

LACM®/División de Metrología		Página 1 de 3 páginas	
Ficha técnica DM_FT_EA_06 Humedad en leche en polvo		Versión: 31/01/2023	Última revisión: 31/01/2023
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	



Universidad Austral de Chile
 Instituto de Ciencia y Tecnología de los Alimentos
LACM®/División de Metrología

FICHA TECNICA ENSAYO DE APTITUD
Humedad en leche en polvo

Objetivos y alcance	<p>- Permitir a los laboratorios que aplican el método gravimétrico en estufa a 102 °C para la determinación del contenido de humedad en leche en polvo, comparar sus resultados con los valores asignados con el mismo método y evaluar las diferencias con base a dichos valores y a la conformidad con la meta de precisión establecida en el estándar IDF 26A:1993.</p> <p>- Permitir a los laboratorios que aplican el método de balanza termo-gravimétrica o el método instrumental NIR comparar sus resultados con los obtenidos con el método gravimétrico en estufa 102 °C y verificar que son útiles para los propósitos para los cuales se obtienen.</p> <p>- Permitir a los laboratorios participantes trazar sus resultados* a los obtenidos con el mismo método IDF 26A:1993 o equivalente (102 ± 2 °C) por un grupo de laboratorios que participan en ensayos de aptitud en Europa.</p> <p><i>*Excepto en ensayos en que el valor asignado sea obtenido a partir del promedio robusto consensual de los resultados de los participantes (ver sección “Método de asignación de valores”)</i></p>
Naturaleza del material de ensayo	Leche entera en polvo, leche entera fortificada en polvo o leche descremada en polvo.
Métodos de ensayo aplicables	<p>- Método gravimétrico a 102°C (IDF-FIL 26A:1993) o equivalentes</p> <p>- Instrumental NIR</p> <p>- Otros métodos gravimétricos (Ej. Termobalanza)</p>
Mensurandos	Fracción de masa de humedad en g/100 g de leche en polvo , definido como el agua “libre” o “disponible” para su participación en reacciones químicas, y obtenida como la pérdida de masa por método gravimétrico a 102 ± 2 °C hasta peso constante, o por métodos de rutina o instrumentales previamente calibrados y compatibles con dicho método.
Contenido o rango de la propiedad a ensayar	2,5 a 4,5 % (g/100g)
Número de ítems de ensayo (niveles)	03
Número de réplicas requerido por cada muestra de laboratorio	02
Cantidad de material y su envase	30 gramos en una bolsa de film trilaminado

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: 95 < @D&\$%

LACM®/División de Metrología		Página 2 de 3 páginas	
Ficha técnica DM_FT_EA_06 Humedad en leche en polvo		Versión: 31/01/2023	Última revisión: 31/01/2023
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	

Plazo límite para informar (enviar) los resultados	Desde el momento que el material es recibido por el participante, 10 días hábiles máximo para realizar el análisis e informar los resultados
Método de asignación de valores (valores de referencia) a los ítems de ensayo	<p>El valor asignado corresponde al valor obtenido por LACM®/División Analítica, mediante el método basado en IDF 26A:1993 (gravimétrico, en estufa 102 °C) con trazabilidad a laboratorios expertos a través de material de referencia según norma NCh-ISO 17043, anexo B.2, sección c): “valores de referencia, como los determinados mediante análisis, medición o comparación del ítem de ensayo de aptitud junto con un material de referencia o patrón, trazable a un patrón nacional o internacional”. Alternativa también descrita en el estándar ISO 13528:2022, subcapítulo 7.5.2 “Resultados de un laboratorio”, en el cual se señala que “el laboratorio debe ejecutar una serie de ensayos de ambos, ítems de Ensayo de Aptitud y material de referencia certificado, utilizando el mismo método de medida y bajo condiciones de repetibilidad”.</p> <p>El diseño para asignación de valor de referencia está basado además en recomendaciones de:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Maroto A (2002). Incertidumbre en métodos analíticos de rutina. Tesis Doctoral. Departamento de Química Analítica i Orgánica, Facultad de Química, Universitat Rovira I Virgili. Tarragona. - Schiller S B (1996). Statistical aspects of the certification of chemical batch SRMs. National Institute of Standards and Technology Special Publication 260-125. July 1996. <p><i>En caso de presentarse alguna dificultad logística que impida aplicar esta forma de asignación de valor de referencia, se podrá asignar el valor a partir de un promedio consensual robusto, el cual se obtiene de los resultados de los participantes, previa autorización del Jefe de LACM®/División de Metrología. Se utilizará el estimador robusto conocido como Biweight de Tukey, con escala igual a MADn y constante de ajuste k igual a 4,685.</i></p>
Prueba de homogeneidad	Contenido de humedad de dos unidades (bolsas) de cada nivel. El análisis de las muestras lo realizará LACM®/División Analítica, aplicando un método basado en FIL/IDF 26A:1993 (102 °C), junto con el ensayo para asignación del valor de referencia. El ensayo se realiza en tres sesiones, incorporando esta variable (sesión) en el análisis estadístico como un factor aleatorio, siendo analizados dos bolsas de un nivel en una de las sesiones. Para el análisis de los datos se aplica el método de descomposición de varianza a partir de una tabla ANDEVA, siguiendo las recomendaciones del Protocolo IUPAC (“The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories”) y se estima una desviación estándar entre muestras S_{sam} única con base a los resultados de todas las muestras.
Evaluación de los resultados para establecer conformidad	<p>Se asigna un score z o z' *(ISO 13528:2022, subcapítulo 9.5) por participante para cada nivel. El score z o z' se interpretan de la siguiente manera: si z o $z' \leq 2$ el resultado del participante es satisfactorio; si $2 < z$ o $z' < 3$ el resultado indica un signo de advertencia sobre su performance; si z o $z' \geq 3$ entonces es un signo de acción para que el laboratorio mejore su performance.</p> <p><i>*En caso de que el valor asignado sea obtenido a partir del promedio robusto consensual de los resultados de los participantes, sólo se utilizará score z</i></p> <p>Las metas para la evaluación de la aptitud $\hat{\sigma}$ son:</p> <p><u>Método gravimétrico en estufa a 102 °C:</u> se obtiene a partir del de la desviación estándar de la repetibilidad y de la reproducibilidad de IDF 26A:1993, a partir de lo cual se obtiene: $\hat{\sigma} = 0,14 \text{ g}/100\text{g}$</p> <p><u>Balanzas termo-gravimétricas:</u> $\hat{\sigma} = 0,14 \text{ g}/100\text{g}$</p>

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: 95% < @D&S%

LACM®/División de Metrología		Página 3 de 3 páginas	
Ficha técnica DM_FT_EA_06 Humedad en leche en polvo		Versión: 31/01/2023	Última revisión: 31/01/2023
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	

	<p><u>Método NIR:</u> Se aplica el criterio establecido en el estándar ISO 21543:2020(E)/IDF 201:2020(E). Se establece una meta (“adecuado para los propósitos de uso”): $\hat{\sigma} = 0,14 \text{ g}/100\text{g}$</p> <p><i>Sin embargo, cuando el valor asignado sea consensual (promedio robusto de los resultados de los participantes), se podrá utilizar alternativamente como $\hat{\sigma}$, un valor obtenido por percepción, con base a la precisión de los métodos o a información histórica de la desviación estándar robusta (a partir del estimador de escala consensual Q_n (Croux y Rousseeuw, 1999 “Time-efficient algorithms for two highly robust estimators of scale”. Computational Statistics, Vol 1”).</i></p>
Forma de despacho del material	En caja de aislapol.
Preservación	En lugar fresco y seco, muestra sellada
Norma general que se aplica	NCh ISO 17043-2011 Ensayo de aptitud acreditado bajo la norma ISO 17043:2010 por la entidad mexicana de acreditación a.c. (ema) (certificado de acreditación N° PEA-ENS-14).
Subcontratación de servicios	Varios aspectos del programa de ensayos de aptitud se pueden eventualmente subcontratar. Cuando se realiza la subcontratación, ésta se adjudica a un subcontratista competente y LACM®/División de Metrología es responsable de este trabajo. La planificación del programa de EA, la evaluación del desempeño o autorización de informe final no serán subcontratados.

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: 95 < @D&S%