la calibración de la balanza la cual presenta tres fuentes potenciales: la incertidumbre de la balanza (incertidumbre expandida) obtenida del certificado de calibración, la resolución y estabilidad de la balanza y luego fueron combinadas mediante la ley de propagación de incertidumbre. Para la **fuerza 2 (N)**: normalidad de NaOH se desarrolló 4 componentes ; el componente 1: peso del reactivo hidrogenofalato de potasio se realizó por triplicado (estandarización), para ello se cuantificó como influencia principal a la calibración de la balanza la cual presenta tres fuentes potenciales: la incertidumbre de la balanza (incertidumbre expandida) obtenida del certificado de calibración, la resolución y estabilidad de la balanza que fueron combinadas mediante la ley de propagación de incertidumbre siendo la incertidumbre relativa estimada de 0,00013 para el peso 1,2,3. Componente 2: peso molecular del reactivo hidrogenofalato de potasio, se estimó la incertidumbre estándar para lo cual se aplicó la distribución rectangular (incertidumbre tipo B) y se combinó mediante la ley de propagación de incertidumbre siendo igual a 0,00377. Componente 3: volumen gastado del NaOH para estandarización realizado por triplicado, se cuantifico como influencia principal la calibración del material de vidrio (bureta), para ello se estimó incertidumbre estándar de la bureta y la incertidumbre estándar de la variación de volumen y temperatura; luego ser combinadas mediante la ley de propagación de incertidumbre para finalmente obtener la incertidumbre estándar por triplicado, el volumen 1 de 0,04812, volumen 2 de 0,04812 y volumen 3 de 0,04811. Para el componente 4: pureza del reactivo, se estimó la incertidumbre estándar para lo cual se aplicó la distribución rectangular (incertidumbre tipo B), siendo igual a 0,00029. Cabe resaltar que para estimar la incertidumbre estándar final de la fuerza 2, se realizó la combinación de los 4 componentes mediante la ley de propagación de incertidumbre

<p>obteniendo la incertidumbre estándar promedio de la normalidad del NaOH con un resultado de 0,00279. Para la fuente 3 (VBK): volumen gastado de NaOH en el blanco y para la fuente 4 (VM): volumen gastado de la titulación en la muestra fueron influenciadas por la calibración de material de vidrio, para ello se estimó la incertidumbre de la bureta y la incertidumbre estándar de la variación de volumen y temperatura y luego ser combinadas mediante la ley de propagación de incertidumbre y así obtener un resultado de 0,04952 para la fuente 3 y para la fuente 4 con 0,04866. Con la estimación de estas 4 fuentes se realizó la estimación de la incertidumbre relativa del método obteniendo un resultado de 0,0282.</p>	
PASO 3.2 : Etapa de la incertidumbre del sesgo Fuente: sesgo	
Paso 3.2.1 Promedio General Ponderado	<p>Calculo estadístico del promedio general ponderado para obtener una media más exacta por ser un solo analista</p> <p>Formula (4)</p> $PGP = \frac{(\text{Varianza 1} * \text{Media 1} + \text{Varianza 2} * \text{Media 2})}{(\text{Varianza1} + \text{Varianza 2})}$ <p>Donde: Varianza 1 = varianza en el tiempo 1 = 0.1361 Varianza 2 = varianza en el tiempo 2 = 0.1851 Media 1 = promedio de los resultados en el tiempo 1= 14.1379 Media 2 = promedio de los resultados en el tiempo 2= 14.1326</p> $PGP = \frac{(0,1361 * 14,14 + 0,1851 * 14,13)}{(0,1361 + 0,1851)}$ <p>PGP = 14,1342</p>
Paso 3.2.2 Estimación de la incertidumbre estándar del sesgo	$u_{\text{estándar del sesgo}} = \bar{x} - \mu $ <p>Donde: $u(\text{estándar del sesgo})$ = incertidumbre estándar del sesgo \bar{x} = promedio de resultados del analista μ = promedio general ponderado del analista</p> $u_{\text{estándar del sesgo}} = 14,1352 - \mathbf{14,1342} $ <p>$u_{\text{estándar del sesgo}} = 0,0010$</p>

<p>Paso 5.4 Estimación de la incertidumbre relativa del sesgo</p>	$u_{\text{relativa del sesgo}} = \frac{u_{\text{estándar del sesgo}}}{\text{resultado(PGP)}}$ $u_{\text{relativa del sesgo}} = \frac{0,0010}{14,1342}$ $u_{\text{relativa del sesgo}} = 0,00007$
<p>Para la etapa del sesgo se calculó el promedio general ponderado debido a que la repetibilidad del método se realizó por un solo analista, luego se procedió a la estimación de la incertidumbre estándar del sesgo para obtener la incertidumbre relativa con un resultado de 0,00007.</p>	
<p align="center">PASO 3.3: Etapa de la incertidumbre del analista Fuente : analista</p>	
<p>Paso 3.3.1 Varianza Agrupada</p>	<p>Calculo estadístico de la varianza agrupada mediante la desviación estándar promedio por ser un solo analista</p> <p>Formula (5)</p> $VA = \frac{(n1 - 1) * \text{varianza 1} + (n2 - 1) * \text{varianza 2}}{(n1 - 1) + (n2 - 1)}$ <p>Donde: $n1 = \text{Número de datos del tiempo 1} = 15$ $n2 = \text{Número de datos del tiempo 2} = 15$ $\text{Varianza 1} = \text{varianza de datos en el tiempo 1} = 0.1361$ $\text{Varianza 2} = \text{varianza de datos en el tiempo 2} = 0.1851$</p> $VA = \frac{(15 - 1) * 0,1361 + (15 - 1) * 0,1851}{(15 - 1) + (15 - 1)}$ $VA = 0,1605$
<p>Paso 3.3.2 Estimación de la incertidumbre estándar del analista</p>	$u_{\text{estándar del analista}} = S_r = \sqrt{\text{varianza agrupada}^2}$ $u_{\text{estándar del analista}} = \sqrt{(0.1605)^2}$ $u_{\text{estándar del analista}} = 0,1605$
<p>Paso 5.c Estimación de la incertidumbre relativa del analista</p>	$u_{\text{relativa analista}} = \frac{u_{\text{estándar analista}}}{\text{resultado (PGP)}}$ $u_{\text{relativa analista}} = \frac{0,1605}{14,1342}$ $u_{\text{relativa analista}} = 0,0113$

En la etapa del analista se realizó el cálculo de la varianza agrupada debido a que la repetibilidad del método se realizó por un solo analista, resultado que será considerado como la incertidumbre estándar del analista para luego obtener la incertidumbre relativa con un resultado de 0,0113.

Fuente: Elaboración propia

La obtención de la incertidumbre relativa de la etapa del método, sesgo y analista no son comparables con Vano et al. (2011) debido a que ellos solo determinaron la incertidumbre estándar de sus fuentes identificadas no llegaron a estimar las incertidumbres relativas. Así mismo estos resultados no son comparables con Guzmán et al. (2010) debido a que ellos realizaron la estimación de incertidumbre de la matriz carne, de igual manera Salazar (2016) realizó la estimación de la incertidumbre en matriz cereales, lácteos y cárnicos. La identificación de los 4 componentes de la fuente 2 (normalidad de NaOH) son similares a lo realizado por Giraldo et al. (2017). Pero difieren en la repetibilidad de datos y en el uso del patrón primario, esto se debe a que se realizaron 30 repeticiones para la estandarización de la solución titulante y se utilizó como patrón al carbonato de sodio igualmente difieren en el uso del reactivo para la titulación del blanco y de la muestra ya que ellos utilizaron como titulante ácido sulfúrico con una concentración al 0.0127 N.

3.4.6 RESULTADOS DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR RELATIVA COMBINADA E INCERTIDUMBRE EXPANDIDA EN ENSAYO DE PROTEINA

Se realizó la estimación de la incertidumbre estándar relativa combinada e expandida además de la expresión e interpretación del resultado se muestran en la tabla 19.

Tabla 19

Estimación de incertidumbre expandida en ensayo de proteína en alimento de reconstitución instantánea

Paso	Ensayo	Mesurando	Incertidumbre estándar relativa combinada (método + sesgo + analista)
Paso 6.1	Proteína	14.14 %	$u_{\text{relativa combinada}} = \sqrt{u_{\text{relativa metodo}}^2 + u_{\text{relativa sesgo}}^2 + u_{\text{relativa .analista}}^2}$ $u_{\text{relativa combinada}} = \sqrt{0,0282^2 + 0,00007^2 + 0,0113^2}$ $u_{\text{relativa combinada}} = 0,0304$ $u_{\text{combinada}} = u_{\text{relativa combinada}} * \text{Mesurando}$ $u_{\text{combinada}} = 0,0304 * 14,14$ $u_{\text{combinada}} = 0,4297$
Paso 7.	Incertidumbre expandida (U)		$U_{\text{Expandida}} = u_{\text{combinada}} * K$ $U_{\text{Expandida}} = 0,4297 * 2$ $U_{\text{Expandida}} = 0,86\%$
Paso 8.	Reporte del resultado		Resultado (R) ± Incertidumbre expandida (U)
	Interpretación del resultado		14,14 % ± 0,86 %
	El valor verdadero de la concentración del analito se encuentra en el intervalo entre (13,28% – 15,00%).		

Fuente: Elaboración propia

La tabla 19 muestra la estimación de la incertidumbre relativa combinada de la etapa del método, etapa del sesgo y la etapa del analista obteniendo un resultado de 0,0304, asimismo se calculó la incertidumbre combinada multiplicando con el mesurando del ensayo de proteína para obtener la unidad correspondiente con el 0,4297 %. Finalmente se estimó la incertidumbre expandida del ensayo de proteína en mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea) con un 0,86 % este resultado difiere con lo obtenido en Vano et al. (2011) encontrando una incertidumbre de proteína de 2,5 % en harina de maíz pre cocido, también difiere con lo estimado en Guzmán et al. (2010) con una incertidumbre de 0.62% en carne fresca y 0.75% en carne procesada. Asimismo, difiere con lo dicho en Salazar (2016) encontrando una incertidumbre de 0.021 en matriz cereales. Cabe resaltar que este

parametro de 0.86% esta considerado dentro del rango optimo establecido por el laboratorio Louis Pasteur contando con un minimo de 0.65% y un maximo 1.10%.

3.4.7 CONTRIBUCIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE QUE PARTICIPAN EN EL ENSAYO DE PROTEINA

Para analizar la contribución de las fuentes de incertidumbre identificadas durante el proceso de estimación se realizó un presupuesto de la incertidumbre como se muestra en la tabla y figura 20.

Tabla 20

Contribución de la incertidumbre estimada en el ensayo de proteína en alimento de reconstitución instantánea

	Componentes de la incertidumbre	Factores	Valor	$u(\text{relativa})$	$u(\text{relativa})^2$	Contribución (%)
Método	VOL. GAST.DEL NAOH EN EL BLANCO - VOL. GAST. EN LA TITULACIÓN DE LA MUESTRA	VBK-VM	16,16	0,00430	0,000018	2%
	MUESTRA	M	1,0003	0,00014	0,00000002	0%
	NORMALIDAD	N	0,1001	0,0278	0,000776	84%
		Analista		0,0113	0,000129	14%
		Sesgo		0,00007	0,00000001	0%
					Urel. comb ²	0,0009
					Urel. comb	0,0304
				Ucomb	0,430	
				Uexp	0,86	

Fuente: Elaboración propia

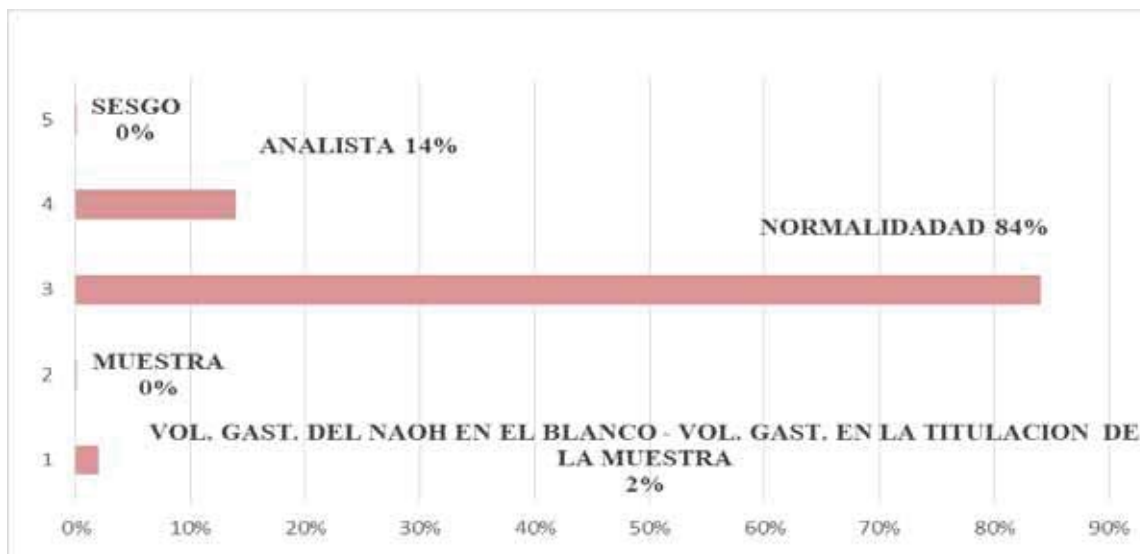


Figura 20. Contribución de los componentes de la incertidumbre en el ensayo de proteína

(Fuente: Elaboración propia)

La tabla y figura 20 muestra los valores y resultados de las estimaciones de incertidumbre relativas de cada una de las fuentes de incertidumbre identificadas en el ensayo de proteína obtenidas durante la etapa del método, sesgo y analista. Estos resultados permitieron hallar la contribución significativa a la estimación de incertidumbre en ensayo de proteína identificando la normalidad (N) como la fuente que aporta una mayor contribución con el 84%. La segunda fuente con mayor contribución es el analista con el 14 %, así mismo las fuentes que aportan menor contribución a la estimación de la incertidumbre en proteína es volumen gastado del NaOH en el blanco menos el volumen gastado del NaOH en la titulación de la muestra (VBK-VM) con un 2%, el sesgo y la muestra con un 0%.

Este resultado coincide con lo dicho en Vano et al. (2011) indican que la primera fuente con mayor contribución en el ensayo de proteína es la estandarización del ácido titulante, este resultado se debe a que no se realizó la adecuada estandarización del reactivo titulante con un patrón químicamente puro además de la falta de calibración periódica de la balanza. Este resultado también difiere con lo dicho por Salazar (2016) donde la fuente que aporta mayor contribución en la estimación de la incertidumbre es la repetibilidad del método (evaluación tipo A) debido al cambio de analistas. En el caso de Guzmán et al. (2010) no son comparables debido a que ellos no realizaron ningún tipo de análisis en las contribuciones de fuentes de incertidumbre.

CONCLUSIONES

1. En la mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea) se estimó la incertidumbre de 0,03 % en humedad, 0,03 % ceniza, 0,04% grasa y 0,86% proteína al 95% de nivel de confianza.
2. En mezcla de harinas (alimento de reconstitución instantánea) se determinó un promedio de 4,52% en humedad, 2,10 % ceniza, 6,54 % grasa y 14,14 % proteína.
3. Las fuentes de incertidumbre que se identificaron en la estimación de incertidumbre para ensayo de **humedad** fueron: peso de la placa más muestra, peso de la muestra, peso de la placa más muestra seca; para ensayo de **ceniza**: masa del crisol, masa del crisol más cenizas, masa de la muestra; para ensayo de **grasa**: peso del balón vacío, peso de la muestra, peso del balón más grasa; para el ensayo de **proteína**: la normalidad del hidróxido de sodio, peso de la muestra, volumen gastado en la titulación del blanco, volumen gastado en la titulación de la muestra, peso de la muestra.
4. La incertidumbre estándar para la diferencia de pesos en ensayo de **humedad, ceniza, grasa** fue de (P1-P2):0.000326, (M2-M1):0.000241, (P2-P1):0.000613 respectivamente, en ensayo de **proteína** para la fuente de normalidad (N) fue de: 0.002789. La estimación de la incertidumbre relativa para la diferencia de pesos en ensayo de **humedad, ceniza, grasa** fue de (P1-P2):0.002407, (M2-M1):0.005732, (P2-P1):0.001865 respectivamente, en ensayo de **proteína** para la fuente de normalidad (N) fue de: 0.027865.
5. La incertidumbre estándar relativa combinada para **ensayo de humedad** fue 0,0151 %, **ceniza** fue 0,0155 %, **grasa** fue 0,0028 % y **proteína** fue 0,4297 %.

RECOMENDACIONES

- ❖ Analizar todas las fuentes que puedan contribuir a la estimación de incertidumbre en el ensayo.
- ❖ Antes de estimar la incertidumbre realizar un análisis e interpretación de datos
- ❖ Se debe considerar la estimación de la incertidumbre como parte del aseguramiento de la calidad en los resultados de los ensayos analíticos en todos los laboratorios de análisis biológicos.

BIBLIOGRAFIA

- Asaka , T. (1992). *Manual de herramientas de calidad: el enfoque japonés* . Madrid : Tecnología de gerencia y producción .
- Badui, Dergal, S. (2006). *Química de los alimentos* (4a ed.). México: Pearson Educación.
- Boekenoogen, H. (1964). *Analysis and characterization of oils, fat and products* (Vol. 1). London: Interscience.
- CAC/GL 59. (2006). Directrices sobre la estimación de la incertidumbre de los resultados. *Comite del codex*, 1-17.
- CAC/GL 8. (1991). Directrices sobre preparados alimenticios complementarios para lactantes de más edad y niños pequeños. *Comite del Codex*, 1-17.
- Calderon Pozo, F. (2014). *Diagnostico y propuesta de mejora del proceso de control de la calidad en una empresa que elabora aceites lubricantes automotrices e industriales utilizando herramientas y tecnicas de la calidad*. Lima, Peru: Tesis de grado Pontificia Universidad Catolica del Peru.
- COFILAB MCEI005 Manual de Calidad Ensayos Interlaboratorios. (s.f). Evaluación Estadística en Ensayos de Aptitud Interlaboratorios (EAI). Obtenido de <https://dokumen.tips/documents/z-score-y-youden-562651c09623b.html>
- Cruz, L. (2007). *Correlación del método kjeldahl con el método de combustión dumas automatizado para determinación de proteína en alimentos*. Mexico: Tesis de grado Universidad Autonoma del Estado de Hidalgo.
- DA-acr-09D. (2014). Directriz para la estimación y expresión de la incertidumbre de la medición, versión 00. *Comité Técnico-INACAL*, 1-18.
- DA-acr-12D. (2016). Criterios para la trazabilidad de las mediciones, versión 00. *Comite Tecnico-INACAL*, 1-16.
- Egli, I. M. (2001). *Traditional food processing methods to increase mineral bioavailability from cereal and legume based weaning foods*. Suiza.
- EURACHEM/CITAC. (2012). *Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas* (3a ed.). España: Euralab.
- García, Arellano, H., & Vázquez, Duhalt, R. (1998). Cuantificación de proteínas: una revisión . *BioTecnología*, 77-88.

- Giraldo Gomez, G. I., Ramírez Ramírez, D. d., & Sanabria Gonzáles , N. R. (2017). Estandarización de la incertidumbre en al estandarización de una solución de ácido sulfurico . *Facultad de Ciencias Basicas* , 50-55.
- Greenfield, A., & Southgate, D. (2003). *Datos de Composicion de Alimentos* (2a ed.). Roma Italia: Publicacion electronica de la direccion de la informacion de la FAO. Obtenido de https://books.google.com.pe/books/about/Datos_de_composici%C3%B3n_de_alimentos.html?id=sj8arOGA3P0C&printsec=frontcover&source=kp_read_button&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false
- Guzman , J., Molina, N., & Martínez, V. (2009). Evaluacion de la incertidumbre en los resultados de la prueba de ensayo para determinar el contenido de grasas por el método soxhlet. *Salud Publica y Nutrición*, 3-12.
- Guzmán, J., Molina, N., & Martínez, V. (2010). Evaluacion de la incertidumbre en los resultados de la prueba de ensayo para determinar el contenido de proteina por el metodo kjeldahl. *Salud Pública y Nutrición*, 3-12.
- INACAL. (28 de 02 de 2019). *Instituto Nacional de la Calidad*. Obtenido de <https://www.inacal.gob.pe/>
- IUPAC. (2002). Tabla periódica: Incertidumbre estándar de los pesos atómicos . *Consultores C.A*, 1. Obtenido de http://matematicaaplicada.jezasoft.co/jeza/talleres/20112/quimica_general/pesos_atomicos.pdf
- Jacome, J. (2016). *Validación del método gravimétrico para la determianción de grasa en el laboratorio Ecuachelamb*. Ambato- Ecuador: Tesis de grado Universidad Tecnica de Ambato.
- JCGM 100. (2008). *Evaluación de datos de medición - Guía para la expresión de la incertidumbre de medida (GUM)*. España: Centro Español de Metrología.
- JCGM 200. (2012). *Vocabulario internacional de metrología. Conceptos fundamentales y generales y terminos asociados (VIM)*. España: Centro Español de Metrología.
- Kirk , R., Sawyer, R., & Egan , H. (1996). *Composicion y analisis de alimentos de pearson* (2a ed.). Mexico: Continental SA de CV.
- Latimer, Jr, G. (2016). *Official methods of analysis*. Rockville, Maryland USA: AOAC International.

- LEY N°27470. (2001). Ley que establece normas complementarias para la ejecución del programa de vaso de leche . *Congreso de la Republica* , 2.
- Maroto, A., Boqué, R., Riu, J., & Rius, X. (2000). *Incertidumbre y Precisión*. Catalan España: Universidad Rovira i Virgili.
- Martines López, E., & Lira Cortés, L. (2014). Establecimiento del patrón de medición para contenido de humedad en solidos. *Simposio Metrologia*, 628-635.
- Miller , J., & Miller, J. (2002). *Estadística y Quimiometria para Quimica Analitica*. Madrid: Pearson Educacion. S. A.
- Nielsen, S. (2003). *Food Analysis Laboratory Manual* (2a ed.). West Lafayette, USA: Springer. Obtenido de [file:///C:/Users/Toshiba/Downloads/ebooksclub.org__Food_Analysis_Laboratory_Manual__Second_Edition__Food_Science_Texts_Series_%20\(1\).pdf](file:///C:/Users/Toshiba/Downloads/ebooksclub.org__Food_Analysis_Laboratory_Manual__Second_Edition__Food_Science_Texts_Series_%20(1).pdf)
- Nollet, L. (1996). *Manual de análisis de alimentos*. New York, USA: Marcel Dekker.
- NTP,2009.263. (2013). Alimentos cocidos de reconstitución instantánea. Determinación de grasa. Método gravimétrico. *Indecopi*, 06.
- NTP,209.262. (2013). Alimentos cocidos de reconstitución instantánea. Determinación de proteína. Método kjeldahl. *Indecopi*, 06.
- NTP,209.264. (2013). Alimentos cocidos de reconstitución instantánea. Papilla. Enriquecio lácteo. Determinación de humedad. Método gravimetrico. *Indecopi*, 04.
- NTP,209.265. (2013). Aimentos cocidos de reconstitución instantánea. Determinación de cenizas. Método gravimétrico. *Indecopi*, 04.
- Rice, W, E., Baird, B, R., & Eaton, D, A. (2017). *Standard Methods for the examination of water and wastewater*. Washington: American Public Health Association (APHA), American Water works Association (AWWA), Water Environment Federation (WEF).
- Rossell , J., & Pritchard, J. (1991). *Analysis of oilseeds fast and fatty foods* (Vol. 1). London, New York: Elsevier Science.
- Sáez Ruiz, S., & Font Avila, L. (2001). *Incertidumbre de la medicion teoria - practica* . Maracay estado Aragua.
- Salazar Pinto, R. C., & del Castillo Galarza, S. (2018). *Fundamentos Basicos de Estadistica*. Quito. Obtenido de

<http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/13720/3/Fundamentos%20B%C3%A1sicos%20de%20Estad%C3%ADstica-Libro.pdf>

- Salazar, A. (2016). *Implementación del método Kjeldahl para la determinación de proteína para diferentes matrices en el laboratorio Ecuachemlab*. Ambato Ecuador: Tesis de grado Universidad Tecnica de Ambato.
- Spiegel, M., & Stephens, L. (2009). *Estadística* (4a ed.). D.F Mexico: Mc Graw. Hill/interamericana editores, S.A de C.V.
- Toledo , M. (s.f). El ABC de la pesada. *GWP-Good Weighing Practice*, 5-30.
- Vano, K., Jiménez, Y., & de Nuñez, M. (2009). Evaluación de la incertidumbre en la determinación gravimetrica de humedad, cenizas, grasa y fibra cruda. *Ingenieria UC*, 16(2), 27-33.
- Vano, K., Jiménez, Y., & de Núñez, M. (2011). Estimación de la incertidumbre de la medición para la determinación de proteínas en alimentos por el método de kjeldahl. *Ingenieria UC*, 18(1), 28-37.
- Zudaire, M., & Yoldi, G. (2006). Combinacion de Alimentos . *Consumer Eroski*, 18-19.
- Zumbado, H. (2002). *Análisis químico de los alimentos. Métodos clasicos*. Habana, Cuba: Universidad de la Habana.

ANEXOS 1**CALCULO DE CARBOHIDRATOS Y ENERGIA DEL MATERIAL BIOLÓGICO
(alimento de reconstitución instantánea)**

Donde:

Humedad: 4.52%

Ceniza: 2.10%

Grasa: 6.54%

Proteína: 14.14%

$$\text{CARBOHIDRATOS (CH)} = 100 - (\text{H} + \text{C} + \text{G} + \text{P})$$

$$\text{CH} = 100 - (4.52 + 2.10 + 6.54 + 14.14)$$

$$\text{CH} = 72.70 \%$$

$$\text{ENERGIA (E)} = (4 \times \text{P}) + (9 \times \text{G}) + (4 \times \text{CH})$$

$$\text{E} = (4 \times 14.14) + (9 \times 6.54) + (4 \times 72.70)$$

$$\text{E} = 406.22 \text{ kcal}$$

ANEXOS 2

Tabla Periódica – Incertidumbre Estándar de los Pesos Atómicos

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18												
1 H 1.00794(7)	3 Li 6.941(6)	4 Be 9.012182(2)	5 B 10.811(7)	6 C 12.0107(8)	7 N 14.0064(7)	8 O 15.9994(3)	9 F 18.9984032(5)	10 Ne 20.1797(6)	11 Na 22.9897692(8)	12 Mg 24.30508(7)	13 Al 26.9815386(3)	14 Si 28.0855(3)	15 P 30.973761(3)	16 S 32.065(3)	17 Cl 35.453(2)	18 Ar 39.948(1)													
19 K 39.0983(1)	20 Ca 40.078(4)	21 Sc 44.955910(2)	22 Ti 47.88(7)	23 V 50.9415(3)	24 Cr 51.9961(6)	25 Mn 54.938045(7)	26 Fe 55.845(2)	27 Co 58.933200(5)	28 Ni 58.693(4)	29 Cu 63.546(3)	30 Zn 65.409(4)	31 Ga 69.723(1)	32 Ge 72.64(3)	33 As 74.92160(2)	34 Se 78.96(3)	35 Br 79.904(1)	36 Kr 83.798(2)												
37 Rb 85.4678(3)	38 Sr 87.62(1)	39 Y 88.90585(2)	40 Zr 91.224(2)	41 Nb 92.90638(2)	42 Mo 95.94(3)	43 Tc [98]	44 Ru 101.07(2)	45 Rh 102.90550(2)	46 Pd 106.42(3)	47 Ag 107.8682(2)	48 Cd 112.411(3)	49 In 114.818(2)	50 Sn 118.710(2)	51 Sb 121.760(1)	52 Te 127.60(3)	53 I 126.90447(3)	54 Xe 131.293(6)												
55 Cs 132.90545(2)	56 Ba 137.327(7)	57 Lu 174.967(1)	58 Hf 178.49(2)	59 Ta 180.9479(1)	60 W 183.84(1)	61 Re 186.207(1)	62 Os 190.23(3)	63 Ir 192.222(2)	64 Pt 195.078(2)	65 Au 196.96657(2)	66 Hg 200.59(2)	67 Tl 204.3833(2)	68 Pb 207.2(1)	69 Bi 208.98038(2)	70 Po [209]	71 At [210]	72 Rn [222]												
87 Fr [223]	88 Ra [226]	89-102 (a)	103 Lu [243]	104 Hf [245]	105 Ta [246]	106 W [248]	107 Re [249]	108 Os [250]	109 Ir [251]	110 Pt [252]	111 Au [253]	112 Uub [254]	113 Uuu [255]	114 Uuq [256]	115 Uuu [257]	116 Uuu [258]	117 Uuu [259]	118 Uuu [260]											
57 La 138.90547(2)	58 Ce 140.116(1)	59 Pr 140.90765(2)	60 Nd 144.242(2)	61 Pm [145]	62 Sm 150.36(2)	63 Eu 151.964(3)	64 Gd 157.25(3)	65 Tb 158.92534(2)	66 Dy 162.500(1)	67 Ho 164.93032(2)	68 Er 167.259(2)	69 Tm 168.93421(2)	70 Yb 173.04(3)	71 Lu 174.967(1)	72 Hf 178.49(2)	73 Ta 180.9479(1)	74 W 183.84(1)	75 Re 186.207(1)											
89 Ac [227]	90 Th 232.0377(2)	91 Pa [231.03688(2)]	92 U 238.02891(3)	93 Np [237]	94 Pu [244]	95 Am [243]	96 Cm [247]	97 Bk [247]	98 Cf [251]	99 Es [252]	100 Fm [257]	101 Md [258]	102 No [259]	103 Lr [260]	104 Rf [261]	105 Ta [262]	106 W [263]	107 Re [264]	108 Os [265]	109 Ir [266]	110 Pt [267]	111 Au [268]	112 Uub [269]	113 Uuu [270]	114 Uuq [271]	115 Uuu [272]	116 Uuu [273]	117 Uuu [274]	118 Uuu [275]

La incertidumbre estándar combinada en la masa molar de un compuesto puede ser determinada por la incertidumbre estándar en los pesos atómicos de sus elementos contribuyentes. La tabla de los pesos atómicos, incluyendo los estimados de incertidumbre, es publicada bianualmente por la IUPAC. Para cada elemento del compuesto, la incertidumbre estándar se determina por el tratamiento de los estimados de incertidumbre de la IUPAC, modelando los límites de una distribución rectangular.

En la tabla los estimados de incertidumbre en los pesos atómicos se indican a través del valor que aparece entre paréntesis, en determinada posición después de la coma. Por ejemplo, el hidrógeno posee un peso atómico de 1.00794 g mol⁻¹ y un estimado de incertidumbre de 0.00007 g mol⁻¹. En este caso la incertidumbre estándar se determina como:

$$u(x) = \frac{0.00007}{\sqrt{3}} = 0.0000404 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$