



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**INFORME DE LA PRÁCTICA PROFESIONAL**

**SOLUCIÓN A UNA NO CONFORMIDAD SOBRE EL PUNTO 7.2.1.1 DE LA  
ISO/IEC 17025:2017**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
QUÍMICO**

**PRESENTA**

**ALEJANDRO QUITERIO SÁNCHEZ**



**CIUDAD UNIVERSITARIA, CDMX 2021**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**JURADO ASIGNADO:**

**PRESIDENTE:** María de los Ángeles Patricia Olvera Treviño

**VOCAL:** Filiberto Rivera Torres

**SECRETARIO:** Tonantzin Ramírez Pérez

**1er. SUPLENTE:** María Teresa Flores Martínez

**2° SUPLENTE:** José Landeros Valdepeña

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

**EBYSOS, S.A. DE C.V. CALZADA DEL HUESO NO. 840 COL. HACIENDA DE COYOACÁN, C.P.  
04970 COYOACÁN, CIUDAD DE MÉXICO**

**ASESOR DEL TEMA:**

**M.A.I. TONANTZIN RAMÍREZ PÉREZ**

**SUSTENTANTE (S):**

**ALEJANDRO QUITERIO SÁNCHEZ**

## ÍNDICE

<b>1. Introducción.....</b>	<b>4</b>
1.1 DESCRIPCIÓN DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2017. ....	6
1.2 NO CONFORMIDADES. ....	9
1.3 IDENTIFICACIÓN DE UNA CAUSA RAÍZ. ....	10
1.4 INCERTIDUMBRE EN LAS MEDICIONES ANALÍTICAS. ....	14
<b>2. Justificación y objetivos. ....</b>	<b>25</b>
<b>3. Metodología. ....</b>	<b>26</b>
3.1 DESCRIPCIÓN DE LA NO CONFORMIDAD DEL LABORATORIO AL PUNTO 7.2.1.1 DE LA ISO/IEC 17025:2017. ....	26
3.2 DETERMINACIÓN DE LA CAUSA RAÍZ DE LA NO CONFORMIDAD DEL LABORATORIO AL PUNTO 7.2.1.1 DE LA ISO/IEC 17025:2017.....	30
3.3 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE PARA LAS PRUEBAS EVALUADAS EN EL LABORATORIO. .	35
3.4 DETERMINACIÓN DE GRASA EN ALIMENTOS. ....	36
3.5 DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN ALIMENTOS. ....	41
3.6 DETERMINACIÓN DE PROTEÍNA EN ALIMENTOS. ....	46
<b>4. Resultados y discusión.....</b>	<b>54</b>
<b>5. Conclusiones. ....</b>	<b>55</b>
<b>6. Referencias. ....</b>	<b>57</b>
<b>7. Anexo I .....</b>	<b>59</b>
<b>Análisis causa-efecto para identificar las fuentes de incertidumbre para la determinación de Grasa en Alimentos.</b>	
<b>8. Anexo II .....</b>	<b>59</b>
<b>Análisis causa-efecto para identificar las fuentes de incertidumbre para la determinación de Humedad en Alimentos.</b>	
<b>9. Anexo III.....</b>	<b>61</b>
<b>Certificado de calibración: Balanza analítica</b>	
<b>10. Anexo IV.....</b>	<b>64</b>
<b>Análisis causa-efecto para identificar las fuentes de incertidumbre para la determinación de Proteína en Alimentos.</b>	
<b>11. Anexo V.....</b>	<b>65</b>
<b>Análisis causa-efecto: Concentración HCl.</b>	
<b>12. Anexo VI.....</b>	<b>66</b>
<b>Material de Referencia Certificado (MRC): Proteína en alimentos.</b>	

## 1. Introducción.

La norma ISO 17025:2017 de la ISO (Organización Internacional de Normalización, por sus siglas en inglés) e IEC (Comisión Electrotécnica Internacional, por sus siglas en inglés) forman el sistema especializado para la normalización mundial. Los organismos nacionales miembros de ISO e IEC participan en el desarrollo de las Normas Internacionales por medio de comités técnicos establecidos por la organización respectiva, para atender campos particulares de la actividad técnica. Los comités técnicos de ISO e IEC colaboran en campos de interés mutuo. Otras organizaciones internacionales, públicas y privadas, en coordinación con ISO e IEC, también participan en el trabajo. En el campo de la evaluación de la conformidad, el Comité de ISO para la evaluación de la conformidad (CASCO) es responsable del desarrollo de Normas y Guías Internacionales. Las Normas Internacionales se redactan de acuerdo con las reglas establecidas en la Parte 2 de las Directivas ISO/IEC.

En México la NMX-EC-17025-IMNC-2018, la cual fue diseñada para que la utilicen los laboratorios de ensayo y calibración cuando desarrollan sistemas de gestión para sus actividades de calidad, administrativas y técnicas. Al trabajar bajo los estándares de esta norma se reconoce su competencia técnica y la validez de sus resultados, respondiendo a las exigencias de los organismos o entidades acreditadoras y dotándose de credibilidad ante sus clientes.

Dicha norma proporciona los requisitos necesarios que deben cumplir los laboratorios de ensayo y calibración, dando elementos para la armonización de criterios de calidad. El objetivo principal de ésta es garantizar la competencia técnica y la fiabilidad de los resultados analíticos. La norma contiene tanto requisitos de gestión como requisitos técnicos que inciden sobre la mejora de la calidad del trabajo realizado en los laboratorios, favoreciendo la creación de un conocimiento colectivo, que favorezca la integración del personal, y un profundo conocimiento interno de la organización, proporcionando flexibilidad en la adaptación a cambios del entorno y permitiendo detectar problemas antes de que se llegue a un resultado no conforme, al cual se le pueda dar una resolución anticipada.

A su vez, la acreditación del laboratorio es el reconocimiento formal de la competencia y capacidad técnica para llevar a cabo análisis específicos.

Los requisitos establecidos en la norma ISO/IEC 17025 para tratar no conformidades incluyen una investigación para determinar las causas que originan el problema. La razón del requisito resalta al considerar que un problema muy probablemente ocurrirá nuevamente si no se eliminan o al menos se atenúan las causas reales que lo originan.

Por lo cual, el análisis de causa raíz es fundamental para todo proceso de solución de problemas. Esto ha originado que se desarrollen metodologías diversas para este fin. Sin embargo, la difusión y por tanto, el uso de ellas aún requieren de un impulso mayor en laboratorios de ensayo y calibración.

Un error que se comete con frecuencia es la falta de claridad en la definición de un problema. Esto conduce a que la determinación de la causa raíz sea errónea y por consecuencia la toma de acciones, no aportan una solución eficaz. Otros factores causantes de ineficiencia en la solución de problemas, incluyen la falta de documentación de los hallazgos.

Dado que los hallazgos constituyen la evidencia del problema, suele haber una tendencia a justificar las omisiones en el cumplimiento de los sistemas, en lugar de verlos como un punto del que está adoleciendo el proceso y que requiere de una mejora para obtener un resultado confiable.

Por otro lado, de acuerdo a su definición, una no conformidad, es un incumplimiento de un requisito del sistema, sea este especificado o no (*ISO, 2015*). Se conoce como requisito una necesidad o expectativa establecida, generalmente explícita u obligatoria. Estos incumplimientos tienen diferentes niveles de impacto, por ejemplo, existen algunos que consisten en un error en una operación aritmética que se puede detectar y corregir con una segunda revisión. Y, también están los que implican daños más allá del laboratorio, por ejemplo, una explosión de un recipiente presurizado debido a una calibración equivocada de un manómetro.

La no conformidad levantada al laboratorio, fue detectada al no presentar evidencia del desarrollo del cálculo de las incertidumbres estándar para ninguno de los tres

métodos evaluados (grasa, humedad y proteína en alimentos), lo que representa una situación indeseable que el laboratorio debe atender e implementar acciones correctivas.

El beneficio de implementar acciones correctivas eficaces para la solución de problemas tiene su origen en la realización de un análisis sistemático de las causas, por lo que en este trabajo se describirá el proceso para dar solución a la no conformidad descrita anteriormente y que recae sobre el punto 7.2.1.1 de la norma ISO/IEC 17025:2017, presentar la evidencia documental ante la Entidad Mexicana de Acreditación (*ema*) y los beneficios que adquirió el laboratorio con respecto a su solución.

### **1.1 Descripción de la Norma ISO/IEC 17025:2017.**

El término calidad implica la mejora constante de las actividades dentro de un laboratorio, lo que requiere de estar pendiente de las necesidades de las partes interesadas y el cliente. Si una organización tiene una planificación y control de todos sus procesos, ésta tendrá un crecimiento tanto en su capacidad de la organización como en su rendimiento. La gestión de la calidad busca ofrecer servicios de excelencia y por lo tanto resultados confiables.

Un laboratorio de ensayo requiere, de una evaluación conforme a los requerimientos que dicta la norma ISO/IEC 17025:2017, así como a la normatividad aplicable de acuerdo al tipo de análisis que llevan a cabo. La norma internacional ISO/IEC 17025:2017 *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*, establece todos los requerimientos que se deben cumplir para que un laboratorio que realiza ensayos y calibraciones pueda ser acreditado. Esta norma es aplicable para ensayos y calibraciones mediante la utilización de métodos normalizados, no normalizados y realizados por el propio laboratorio; independientemente de la magnitud de las actividades de ensayos y/o calibraciones o de la cantidad de personas trabajando en el laboratorio.

Por ejemplo, un riesgo relativo a la imparcialidad es que entidades reguladoras (*ema* y/o COFEPRIS) pongan en duda la validez de los resultados emitidos por el laboratorio debido a presión por parentesco o gobernanza en caso de que las empresas que contraten el servicio sean parte de una organización mayor al laboratorio. En el caso de la confidencialidad, un riesgo sería que la *fuga* de información relativa a sus resultados

pueda llegar a su competencia, lo que comprometería al laboratorio legalmente. Es por eso que el concepto de riesgo se vuelve relevante en un Sistema de Gestión de la Calidad.

Algunas de las ventajas que obtiene el laboratorio bajo un Sistema de Gestión de Calidad con base en una norma internacional como la ISO/IEC 17025:2017 son:

- El laboratorio tendrá una cultura de mejora continua en su Sistema de Gestión de Calidad.
- Se manejarán los riesgos al realizar trabajos regidos bajo normas oficiales (nacionales y/o internacionales) aplicables.
- Crecimiento de competencias del personal por medio de capacitaciones y evaluaciones.
- Mejora tanto para la satisfacción del cliente como para optimización del proceso.
- La productividad del laboratorio aumenta al estar bajo normativas y documentos actualizados.
- Se promueve un compromiso por parte de los miembros del laboratorio con el cumplimiento de los requisitos de la norma.

#### *RELACIÓN: LABORATORIOS DE ENSAYO Y LA ENTIDAD MEXICANA DE ACREDITACIÓN*

Cuando un laboratorio desea tener un aval sobre su competencia técnica para realizar sus actividades, debe acreditarse. Dentro del proceso de acreditación la evaluación de la competencia contempla el cumplimiento normativo aplicable, entre lo que se encuentra, la capacitación de las personas, la calificación de los equipos, instrumentos e infraestructura; así como la validación de los métodos.

Para que un laboratorio obtenga la acreditación debe cumplir con los siguientes requerimientos:

- Ser una entidad legalmente establecida.
- Tener un Sistema de Gestión de Calidad implementado, basado en la norma ISO/IEC 17025:2017.
- Contar con personal competente para el desarrollo de actividades.



- Poseer una infraestructura adecuada.

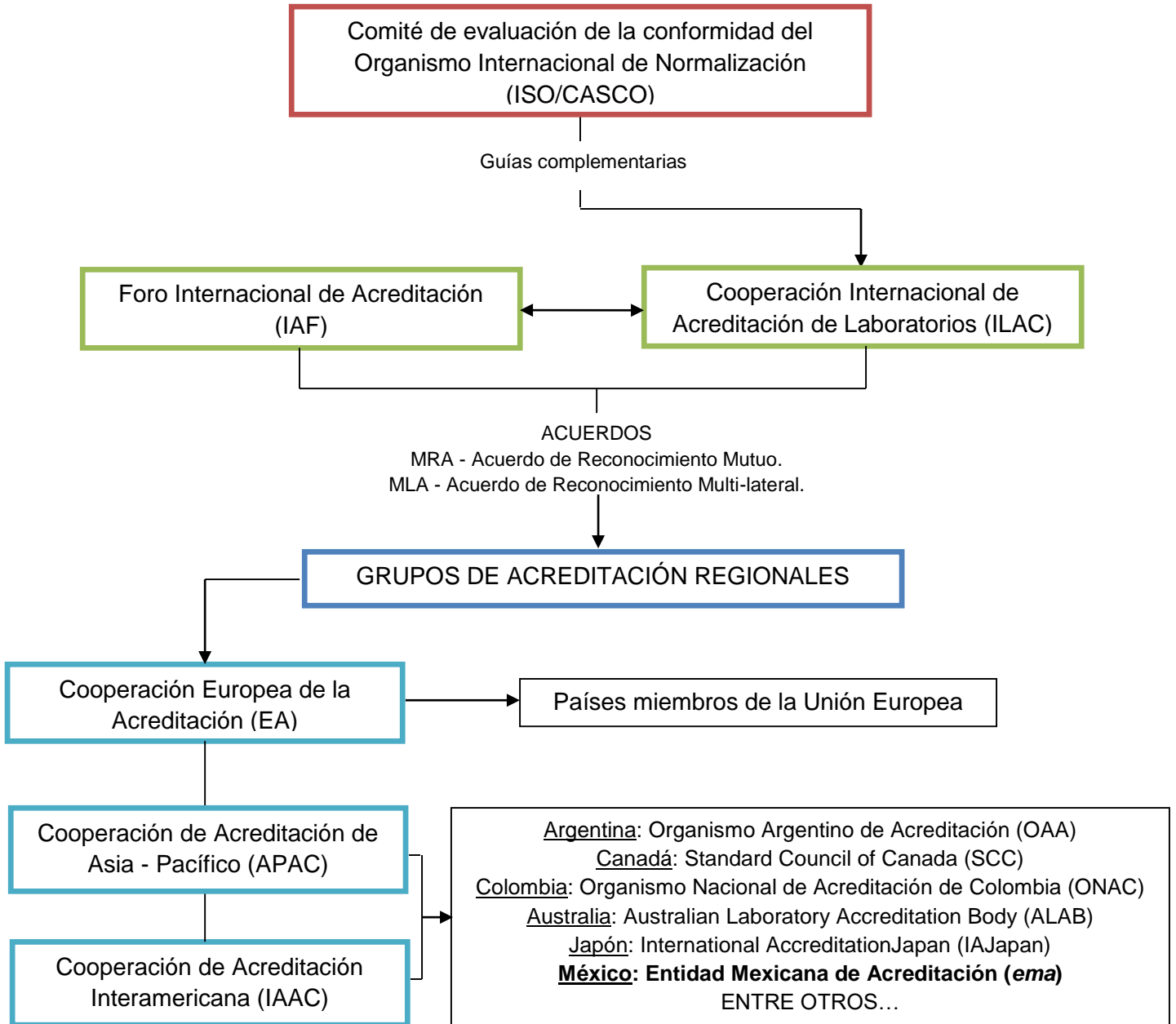
La acreditación de un laboratorio se aplica a ensayos y/o calibraciones determinadas, lo que significa que no es una garantía de calidad del trabajo de todo el laboratorio; es decir, que solo es aplicable al alcance establecido en la acreditación. Además, la acreditación de un laboratorio debe ser reevaluado periódicamente para coadyuvar a garantizar que la calidad de los ensayos se mantiene.

La Entidad Mexicana de Acreditación (*ema*), tiene como objetivo acreditar Organismos de la Evaluación de la Conformidad, laboratorios de calibración, laboratorios de prueba, unidades de verificación (organismos de inspección) y organismos de certificación, Proveedores de Ensayos de Aptitud y a los Organismos Verificadores/Validadores de Emisión de Gases de Efecto Invernadero (OVV GEI), Productores de Materiales de Referencia y la autorización de Buenas Prácticas de Laboratorio.

Es así como la evolución lógica y natural de un Sistema de Gestión de la Calidad de un laboratorio de ensayo, tras su implementación y mantenimiento, es solicitar la correspondiente acreditación al organismo competente, que en el caso de México es *ema*, la cual es miembro del acuerdo de reconocimiento multilateral de la *Cooperación Inter Americana de Acreditación* (IAAC) y firmante de acuerdos de reconocimiento mutuo de la *Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios* (ILAC) y el *Foro Internacional de Acreditación* (IAF) (*Diagrama 1*).

Debido a la gran responsabilidad que tiene la Entidad Mexicana de Acreditación, esta debe contar con personal competente para realizar las evaluaciones acordes a su alcance. Para ello, existe el Padrón Nacional de Evaluadores; la clasificación y calificación de evaluadores la realizan con base en la ISO 19011 y la Guía ILAC G11 vigentes.

El Padrón Nacional de Evaluadores se encuentra integrado por profesionales competentes para dictaminar las normas aplicables a los Organismos de Evaluación de la Conformidad, entre ellas la ISO/IEC 17025/NMX-EC-17025-IMNC vigentes. De igual manera se encuentra integrado por expertos técnicos en diversas ramas, sectores o materias, esto con la finalidad de aplicar los criterios normativos de manera correcta al Organismo sujeto a evaluación.



**Diagrama 1.** Participación de la Entidad Mexicana de Acreditación a nivel mundial (Consulta de páginas web de dichas organizaciones, ema: [https://www.ema.org.mx/portal\\_v3/](https://www.ema.org.mx/portal_v3/))

### 1.2 No conformidades.

De acuerdo a la ISO 9000:2015, una *no conformidad* es un incumplimiento de un requisito. Se conoce como requisito una necesidad o expectativa establecida, generalmente implícita u obligatoria. La Entidad Mexicana de Acreditación (ema) con base en una guía

internacional (ILAC-G3:08/2012) hace una clasificación de las no conformidades, la cual se muestra en la *Tabla 1*.

**Tabla 1.** Clasificación de una no conformidad de acuerdo al documento “Criterios para clasificar no conformidades en el área de laboratorios “(MP-FE007-09) - Entidad Mexicana de Acreditación.

<p><b>No conformidad tipo A</b></p>	<p>Incumplimiento a un requisito y/o compromiso especificado el cual afecta directamente la competencia técnica y/o el servicio de laboratorio; así como cualquier incumplimiento lo establecido en la norma técnica. Este tipo de no conformidades son críticas, y normalmente están relacionadas con la competencia técnica, sin embargo, pueden presentarse no conformidades referentes al sistema de gestión de calidad.</p>
<p><b>No conformidad tipo B</b></p>	<p>Incumplimiento a un requisito y/o compromiso especificado en el cual no afecta directamente la competencia técnica y/o servicio del laboratorio y no implica la disminución de los recursos o la capacidad del laboratorio para emitir informes de resultados a corto plazo. Este tipo de no conformidades son significativas y se determina que no están afectando la competencia técnica y/o el servicio del laboratorio, sin embargo, si no se toman acciones a corto plazo pueden derivar en una no conformidad de tipo A.</p>
<p><b>No conformidad tipo C</b></p>	<p>Incumplimiento de un requisito y/o compromiso especificando que se presenta de forma aislada, el cual no afecta directamente la competencia técnica y/o el servicio del laboratorio para emitir informes de resultados ni a largo ni a corto plazo, el cual puede ser corregido para proporcionar un mayor grado de confianza en las operaciones del laboratorio.</p>

Las no conformidades pueden detectarse por:

- Auditorías internas y/o externas.
- Durante el desarrollo y seguimiento de un ensayo.
- Por falta de apego a los requisitos establecidos en el SGC.
- A partir de quejas y reporte de trabajo no conforme para el cliente.

### 1.3 Identificación de una causa raíz.

Un método para solucionar problemas y que tiene la intención de eliminar, o, disminuir la causa o las causas que los generan es el Análisis de Causa Raíz (ACR). Pero ¿Por qué

es tan importante identificar la causa de un problema? ¿Cuáles herramientas y técnicas se pueden utilizar para identificar dicha causa? ¿Qué efecto tiene en la mejora de un proceso?

El Análisis de Causa Raíz (ACR) utiliza una serie de metodologías para encontrar el origen que genera una no conformidad. El fin es utilizar el pensamiento objetivo para descifrar por qué algo salió mal o por qué algo no es posible.

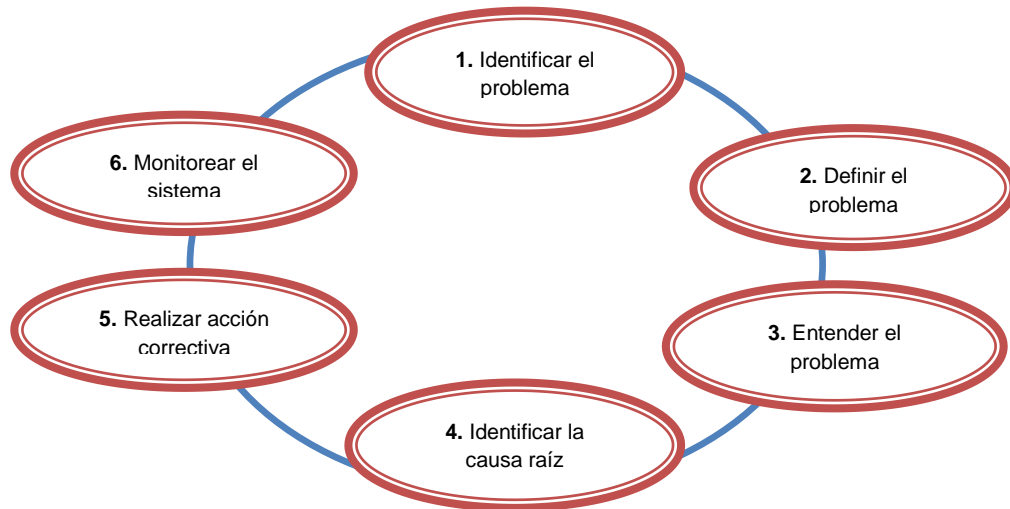
Realizar un Análisis de Causa Raíz es necesario, para que las organizaciones respondan a los problemas con soluciones y eviten repetir lo que lleva a esa situación. Es importante tomar en consideración que enfocarse en soluciones a corto plazo no siempre lleva a una mayor rentabilidad y crecimiento organizacional, por lo cual, lo que hay que destacar en este proceso es la toma de decisiones para el mejor beneficio.

Para mejorar la eficiencia y por tanto la rentabilidad, necesitamos analizar minuciosamente y con apertura la situación para poder llegar a la raíz de lo que lo ha causado. Al entender la fuente se pueden crear soluciones que deberían poner fin al problema; esto se logra desarrollando un Análisis de Causa Raíz.

Existen pautas para realizar un Análisis de Causa Raíz, las cuales tienen el propósito de identificar la causa o las causas que inician la generación de eventos no conformes que atacan al proceso (*Figura 1*) (*Ovalles Acosta, Gisbert Soler, & Pérez Molina, 2017*).

A continuación, explicaremos cada una de estas pautas al realizar un Análisis de Causa Raíz:

1. Identificar el problema: Pareciera lógico que éste fuera el primer paso, sin embargo, muchas veces llega a omitirse o a identificarse de forma errónea. Para eso, es necesario monitorear varios aspectos de la organización, a fin de poder detectar posibles áreas problemáticas debido a que el problema puede derivar de una o varias dentro de la organización.
2. Definir el problema: Si el problema no está definido de manera precisa, todo el proceso de Análisis de Causa Raíz, puede ser propenso al fracaso; esto último es muy importante debido a que dependerá de la dificultad del problema al que se enfrenta la organización.



**Figura 1.** Pautas para realizar un Análisis Causa Raíz (Ovalles Acosta, Gisbert Soler, & Pérez Molina, 2017).

3. Entender el problema: Verificar la información, obteniendo información real relacionada al problema, ganando un claro entendimiento del problema. Es cuando las herramientas y técnicas, tanto como Causa y Efecto, lluvia de ideas, etc., pueden ser utilizadas.
4. Identificar la Causa Raíz: De acuerdo a lo anterior, el utilizar las herramientas y/o técnicas que identifican la o las causas que originan el problema. Explicaremos algunos:
  - A) Diagrama de Causa-Efecto: El diagrama de Causa-Efecto, también conocido como diagrama de espina de pescado o Ishikawa o análisis de 6 M's, es una técnica bastante útil para realizar un análisis de causa raíz más compleja, profunda y detallada. Este tipo de diagrama identifica todos los factores potenciales que contribuyen a la generación de un problema en el proceso. En este diagrama se analizan factores como Mano de Obra, Método, Maquinaria, Material, Medio Ambiente y Medición.
  - B) Técnica de los cinco (5) por qué's: Los 5 por qué's típicamente se refieren a la práctica de preguntar 5 veces ¿Por qué el fallo ha ocurrido?, a fin de obtener la causa o las causas raíz del problema. Ninguna técnica especial o forma es

requerida, excepto que, los resultados deben ser capturados en una hoja de trabajo.

C) Lluvia de ideas: Muchas personas están familiarizadas con la técnica de lluvia de ideas, sin embargo, hay que tener en cuenta lo siguiente:

- Se deben recolectar tantas ideas como sea posible de parte de todos los participantes en el proceso, sin criticar ni juzgar mientras las ideas son generadas.
- Todas las ideas son bienvenidas no importa que si pueden parecer irrelevantes o fuera de contexto. Lo importante es ser creativo, mientras más ideas mejor, porque en este punto aun no sabes que podría funcionar.
- No debería tener lugar la discusión de alguna idea, ya que al momento de discutir las será al final, ya que se haya completado la actividad.
- No construir o basarse en ideas de otros.
- Escribir todas las ideas en una pizarra o cartulina con el objetivo de que el grupo pueda visualizarlas.
- Establecer un tiempo límite para la lluvia de ideas, lo cual permite que no se vuelva una actividad tediosa e interminable, normalmente 30 min son suficientes.

5. Realizar acción correctiva: Cuando ocurre una no conformidad se debe reaccionar, según sea aplicable, ya sea emprendiendo acciones para hacerle frente a las consecuencias y corregirlas de forma inmediata (acciones inmediatas) y evaluar la necesidad de acciones para eliminar las causas de la no conformidad, con el fin de que no vuelva a ocurrir, ni que ocurra en otra parte del proceso (acción correctiva).

6. Monitorear el sistema: La verificación de las acciones correctivas es lo que garantiza que una no conformidad no vuelva a ocurrir y se auxilia con las auditorías internas que la organización establezca de acuerdo a su normativa aplicable.

### 1.4 Incertidumbre en las mediciones analíticas.

El resultado de una cierta medición física o química, debe incluir una indicación cuantitativa que dé certeza sobre la calidad del resultado, esto es lo que da confiabilidad. Sin un valor de incertidumbre, es imposible hacer comparaciones de dichos resultados, ya sea entre ellos mismos o con valores de referencia. Por ello debe existir un procedimiento que lleve a una evaluación y expresión apropiada de la incertidumbre.

Así como se ha establecido y difundido el uso del Sistema Internacional de Unidades (SI), se requiere instaurar un método convencional para la estimación y expresión de la incertidumbre en las mediciones, en los campos de la ciencia, la ingeniería, el comercio, la tecnología y las reglamentaciones en general (*Congreso de la Union, 2012*).

El método ideal para la evaluación de las incertidumbres debe tener las siguientes propiedades (*Miranda, 2000*):

- *Universal*: Aplicable a todo tipo de mediciones y todo tipo de datos utilizados en las mediciones.
- *Consistente internamente*: Debe ser derivable directamente de las componentes que contribuyen a ella, y ser independiente de cómo se agrupan esas componentes.
- *Transferible*: La incertidumbre estimada para un resultado debe poder usarse directamente en la evaluación de la incertidumbre de otra medición en la que se utilice dicho resultado.

Más aún, en aplicaciones comerciales e industriales es necesario dar intervalos de confianza para magnitudes mensurables, en los cuales engloba una fracción de la distribución de valores obtenidos en el proceso de medición de dicha magnitud. La evaluación de la incertidumbre ofrece, entonces, el intervalo en el que se puede encontrar el resultado del mensurando a un cierto nivel de confianza.

La palabra incertidumbre significa duda, y en su sentido más amplio, incertidumbre de medición significa duda acerca de la validez del resultado de una medición, así como de la exactitud del resultado. La definición del término de incertidumbre de medición, es un

parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando (Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM), 2008)

En muchos casos en análisis químico, el mensurando es la concentración de un analito en una matriz específica. Sin embargo, el análisis químico es utilizado para medir otras cantidades, ej. La presencia de tiabendazol en una naranja, y por lo tanto se utilizará el término general *mensurando*.

### **Fuentes de incertidumbre.**

En la práctica, la incertidumbre de un resultado puede surgir de fuentes como: la definición incompleta del mensurando, el muestreo, efectos de matriz e interferencias, condiciones ambientales, incertidumbres de equipos gravimétricos o volumétricos, valores de referencia, aproximaciones y asunciones incorporadas en el método de medida y procedimiento, y ciertas variaciones aleatorias (Ellison & Williams, 2012).

### **Componentes de la incertidumbre.**

Al estimar la incertidumbre expandida, es necesario tomar en consideración cada fuente de incertidumbre y tratarla de forma separada para conocer la contribución de esa fuente. Para poder obtener la **incertidumbre expandida** es necesario que todas las contribuciones estén primero como **incertidumbres estándar**. Si hay una correlación entre algunos de los componentes entonces esto tiene que tenerse en cuenta mediante la determinación de la covarianza. Sin embargo, a menudo es posible evaluar el efecto combinado de diversos componentes.

Para un resultado de medida  $y$ , la incertidumbre total, expresada como **incertidumbre estándar combinada** ( $u_c$ ), es una desviación estándar estimada igual a la raíz cuadrada positiva de la varianza total obtenida por combinación de todos los componentes de la incertidumbre, sin importar cómo sea evaluada, utilizando la ley de propagación de la incertidumbre o mediante algún método alternativo (Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM), 2008).

Para la mayor parte de los propósitos en química analítica, se debería utilizar la incertidumbre expandida ( $U$ ). Dicha incertidumbre proporciona un intervalo en el que se



está el valor del mensurando con un nivel de confianza establecido. La  $U$  se obtiene multiplicando  $u_c$  ( $y$ ), la incertidumbre estándar combinada, por un factor de cobertura ( $k$ ). La elección del factor  $k$  se basa en el nivel de confianza que se desea. Para un nivel aproximado de confianza del 95.45 %, requiere un valor de  $k \approx 2$ .

### **Error e Incertidumbre.**

Es importante distinguir entre error e incertidumbre. El error se define como la diferencia entre un resultado individual y el valor verdadero del mensurando. En la práctica, el error de una medida observada es la diferencia entre el valor observado y el valor de referencia.

El error como tal (ya sea teórico u observado) es un solo valor. En principio, el valor de un error conocido puede aplicarse como la corrección al resultado.

La incertidumbre, por otra parte, toma la forma de un intervalo, y se estima para un procedimiento y tipo de muestra definida, puede aplicar a todas las determinaciones realizadas del mismo modo. En general, el valor de la incertidumbre no se puede utilizar para corregir un resultado de medida.

Se considera que un error tiene dos componentes, un componente aleatorio y un componente sistemático, conocidos como error aleatorio y sistemático. El error aleatorio, surge de las variaciones impredecibles de las magnitudes de influencia. Estos efectos aleatorios producen variaciones en observaciones repetidas del mensurando. El error aleatorio de un resultado analítico no puede ser compensado, pero puede reducirse aumentando el número de observaciones.

Por otra parte, el error sistemático se define como al componente del error que, en el transcurso de una cantidad de análisis del mismo mensurando, permanece constante o varía de forma predecible. No depende del número de medidas realizadas y no se puede reducir al aumentar el número de análisis bajo condiciones de medida constantes.

### *PROCESO EN LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDIDA*

Los capítulos siguientes resumen las tareas que hay que realizar para obtener una estimación de la incertidumbre de medida asociada a un resultado de medida.

La evaluación de la incertidumbre no es una tarea de rutina ni puramente matemática, depende del conocimiento detallado de la naturaleza de los mensurados y de las mediciones. Por lo tanto, la calidad y utilidad de la incertidumbre indicada en los resultados de una medición dependen, en última instancia, del entendimiento, análisis crítico e integridad de aquellos factores que contribuyen a la asignación de ese valor.

De manera general, se establecen los lineamientos para estimar incertidumbres de medición tomando como base la *Guía para la expresión de incertidumbre en la medición* (*Joint Committee For Guides In Metrology, 2008*), la cual es considerada como la referencia maestra.

### *ESPECIFICACIÓN DEL MENSURANDO*

El propósito de una medición es determinar el valor de una magnitud, llamada *el mensurando*, el cual es el atributo sujeto a medición de un fenómeno, cuerpo o sustancia que puede ser distinguido cualitativamente y determinado cuantitativamente (*Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM), 2008*)

El resultado de una medición incluye la mejor estimación del valor del mensurando y una estimación de la incertidumbre sobre ese valor. La incertidumbre se compone de contribuciones de diversas fuentes, algunas de ellas descritas por las magnitudes de entrada respectivas. Algunas contribuciones son inevitables por la definición del propio mensurando, mientras otras pueden depender del principio de medición, del método y del procedimiento seleccionado para la medición (Schmid & Lazos Martínez, 2000).

Escribir una declaración sobre qué es lo que se va a medir, incluyendo la relación entre el mensurando y las magnitudes de entrada (ej. magnitudes medidas, constantes, valores de patrones de calibración, entre otras) de las que depende. Cuando sea posible incluir las correcciones de la especificación debería darse en el procedimiento normalizado de operación (PNO) o mediante otra descripción del método.

Para la mayoría de las medidas analíticas, la definición del mensurando incluye una declaración de:

- a) El tipo particular de magnitud que se va a medir, habitualmente la concentración o la fracción de masa de un analito.

- b) El objeto o material que se va a analizar y, si es necesario, información adicional sobre la posición en el objeto de ensayo. Por ejemplo, plomo en sangre identifica un tejido específico en un ítem de ensayo.
- c) La base de cálculo de la magnitud informada, cuando sea necesario. Por ejemplo, la magnitud de interés puede ser la cantidad extraída bajo condiciones especificadas, o una fracción másica puede informarse en base seca o después de haber eliminado algunas partes específicas del material de ensayo (*Ellison & Williams, 2012*).

### *IDENTIFICACIÓN DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE*

Identificar una fuente de incertidumbre suele ser difícil y el paso crucial para cuantificar la incertidumbre de manera correcta. En este paso no es necesario preocuparse por la cuantificación de componentes individuales; el objeto es ser totalmente claro sobre qué debería considerarse y esto se logra cuando se conoce a la perfección el proceso analítico llevado a cabo.

Algunas de estas fuentes de incertidumbre provienen de los diversos factores involucrados en la medición, por ejemplo:

- Los resultados de la calibración del instrumento.
- La incertidumbre del patrón o del material de referencia.
- La repetibilidad de las lecturas.
- La reproducibilidad de las mediciones por cambio de observadores, instrumentos u otros elementos.
- Características del propio instrumento, como resolución, histéresis, deriva, etc.
- Variaciones de las condiciones ambientales.
- La definición del propio mensurando.
- El modelo particular de la medición.
- Variaciones en las magnitudes de influencia.

No es recomendable desechar alguna de las fuentes de incertidumbre por la suposición de que es un poco significativa sin una cuantificación previa de su contribución, comparada con las demás, apoyadas en mediciones. Es preferible la inclusión de un exceso de fuentes que ignorar algunas entre las cuales pudiera descartarse alguna importante (*Schmid & Lazos Martínez, 2000*). No obstante, siempre estarán presentes efectos que la experiencia, conocimientos y actitud crítica de quien ejecuta el método

analítico, lo que permitirá calificar como irrelevantes después de las debidas consideraciones.

Una vez que se enlistan las fuentes, es conveniente empezar por la expresión básica utilizada para calcular el mensurando a partir de los valores intermedios. Todos los parámetros en esta expresión pueden tener una incertidumbre asociada a su valor y, por lo tanto, ser una fuente potencial de incertidumbre, algunas se muestran en la *Tabla 4*.

**Tabla 4.** Ejemplos de fuentes de Incertidumbre para métodos fisicoquímicos

Fuente de Incertidumbre	Tipo	Material, equipo ó instrumento	Herramientas para determinar la incertidumbre
<b>Pesada de reactivos y muestras de ensayo</b>	Tipo B	Balanza Analítica o Semi-analítica	Certificados de calibración
<b>Pureza de reactivos</b>	Tipo B	Materiales de referencia certificados y reactivos	Certificados y hojas de seguridad de reactivos
<b>Medición de volúmenes</b>	Tipo B	Pipetas volumétricas y serológicas, matraces aforados, buretas, etc.	Certificados de calibración y verificaciones intermedias.
<b>Medición de temperaturas</b>	Tipo B	Termómetros de bulbo, analógicos y digitales.	Certificados de calibración y verificaciones intermedias.
<b>Medición de presiones</b>	Tipo B	Manómetros	Certificados de calibración.
<b>Reproducibilidad de los analistas</b>	Tipo A	Replicas realizadas por los analistas para la cuantificación del mensurando.	Desviación estándar de la reproducibilidad de los analistas.

El diagrama de causa y efecto es una forma muy práctica de listar las fuentes de incertidumbre, mostrando cómo se relacionan entre ellas e indicando su influencia sobre la incertidumbre del resultado, esto ayuda además a evitar que se cuenten por duplicado las fuentes. En resumen, las fuentes de incertidumbre dependen del mensurando y de la forma de medirlo.

En la práctica, en química analítica es más habitual considerar incertidumbres asociadas con elementos del desempeño del método, tales como precisión y sesgo observable medido en relación con los materiales de referencia apropiados. Es necesario entonces evaluar otras posibles contribuciones sólo para comprobar su influencia, cuantificando solamente aquellas que son significativas.

## CUANTIFICACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

Una vez identificadas las fuentes de incertidumbre, tal como se explicó anteriormente, el siguiente paso es cuantificar la incertidumbre asociada a esas fuentes.

Se distinguen dos métodos principales para cuantificar las fuentes de incertidumbre: El método de Evaluación Tipo A está basado en un análisis estadístico de una serie de mediciones, mientras el método de Evaluación Tipo B comprende todas las demás maneras de estimar la incertidumbre, el método más comúnmente utilizado es asumir una distribución de probabilidad; por ejemplo una distribución rectangular, basándose en la experiencia o en otra información (*European Association of National Metrology Institutes (EURAMET), 2008*).

Cabe mencionar que esta clasificación no significa que exista alguna diferencia en la naturaleza de los componentes que resultan de cada uno de los dos tipos de evaluación, puesto que ambos tipos están basados en distribuciones de probabilidad. La única diferencia es que en las evaluaciones tipo A se estima esta distribución basándose en mediciones repetidas obtenidas del mismo proceso de medición mientras en el caso de tipo B se supone una distribución con base en experiencia o información externa de quien ejecuta el método analítico.

**Evaluación Tipo A:** Método de evaluación de la incertidumbre mediante análisis estadístico de observaciones (generalmente utilizando la desviación estándar) obtenida durante la medición.

**Evaluación Tipo B:** Método de evaluación de la incertidumbre por medios distintos al análisis estadístico de observaciones u obtenidas a partir de valores proporcionados por el fabricante.

El resultado de la combinación de las contribuciones de todas las fuentes es la incertidumbre estándar combinada, la cual contiene toda la información esencial sobre la incertidumbre del mensurando  $Y$ . La contribución de cada fuente a la incertidumbre combinada depende de la incertidumbre estándar de la propia fuente y del impacto de la fuente sobre el mensurando (Schmid & Lazos Martínez, 2000).

La Norma NMX-CH-140-IMNC-2002 *Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones* establece que cuando se informe el resultado de una medición de una magnitud física, es obligatorio proporcionar alguna indicación cuantitativa de la calidad del resultado, de tal manera que el cliente aprecie la confiabilidad del servicio. Sin esta indicación, los resultados de las mediciones no pueden ser comparados, ni entre ellos mismos ni con respecto a valores de referencia dados en una especificación o norma.

Por tanto, es necesario un procedimiento expedito, fácil de usar y aceptado de manera general para caracterizar la calidad del resultado de una medición, y evaluar y expresar su incertidumbre. Así, la guía se realizó con conceptos de cálculo diferencial y estadística. Interpretaré algunos puntos importantes de la misma (*Tabla 5*).

**Tabla 5.** Interpretación de la Norma NMX-CH-140-IMNC-2002

Evaluación de incertidumbre		
	NMX-CH-140-IMNC-2002	¿Qué quiere decir?
<b>Tipo A</b>	<p>En la mayoría de los casos, la mejor estimación disponible de la esperanza o valor esperado de una magnitud (<math>q</math>) que varía aleatoriamente, y de la cual se han obtenido <math>n</math> observaciones independientes (<math>q_k</math>) bajo las mismas condiciones de medición, es la media aritmética o promedio:</p> $\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k$ <p>Por tanto, para una magnitud de entrada <math>X_i</math> estimada a partir de <math>n</math> observaciones repetidas independientes <math>X_{i,k}</math> la media aritmética <math>\bar{X}_i</math> obtenida de la ecuación anterior se usa como la estimación de la magnitud de entrada, <math>x_i</math>, para determinar el resultado de la medición (<math>y</math>); esto es, <math>x_i = \bar{X}_i</math>. Aquellas magnitudes de entrada no evaluadas a partir de observaciones repetidas deben de obtenerse por otros métodos</p>	<p>Las mediciones que se realicen de una misma magnitud a las mismas condiciones (repetibilidad), mismo procedimiento, observador, instrumento y lugar. Se realiza un promedio:</p> $\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n}$ <p>Ej. Se realizan 6 mediciones con una regla con resolución de 0.1 cm:  <math>L</math> (cm) = 26.0, 27.0, 28.0, 27.0, 28.0, 25.0  <math>U = \pm 0.5</math> cm                      Promedio = 26.8 cm                      A la hora de expresar el resultado final no se puede dar con más decimales que los que permite la precisión (<i>Miller &amp; Miller, 2002</i>)</p>

Continuación **Tabla 5.** Interpretación de la Norma NMX-CH-140-IMNC-2002

Evaluación de incertidumbre		
	NMX-CH-140-IMNC-2002	¿Qué quiere decir?
<b>Tipo A</b>	<p>Las observaciones individuales <math>q_k</math> difieren en valor debido a las variaciones aleatorias en las magnitudes que las afectan, es decir, debido a efectos aleatorios. La varianza experimental de las observaciones, la cual estima la varianza <math>\sigma^2</math> de la distribución de probabilidad de <math>q</math>, está dada por:</p> $s^2(q_k) = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2$ <p>Esta estimación de la varianza y su raíz cuadrada positiva <math>s(q_k)</math>, denominada desviación estándar experimental, la cual, caracteriza la variabilidad de los valores observados <math>q_k</math>, o más específicamente, su dispersión alrededor de la media.</p> <p>La mejor estimación de la varianza de la media, está dada por:</p> $s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q_k)}{n}$ <p>La varianza experimental de la media y la desviación estándar experimental de la media, que es igual a la raíz cuadrada positiva de <math>s^2(\bar{q})</math>, cuantifican qué tan bien <math>\bar{q}</math> estima el valor esperado <math>\mu_q</math> de <math>q</math>, y cualquiera de ellas puede usarse como una medida de la incertidumbre de <math>\bar{q}</math>.</p>	<p>La varianza experimental permite definir qué tan alejados están cada uno de los datos obtenidos respecto a su media.</p> <p>La desviación estándar experimental del promedio es la estadística utilizada para la cuantificación de la incertidumbre estándar de la medición.</p>

En resumen:

La desviación típica asociada al mensurando (Y), se determina a partir de la desviación típica asociada a cada estimación de entrada ( $X_i$ ).

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n)$$

Tanto la varianza experimental de la media, como la desviación típica experimental de la media, cuantifican la bondad con que la media de las observaciones estima la esperanza matemática de dichas observaciones, una u otra pueden ser utilizadas como medida de la incertidumbre de la media de las observaciones.

Continuación Tabla 5. Interpretación de la Norma NMX-CH-140-IMNC-2002

Evaluación de incertidumbre		
	NMX-CH-140-IMNC-2002	¿Qué quiere decir?
<b>Tipo B</b>	<p>Para una estimación <math>x_i</math> de una magnitud de entrada <math>X_i</math> que no se obtuvo de observaciones repetidas, la varianza estimada asociada <math>u^2(x_i)</math> o la incertidumbre estándar <math>u(x_i)</math> se evalúan mediante juicios y criterios científicos basados en toda la información disponible sobre la variabilidad de <math>X_i</math>. Esta información puede incluir:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Datos de mediciones anteriores;</li> <li>- experiencia con el conocimiento general de las características y el comportamiento y las propiedades de los materiales e instrumentos relevantes;</li> <li>- especificaciones de los fabricantes;</li> <li>- datos obtenidos tanto de los certificados de calibración y otros tipos de certificados;</li> <li>- incertidumbres asignadas a datos de referencia tomados de manuales.</li> </ul>	<p>Se deben revisar todas aquellas fuentes de incertidumbre provenientes de equipos, instrumentos, materiales e inclusive valores de constantes utilizados durante la medición analítica.</p>

Ejemplos de evaluaciones tipo B

1. Si la estimación  $x_i$  se obtiene a partir de una especificación del fabricante, de un certificado de calibración, de una publicación o de otra fuente, y su incertidumbre viene dada como un múltiplo específico de una desviación típica.
2. Cuando se conoce un único valor de la variable de entrada.
3. Cuando se supone una distribución de probabilidad para la variable de entrada (Ronald E. Walpole, Raymond H. Myers, 2012).
  - Normal
  - Rectangular (uniforme)
  - Triangular



Continuación Tabla 5. Interpretación de la Norma NMX-CH-140-IMNC-2002

Evaluación de incertidumbre		
	NMX-CH-140-IMNC-2002	¿Qué quiere decir?
Tipo A y B	<p>Magnitudes de entrada no correlacionadas.</p> <p>La incertidumbre estándar de <math>y</math>, donde <math>y</math> es la estimación del mensurando <math>Y</math>, <math>y</math>, por lo tanto, el resultado de la medición, se obtiene combinando apropiadamente las incertidumbres estándar de las estimaciones de las magnitudes de entrada <math>x_1, x_2, \dots, x_N</math>. Esta incertidumbre estándar combinada de la estimación <math>y</math> se denota por <math>u_c(y)</math>.</p> <p>La incertidumbre estándar combinada <math>u_c(y)</math> es la raíz cuadrada positiva de la varianza combinada <math>u_c^2(y)</math>, la cual está dada por:</p> $u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[ \frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i)$ <p>Donde <math>f</math> es la función del modelo matemático que describe al mensurando. Cada <math>u(x_i)</math> es una incertidumbre estándar (evaluación tipo A y evaluación tipo B). La incertidumbre estándar combinada <math>u_c(y)</math> es una desviación estándar estimada que caracteriza la dispersión de los datos que pueden atribuirse razonablemente al mensurando <math>Y</math>.</p>	<p>Las magnitudes que no tengan una relación directa entre sí, pero que formen parte del modelo matemático (<math>f</math>) del mensurando, también debe calcularse su incertidumbre aplicando la ecuación que le corresponde.</p>
	<p>Las derivadas parciales <math>\partial f / \partial x_i</math> son iguales a <math>\partial f / \partial X_i</math> evaluadas en <math>X_i = x_i</math>. Estas derivadas, llamadas frecuentemente coeficientes de sensibilidad, describen cómo la estimación <math>y</math> varía con los cambios de las estimaciones de las magnitudes de entrada <math>x_1, x_2, \dots, x_N</math>. En particular, el cambio en <math>y</math> producido por un pequeño cambio <math>\Delta x_i</math> en la estimación de la magnitud de entrada <math>x_i</math> está dado por <math>(\Delta y)_i = \partial f / \partial x_i (\Delta x_i)</math>. Si este cambio se genera por la incertidumbre estándar de la estimación <math>x_i</math>, la correspondiente variación en <math>y</math> es, <math>(\partial f / \partial x_i) u(x_i)</math>. La varianza combinada <math>u_c^2(y)</math> puede entonces ser vista como una suma de términos, cada uno de los cuales representa la varianza estimada asociada con la estimación del mensurando <math>y</math> generada por la varianza estimada asociada con cada estimación <math>x_i</math>. Esto sugiere escribir la ecuación como:</p> $u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N [c_i u(x_i)]^2 \equiv \sum_{i=1}^N u_i^2(y)$ <p>Donde</p> $c_i \equiv \frac{\partial f}{\partial x_i}, \quad u_i(y) \equiv  c_i  u(x_i)$	<p>La aplicación de las derivadas nos da una estimación de cómo el mensurando varía de acuerdo a las magnitudes descritas en el modelo matemático.</p> <p>De hecho, también los coeficientes de sensibilidad pueden ser calculados de manera experimental midiendo el cambio en <math>Y</math> producido por un cambio en alguna otra variable en particular (<math>x_i</math>) manteniendo las demás constantes.</p>

## 2. Justificación y objetivos.

El presente trabajo aborda el proceso de solución a una no conformidad de un laboratorio de ensayo al punto 7.2.1.1 de la ISO/IEC 17025:2017, el cual hace referencia a la evaluación de la incertidumbre de la medición. Dicho lo anterior nos hace cuestionarnos lo siguiente: ¿Qué establece el punto 7.2.1.1 de la norma? ¿Cuál es la causa raíz de la no conformidad? ¿Cuáles son las implicaciones legales que tiene este punto? Durante este proceso, también se expone la necesidad de generar conocimiento sólido en el tema más allá del cierre de la no conformidad, y la forma en que ese conocimiento permanezca en la empresa; por lo que se aborda la necesidad de asesorarse con académicos de la UNAM, expertos en el tema.

### **Objetivo General.**

Dar respuesta al hallazgo relacionado con el punto 7.2.1.1 de la ISO/IEC 17025:2017, que corresponde a una no conformidad emitida por la Entidad Mexicana de Acreditación.

### **Objetivos particulares.**

- Determinar la causa raíz de la no conformidad al punto 7.2.1.1 de la ISO/IEC 17025:2017.
- Hacer una revisión de los métodos que se aplican para las determinaciones de humedad, grasas y proteínas en alimentos para identificar las fuentes de incertidumbre en cada caso.
- Establecer el modelo matemático para cada método.
- Estimar la incertidumbre e incluir los cambios pertinentes en el(los) procedimiento(s) de la empresa.

### 3. Metodología.

#### 3.1 Descripción de la no conformidad del laboratorio al punto 7.2.1.1 de la ISO/IEC 17025:2017.

La Entidad Mexicana de Acreditación, en su informe con número de referencia 18LP3426 levantan una no conformidad Tipo B con respecto al requisito de la ISO/IEC 17025:2017 punto 7.2.1.1 en el que se estipula que, *el laboratorio debe usar métodos y procedimientos apropiados para todas las actividades del laboratorio y, cuando sea apropiado, para la evaluación de la incertidumbre de medición, así como también las técnicas estadísticas para el análisis de los datos(ISO/IEC, 2015).*

#### **Hallazgo:**

*Presentaron la estimación de incertidumbre dentro del “informe de resultados EFG-039” de la confirmación del método, para Humedad, grasas y proteína. Sin embargo, el cálculo no presenta el modelo matemático y realizan la incertidumbre combinada con una suma directa sin considerar las unidades independientes de las incertidumbres estándar.*

Posteriormente, describen el primer seguimiento documental con el que el laboratorio pretendió cerrar la no conformidad. Sin embargo, la respuesta de *ema* fue la siguiente:

*“Las evidencias de acción correctiva perteneciente a la no conformidad no corresponden, se encuentran descrita las acciones de la no conformidad 1, y no es posible evaluar como fue el proceso, cual es la causa raíz, como evitaran la recurrencia, si existieron capacitaciones sobre incertidumbre, etc.”*

Para comenzar a determinar la Causa-Raíz a una no conformidad emitida por un organismo externo a la organización, como en éste caso *ema*, será comprender y analizar el hallazgo descrito en el Informe de evaluación (*Tabla 2*).

**Tabla 2.** Informe de evaluación de la conformidad a la norma ISO/IEC 17025:2017, con fecha de evaluación del 29.04.19 emitido por *ema*.

No.	Criterio(s) de evaluación	Descripción del hallazgo	Tipo
2	ISO/IEC 17025:2017 7.2.1.1	<p>Presentaron la estimación de incertidumbre dentro del “informe de resultados EFG-039” de la confirmación del método, para humedad, grasas y proteína, sin embargo, el cálculo no presenta el modelo matemático, y realizan la incertidumbre combinada con una suma directa sin considerar las unidades independientes de las incertidumbres estándar.</p> <p><b>Primer seguimiento documental.</b> Las evidencias de acción correctiva perteneciente a la no conformidad no corresponden, se encuentran descritas las acciones de la no conformidad 1, y no es posible evaluar como fue el proceso, cuál es la Causa Raíz, como evitaran la recurrencia, si existieron capacitaciones sobre incertidumbre, etc.</p> <p><b>Segundo seguimiento documental.</b> Presentan las siguientes evidencias: 1. “Acta de Trabajo No Conforme EFC-016” con número de folio “06/19” con fecha 28 de febrero de 2019. 2. “Tratamiento a Trabajo No Conforme EFC-014” con fecha 1 de marzo de 2019, donde se indica que no se suspende ninguna actividad. Y la evaluación del impacto es informada como “medida, no impacta en la capacidad del laboratorio para evaluar y emitir resultados”</p>	B

Continuación **Tabla 2.**

No.	Criterio(s) de evaluación	Descripción del hallazgo	Tipo
2	ISO/IEC 17025:2017 7.2.1.1	<p>3. “Informe Plan de acción EFC-015” donde se indica que la <b>acción inmediata</b> es “realizar el cálculo de la incertidumbre en el informe de confirmación para los métodos de humedad, grasas y proteína, señalando las fuentes de incertidumbre y el modelo matemático que las relaciona con el resultado obtenido al realizar el análisis”. En el numeral 4 del formato mencionado, indican que una de las actividades es la adquisición de la norma NMX-CH-140-IMNC-2002. Indican que se dará lectura e implementación de la norma, sin embargo, no hay evidencia de la lectura ni de la interpretación.</p> <p>Causa Raíz: “no se realizó una interpretación adecuada del cálculo de la incertidumbre señalado en la NMX-CH-140-IMNC-2002, que se determina de acuerdo a los lineamientos de los criterios de aplicación de la NMX-EC-17025-IMNC versión vigente, del documento MPA-CA005 de la <i>ema</i> y no se recurrió a la fuente principal”</p> <p>4. “Plan de acciones correctivas, preventivas y de mejora EFC-005”, en el cuál mencionan como acción inmediata lo siguiente:</p> <p>A) Realizar el cálculo de la incertidumbre en el informe de confirmación para los métodos de humedad, grasas y proteína, señalando las fuentes de incertidumbre y el modelo matemático que las relaciona con el resultado obtenido al realizar el análisis.</p>	B

Continuación **Tabla 2.**

No.	Criterio(s) de evaluación	Descripción del hallazgo	Tipo
2	ISO/IEC 17025:2017 7.2.1.1	<p>Presentan los informes de resultados de confirmación de los tres métodos (humedad, grasa y proteína), donde se detectaron las siguientes desviaciones:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>I. Para lípidos libres y combinados realizan la sumatoria aún sin considerar las unidades, continúan realizando la suma directa.</li> <li>II. Para proteína no están considerando todas las fuentes de incertidumbre, como ejemplo la normalidad del HCl, y realizan la sumatoria aún sin considerar las unidades, continúan realizando la suma directa.</li> <li>III. Para humedad realizan la sumatoria aún sin considerar las unidades, continúan realizando la suma directa.</li> </ul> <p>No presentan evidencia del desarrollo del cálculo de las incertidumbres estándar para ninguno de los tres métodos.</p> <p>B) Adquisición de la NMX-CH-140-IMNC-2002.</p> <p>No hay evidencia de que se haya adquirido dicha norma.</p> <p>Presentan el “procedimiento para la determinación de incertidumbre en métodos microbiológicos y fisicoquímicos EPC-005” con fecha de emisión de abril de 2019, sin embargo, no se observa cuáles fueron los cambios adicho documento, tampoco evidencia de la difusión del mismo al personal involucrado</p>	B

Como se observa, dicha no conformidad entró en un segundo seguimiento debido a que las acciones correctivas realizadas no dieron respuesta al requerimiento. Es por eso que se debe analizar la Causa Raíz de acuerdo a lo descrito en las herramientas para determinar una Causa Raíz.

### 3.2 Determinación de la causa raíz de la no conformidad del laboratorio al punto 7.2.1.1 de la ISO/IEC 17025:2017.

Con base en lo anterior, utilizaremos las pautas para realizar un análisis de la Causa Raíz:

Observando el informe de evaluación, notamos que el criterio fue sobre el punto 7.2.1.1 de la ISO/IEC 17025:2017, pero ¿Qué dice este punto?, veamos:

*“7.2.1.1 El laboratorio debe usar métodos y procedimiento apropiados para todas las actividades de laboratorio y, cuando sea apropiado, para la evaluación de la incertidumbre de medición, así como también las técnicas estadísticas para el análisis de datos.”*

Ahora, de acuerdo a lo anterior en el informe de evaluación, se menciona lo siguiente:

- *“No presentan evidencia del desarrollo del cálculo de las incertidumbres estándar para ninguno de los tres métodos.”*
- *“No hay evidencia de que se haya adquirido dicha norma (NMX-CH-140-IMNC-2002)”*
- *“Presentan el “procedimiento para la determinación de incertidumbre en métodos microbiológicos y fisicoquímicos EPC-005” con fecha de emisión de abril de 2019, sin embargo, no se observa cuáles fueron los cambios a dicho documento, tampoco evidencia de la difusión del mismo al personal involucrado”*

Pues bien, podemos identificar que el problema está relacionado con el cálculo de incertidumbre a lo que debemos preguntarnos, ¿Cómo se realiza el cálculo de la incertidumbre? ¿Se sigue el procedimiento EPC-005? ¿El procedimiento se apega a la norma NMX-CH-140-IMNC-2002? ¿Quién o quiénes son los responsables de realizar el cálculo? ¿Dentro de la organización se tienen los conocimientos suficientes para realizar dicha actividad? ¿Por qué se hace ésta observación por parte de *ema*? ¿Anteriormente no había sido objeto de revisión? Estas interrogantes se irán resolviendo conforme se continúe con el proceso de Análisis de Causa Raíz.

Ahora bien, para resolver el problema utilizaremos el principio SMART, utilizado para definir objetivos, que en este caso será el de darle solución al problema como se muestra a continuación:

- Específico

Cuanto más específico sea el objetivo que se quiere lograr, que en este caso es resolver el problema, más fácil será conseguirlo, hay que tener claro qué es lo que se quiere conseguir. Podemos responder a esta pregunta de manera general en un principio y proponer objetivo a corto, mediano y largo plazo. Definiremos un objetivo a corto y uno a largo plazo como:

Objetivo a corto plazo: Cerrar la no conformidad tipo B emitida por *ema*, documentando la información respecto a la determinación de la incertidumbre en las mediciones analíticas.

Objetivo a largo plazo: Crear conocimiento en el personal técnico de la empresa respecto a la incertidumbre en las medidas analíticas.

Esto con el fin de que adquieran el conocimiento que les ayude a optimizar sus procesos en el laboratorio, así como emitir resultados confiables.

- Medible

Ahora bien, todo aquello que no medimos no podemos mejorarlo, analicemos los objetivos antes planteados y veamos si pueden ser medibles para analizar su evolución y poder tomar medidas al respecto conforme vayan desarrollándose.

Objetivo a corto plazo: Conseguir el cierre de la no conformidad antes de los 30 días naturales establecidos por la entidad de acreditación.

Objetivo a largo plazo: Realizar la divulgación respectiva de la información generada para el cierre de la no conformidad, diseñar un curso con sus respectivas evaluaciones para el personal técnico, sobre el cálculo de incertidumbres y su importancia en las mediciones analíticas.

- Alcanzable

Un objetivo debe ser ambicioso, pero sin dejar de ser realista, es decir, debe existir una secuencia de acciones que puedan llevar a conseguirlo. Por lo que notamos de los



objetivos antes descritos, son específicos y medibles por lo que muy probablemente pueden conseguirse sin mayor problema, lo que ayudará al desarrollo de la empresa.

- Relevante

Conseguir el objetivo debe ser relevante tanto para lo que piensan llevarlo a cabo, como para la empresa, el empleo de recursos y esfuerzos debe ir dirigido hacia el objetivo final o de largo plazo.

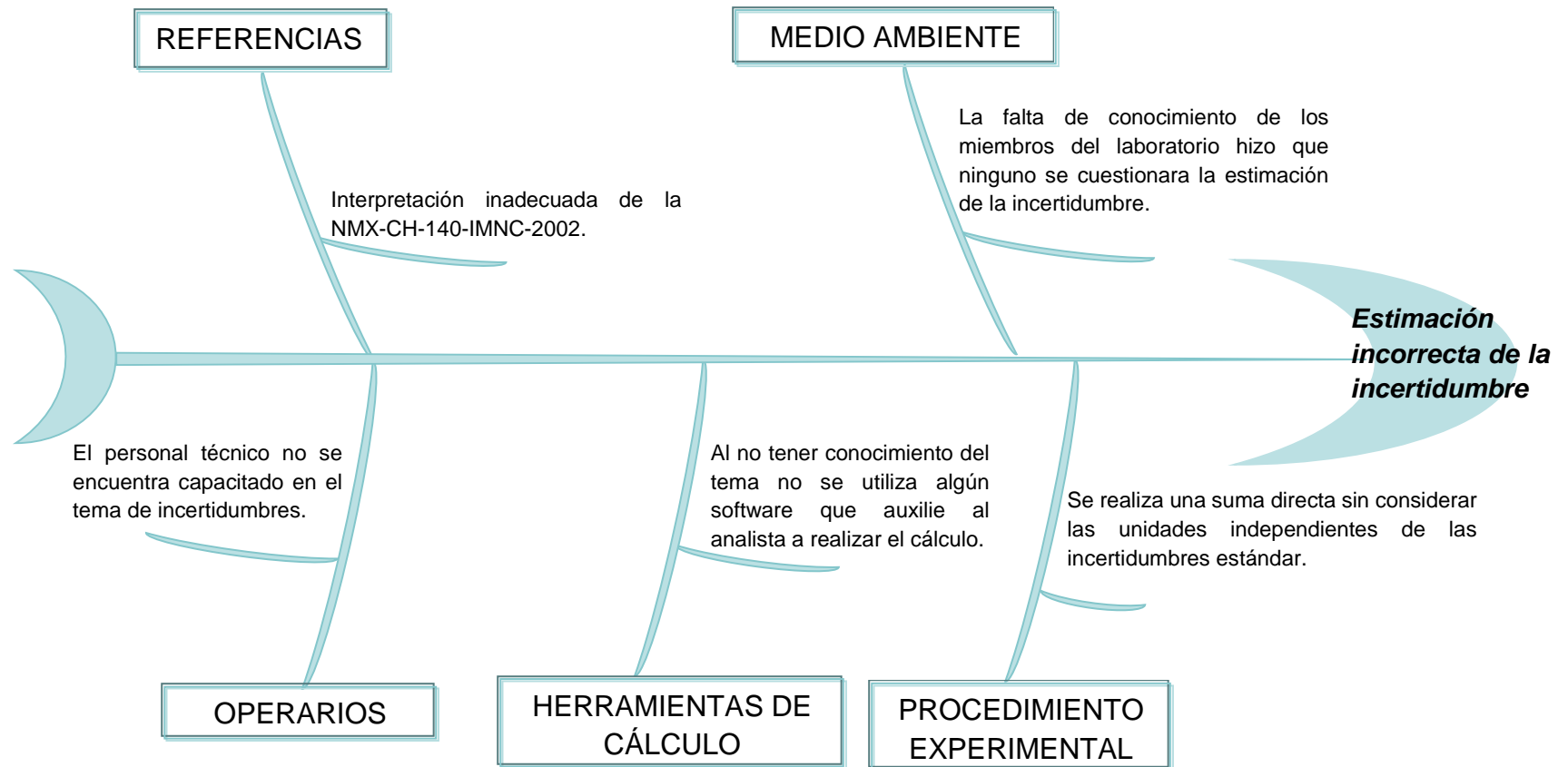
La incertidumbre en las mediciones analíticas es muy relevante, sobre todo para un laboratorio de ensayo que requiere que sus resultados sean confiables, es por eso que los objetivos también cumplen con este rubro.

- Temporal

Siempre se debe tener un periodo concreto de ejecución. Cerrar una fecha de vencimiento es fundamental para conseguir un objetivo, de no hacerlo, puede aplazarse sin llegar a conseguirlo. Por lo tanto, el objetivo a corto plazo está muy bien definido en este rubro al ser un objetivo necesario de cumplir antes de los 30 días naturales, por otro lado, el objetivo a largo plazo lleva un poco más de tiempo debido a situaciones tales como: actualización en guías técnicas con respecto a la determinación de la incertidumbre, que si bien esto no depende del laboratorio, se debe contemplar la necesidad de una capacitación, diseño de un curso al personal técnico que asegure la comprensión del tema evitando la recurrencia a este tipo de no conformidades, por lo que, se tiene que realizar durante los siguientes 6 meses. Si bien se necesitó de una capacitación para dar solución a la no conformidad, ésta no contempló a todo el personal involucrado en el proceso.

Entender el problema.

Utilizaremos una de las herramientas para determinar la Causa Raíz, el Diagrama de Ishikawa (*Figura 2*), con el objeto de obtener información real del problema para poder entenderlo y resolverlo.



**Figura 2.** Diagrama de Causa-Efecto para obtener información real del problema para poder entenderlo y resolverlo.

## I. Identificar la Causa Raíz.

Una vez realizado el Diagrama de Causa-Efecto (*Figura 2*) hay que relacionar las causas y los efectos (*Tabla 3*) para poder identificar la Causa Raíz de la no conformidad y la describiremos a continuación:

**Tabla 3.** Relación Causa-Efecto de la no conformidad.

CAUSA	EFECTO
<p>Se determina la incertidumbre de forma incorrecta con la suma de las diferentes fuentes de incertidumbre, tal y como se encuentran en los certificados de calibración de las balanzas, termómetros, MRC, entre otros según sea el caso.</p>	<p>El valor de la estimación de la incertidumbre no se señala en las unidades específicas para cada análisis.</p> <p>Hay una omisión sobre el requerimiento de que para reportar la incertidumbre de un proceso es necesario que todas las fuentes se encuentren como incertidumbres estándar.</p>
<p>No se propone un modelo matemático a partir del cual se determine indirectamente la incertidumbre de salida.</p>	<p>No se identifican las fuentes de incertidumbre y su efecto en el resultado final, por lo que la incertidumbre en la confirmación del método puede estar subestimada o sobreestimada y en unidades diferentes a las que se expresa el resultado del análisis.</p> <p>El no tener un análisis sobre las fuentes de incertidumbre impide determinar si el valor de la incertidumbre representa el intervalo en el que se puede tener el resultado final.</p>
<p>Se determina la incertidumbre de forma directa, sin considerar las magnitudes de cada uno de las fuentes de incertidumbre consideradas.</p>	<p>Interpretación no adecuada del cálculo de incertidumbre tipo A y tipo B y no se identifican adecuadamente las fuentes de incertidumbre.</p> <p>Desconocimiento sobre las fuentes de incertidumbre del proceso; así como de la forma de tratarlas.</p>

**Causa Raíz:**

Falta de conocimiento de la forma en la que se estima la incertidumbre.

“No se realizó una interpretación adecuada de la estimación de la incertidumbre como se señala en la NMX-CH-140-IMNC-2002, ya que únicamente se interpretaban los lineamientos del documento MPA-CA-005 de la *ema*. Dicho documento no establece un procedimiento para estimar la incertidumbre, sólo dan una serie de criterios por lo que se debe recurrir a la fuente principal (NMX-CH-140-IMNC-2002), por lo que la identificación de las fuentes de incertidumbre fue parcial, el establecimiento del modelo matemático y la estimación de la incertidumbre en función de los coeficientes de sensibilidad no se realizó”.

Sin embargo, las particularidades del análisis son responsabilidad de cada laboratorio, y esa recae en el conocimiento del método.

### **3.3 Estimación de la incertidumbre para las pruebas evaluadas en el laboratorio.**

El propósito de este trabajo es dar a conocer la metodología a seguir para cerrar una no conformidad levantada por *ema* sobre la estimación de la incertidumbre, para ello se modificó el Procedimiento Normalizado de Operación (PNO) EPC-005 *Procedimiento para la determinación de incertidumbre en métodos microbiológicos y fisicoquímicos*, ya que no establecía un procedimiento para determinar de manera adecuada la incertidumbre para magnitudes no correlacionadas.

A su vez, se pretende capacitar al personal del laboratorio sobre los lineamientos de la norma NMX-CH-140-IMNC-2002 *Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones* y su correcta aplicación en los resultados emitidos por el laboratorio, cabe destacar que más allá del cierre de la no conformidad se consideró importante generar conocimiento sólido en el tema y la forma en que dicho conocimiento permanezca en la empresa.

### 3.4 Determinación de grasa en alimentos.

Los parámetros que se tomaron en cuenta para la determinación de grasa en alimentos y su incertidumbre asociada, describiendo los equipos utilizados, los reactivos e insumos, así como los puntos críticos que tienen que tomarse en cuenta para un buen desempeño del método, se describen en los párrafos siguientes.

Además, el de confirmar que el método de ensayo cumpla con los criterios de aceptación y parámetros de desempeño para asegurar su buen desempeño y funcionamiento del laboratorio, estableciendo los siguientes parámetros de desempeño para una prueba física cuantitativa: Repetibilidad, Precisión intermedia e Incertidumbre.

El método conocido como extracto etéreo, es aplicable para la determinación de grasa en alimentos.

Frecuentemente es necesario dar una incertidumbre que defina el intervalo en el que se encuentra el resultado de la medición del que se espera comprenda una fracción “p” de la distribución de valores que podrían atribuirse razonablemente al mensurando. El valor “p” es llamado nivel de confianza (*k*) y puede ser elegido a conveniencia, a esta cantidad se le conoce como incertidumbre expandida, y se denota con la letra *U* (Sáez Ruiz & Font Avila, 2001).

#### **PASO 1.**

Análisis causa-efecto para identificar las fuentes de incertidumbre (Ver ANEXO I)

#### **PASO 2**

Modelo matemático para la obtención del porcentaje de grasa:

$$\% G = \frac{P_s}{P_M} * 100 \quad \text{Ec. (1)}$$

En donde:

%G = Porcentaje de grasa

P<sub>s</sub> = masa de la grasa seca

P<sub>M</sub> = masa de la muestra en g.

Modelo matemático para la obtención de la masa de grasa seca.

$$P_S = P_G - P_B \quad \text{Ec. (2)}$$

$P_G$  = masa del matraz con grasa seca en g.

$P_B$  = masa del matraz con cuerpos de ebullición a masa constante en g.

### PASO 3

Evaluación de la incertidumbre estándar combinada:

De acuerdo a la Guía para la Expresión de la Incertidumbre en la medición (GUM, por sus siglas en inglés), la incertidumbre estándar combinada  $u_c(y)$  para magnitudes no correlacionadas, se determina mediante la siguiente ecuación:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum u_i(y)^2} \quad \text{Ec. (3)}$$

Ahora, de acuerdo a la Ec. (3) donde  $u_i(y)$  son las contribuciones de incertidumbre, se define de la siguiente manera:

$$u_i(y) = c_i * u(x_i) \quad \text{Ec. (4)}$$

El término  $c_i$  es llamado Coeficiente de sensibilidad que se define como:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad \text{Ec. (5)}$$

Para el caso que se está analizando la  $u_c$  quedaría expresada de la siguiente manera:

$$u_{\%G} = \sqrt{(u_{P_S})^2 + (u_{P_M})^2 + (u_R)^2} \quad \text{Ec. (6)}$$

Dónde:

$u_{P_S}$  = Incertidumbre asociada a la masa de la grasa seca.

$u_{P_M}$  = Incertidumbre asociada a la masa de la muestra.

$u_R$  = Incertidumbre asociada a la repetibilidad del método\*

\* NOTAS:

1. Se toma en cuenta la desviación estándar de las réplicas realizadas (repetibilidad) por el analista para determinar el mensurando. El análisis de la varianza de las réplicas entre analistas (reproducibilidad) no es del alcance de este trabajo.

2. Para  $u_{P_M}$  se considera: calibración, resolución y excentricidad de la balanza analítica y se describe en la ecuación 12.

De esta expresión es necesario desglosar la  $u_{PS}$ ; de forma que el modelo matemático para la obtención de la masa de grasa seca de acuerdo a la ecuación 3:

$$u_{PS} = \sqrt{(u_{PG})^2 + (u_{PB})^2} \quad \text{Ec. (7)}$$

Dónde:

$u_{PG}$  = incertidumbre asociada a la masa del matraz con grasa seca en g

$u_{PB}$  = incertidumbre asociada a la masa del matraz con cuerpos de ebullición a masa constante en g

NOTA:

Para cada una de estas dos contribuciones se considera: calibración, resolución y excentricidad de la balanza y en la ecuación 12 queda identificada como  $u_{balanza}$ .

Expresando de igual manera lo anterior de acuerdo a los coeficientes de sensibilidad de la Ec. (5) queda lo siguiente:

$$u_{PS} = \sqrt{\left(\frac{\partial P_S}{\partial P_G} * u_{PG}\right)^2 + \left(\frac{\partial P_S}{\partial P_B} * u_{PB}\right)^2} \quad \text{Ec. (8)}$$

Ahora, de acuerdo al modelo matemático del mensurado (% G). Expresando lo descrito anteriormente queda de la siguiente manera:

$$u_{\%G} = \sqrt{\left(\frac{\partial \%G}{\partial P_S} * u_{PS}\right)^2 + \left(\frac{\partial \%G}{\partial PM} * u_{PM}\right)^2 + \left(\frac{\partial \%G}{\partial R} * u_R\right)^2} \quad \text{Ec. (9)}$$

**Tabla 6.** Clasificación de la incertidumbre de acuerdo al PNO EPC-005

Fuentes de Incertidumbre	Tipo	Material, equipo o instrumento	Herramientas para determinar la incertidumbre.
Pesada de reactivos y muestras de ensayo	Tipo B	Balanza Analítica o Semianalítica	Certificados de calibración.
Repetibilidad del analista	Tipo A	Replicas realizadas por el analista para la cuantificación del mensurado	Desviación estándar de la repetibilidad del analista.

**PASO 4.**

Cálculo de la incertidumbre estándar combinada:

Desarrollando los coeficientes de sensibilidad tenemos las siguientes ecuaciones (Tabla 7):

**Tabla 7.** Coeficientes de sensibilidad, ecuaciones 6, 7, 8 y 9.

Fuente de Incertidumbre	Expresión matemática
<b>Coeficientes de sensibilidad, ecuaciones 6 y 7.</b>	
Masa del matraz con grasa ( $C_{PG}$ )	$C_{PG} = \frac{\partial Ps}{\partial P_G} = 1$
Masa del matraz con cuerpos de ebullición ( $C_{PB}$ )	$C_{PB} = \frac{\partial Ps}{\partial P_B} = -1$
Masa de la grasa seca ( $C_{PS}$ )	$C_{PS} = \frac{\partial \%G}{\partial P_S} = \frac{100}{P_M} = \frac{\%}{g}$
<b>Coeficientes de sensibilidad, ecuaciones 8 y 9.</b>	
Masa de la muestra ( $C_{PM}$ )	$C_{PM} = \frac{\partial \%G}{\partial PM} = -\frac{Ps}{(PM)^2} \cdot 100\% = -\frac{\cancel{g}}{(g)^2} 100\% = -\frac{\%}{g}$
Repetibilidad del analista ( $C_R$ )	$C_R = \frac{\partial \%G}{\partial R} = 1$

Sustituyendo las ecuaciones descritas (Tabla 7) en la Ec. (9), queda expresado de la siguiente manera:

$$u_{\%G} = \sqrt{\left(\frac{100}{P_M} * \sqrt{(1 \cdot u_{PG})^2 + (-1 \cdot u_{PB})^2}\right)^2 + \left(-\frac{Ps}{(PM)^2} * u_{PM}\right)^2 + (1 * u_R)^2} \quad \text{Ec. (10)}$$

La expresión de las incertidumbres provenientes de cada fuente se desarrolla a continuación (Tabla 8):

**Tabla 8.** Contribución de la Incertidumbre de la balanza analítica asociada a las pesadas; calibración ( $u_{cal}$ ), resolución ( $u_{res}$ ) y excentricidad ( $u_{exc}$ )

Fuente de incertidumbre	Expresión matemática.
Masa del matraz con grasa ( $C_{PG}$ )	$u_{PG} = \sqrt{(u_{cal})^2 + (u_{res})^2 + (u_{exc})^2}$
Masa del matraz con cuerpos de ebullición ( $C_{PB}$ )	$u_{PB} = \sqrt{(u_{cal})^2 + (u_{res})^2 + (u_{exc})^2}$
Masa de la muestra ( $C_{PM}$ )	$u_{PM} = \sqrt{(u_{cal})^2 + (u_{res})^2 + (u_{exc})^2}$



\* **Nota:** La incertidumbre debida a la calibración de la balanza puede variar de acuerdo a la masa.

Realizando el análisis dimensional de la Ec. (10) junto con las ecuaciones de la incertidumbre estándar combinada, queda lo siguiente:

$$u_{\%G} = \sqrt{\left(\frac{100\%}{g} * g\right)^2 + \left(-\frac{g}{g^2} * 100\% * g\right)^2 + (1 * \%)^2} \quad \text{Ec. (11)}$$

Por lo que la incertidumbre queda expresada en porcentaje (%G).

Obtenemos los datos necesarios de los informes de calibración de la balanza analítica:

**Tabla 9.** Contribución de la Incertidumbre de la balanza analítica.

Fuente de incertidumbre	Distribución	Formula de incertidumbre	Incertidumbre original*	Incertidumbre estándar	Unidades
Calibración de la balanza ( $u_{cal}$ )	Normal	$u(x_i) = \frac{U}{k}$	U = 0,00013 g k = 2	0,000065	g
Resolución de la balanza ( $u_{res}$ )	Rectangular	$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}}$	a = 0,0001 g	0,000058	g
Excentricidad de la balanza ( $u_{exc}$ )	Rectangular	$u(x_i) = a$	a = 0,0001 g	0,0001	g

\*Estos valores se obtienen del informe de calibración CCN0497.M/2019 de la balanza EEDV001 a una masa de 5 g.

Con estos datos, obtenemos la incertidumbre estándar debida a la balanza analítica.

El modelo de la ecuación 12 se aplica para:  $u_{PG}$ ,  $u_{PB}$  y  $u_{PM}$ .

$$u_{balanza} = \sqrt{(u_{cal})^2 + (u_{res})^2 + (u_{exe})^2} \quad \text{Ec. (12)}$$

A continuación, se muestra el ejemplo para la  $u_{balanza}$  para una carga de prueba de 5 g.

$$u_{balanza} = \sqrt{(0,000065g)^2 + (0,000058g)^2 + (0,0001g)^2} = 0,000133g$$

Para el cálculo de los coeficientes de sensibilidad se utilizarán los promedios de las pesadas:

**Tabla 10.** Promedio de las pesadas descritas en el modelo matemático.

Masa	PG	PB	PM	% G
Promedio	93,9198 g	93,6783 g	2,0207 g	11,95

Con estos datos y los anteriores sustituimos los valores en la ecuación (10), queda expresado de la siguiente manera:

$$u_{\%G} = \sqrt{\left(\frac{100\%}{2,0207g} * \sqrt{(1 \cdot 0,000133 g)^2 + (-1 \cdot 0,000133 g)^2}\right)^2 + \left(-\frac{0,2415 g}{(2,0207 g)^2} \cdot 100\% * 0,000133 g\right)^2} + \dots$$

$$u_{\%G} = \sqrt{\left(\frac{100\%}{2,0207g} * 1,88x10^{-4}g\right)^2 + \left(-5,91 \frac{\%}{g} * 0,000133 g\right)^2 + (1 * 0,056\%)^2}$$

Ec. (13)

$$u_{\%G} = \pm 0,06 \%$$

**PASO 5.**

Cálculo de la incertidumbre estándar expandida:

Por último, el cálculo de la incertidumbre expandida se calcula multiplicando la incertidumbre estándar combinada por un factor de cobertura, *k*.

$$U = k * u_c(y)$$

Ec. (14)

La incertidumbre expandida se calcula empleando un factor de cobertura de 2, el cual proporciona un nivel de confianza aproximadamente del 95%.

$$U_{\%G} = 2 * 0,06 \% = 0,12 \%$$

Ec. (15)

**3.5 Determinación de humedad en alimentos.**

Los parámetros que se tomaron en cuenta para la determinación del %Humedad Relativa (%HR), describiendo los equipos utilizados para la técnica, los reactivos e insumos, así como los puntos críticos que tienen que tomarse en cuenta para un buen desempeño del método.

Además, el de confirmar que el método de ensayo cumpla con los criterios de aceptación y parámetros de desempeño para asegurar su buen desempeño y funcionamiento del laboratorio, estableciendo los siguientes parámetros de desempeño para una prueba física cuantitativa: Repetibilidad, Precisión intermedia e Incertidumbre.

### **PASO 1.**

Análisis causa-efecto para identificar las fuentes de incertidumbre (Ver ANEXO II)

### **PASO 2**

Modelo matemático para la obtención del porcentaje de humedad:

$$\% H = \frac{M_S}{M_H} 100 \quad \text{Ec. (16)}$$

Dónde:

%H = Humedad en la muestra expresada en porcentaje.

M<sub>S</sub> = Masa correspondiente a muestra seca.

M<sub>H</sub> = Masa correspondiente a la muestra húmeda.

### **PASO 3.**

Evaluación de la incertidumbre estándar combinada:

De acuerdo a la *GUM*, la incertidumbre estándar combinada  $u_c(y)$  para magnitudes no correlacionadas, se determina mediante la siguiente ecuación:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum u_i(y)^2} \quad \text{Ec. (17)}$$

Ahora, de acuerdo a la Ec. (17) donde  $u_i(y)$  son las contribuciones de incertidumbre se define de la siguiente manera:

$$u_i(y) = c_i * u(x_i) \quad \text{Ec. (18)}$$

El término  $c_i$  es llamado Coeficiente de sensibilidad que se define como:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad \text{Ec. (19)}$$

Para el caso que se está analizando la  $u_c$  quedaría expresada de la siguiente manera:

$$u_{\%H} = \sqrt{(u_{M_S})^2 + (u_{M_H})^2 + (u_{C_R})^2} \quad \text{Ec. (20)}$$

Dónde:

$u_{M_S}$  = Incertidumbre asociada a la masa de humedad.

$u_{M_H}$  = Incertidumbre asociada a la masa de la muestra húmeda, muestra total.

$u_{C_R}$  = Incertidumbre asociada a la repetibilidad del analista\*

\* NOTA:

Se toma en cuenta la desviación estándar de las réplicas realizadas (repetibilidad) por el analista para determinar el mensurando. El análisis de la varianza de las réplicas entre analistas (reproducibilidad) no es del alcance de este trabajo.

Ahora, de acuerdo al modelo matemático del mensurando (% H). Expresando lo descrito anteriormente queda de la siguiente manera:

$$u_{\%H} = \sqrt{\left(\frac{\partial \%H}{\partial M_S} * u_{M_S}\right)^2 + \left(\frac{\partial \%H}{\partial M_H} * u_{M_H}\right)^2 + \left(\frac{\partial \%H}{\partial C_R} * u_{C_R}\right)^2} \quad \text{Ec. (21)}$$

#### PASO 4.

Cálculo de la cantidad de arena y su incertidumbre asociada:

El modelo matemático para determinar la masa de humedad y la masa de muestra total son los siguientes:

$$M_S = M_2 - M_3 \quad \text{Ec. (22)}$$

$$M_H = M_2 - M_1 \quad \text{Ec. (23)}$$

Por lo que su incertidumbre combinada para cada uno de estos modelos matemáticos donde la función ( $f$ ) aplica la  $\frac{\partial f}{\partial x_i}$  para la Ec. (22) y (23) (Tabla 11) y que posteriormente sustituiremos en la Ec. (21):

**Tabla 11.** Expresión de la incertidumbre estándar combinada.

Ec.	Expresión $u_i$
(24)	$u_{M_s} = \sqrt{\left(\frac{\partial M_s}{\partial M_2} * u_{M_2}\right)^2 + \left(\frac{\partial M_s}{\partial M_3} * u_{M_3}\right)^2} = \sqrt{(1 \cdot u_{M_2})^2 + (-1 \cdot u_{M_3})^2}$
(25)	$u_{M_H} = \sqrt{\left(\frac{\partial M_H}{\partial M_2} * u_{M_2}\right)^2 + \left(\frac{\partial M_H}{\partial M_1} * u_{M_1}\right)^2} = \sqrt{(1 \cdot u_{M_2})^2 + (-1 \cdot u_{M_1})^2}$

Ahora, desarrollando los coeficientes de sensibilidad tenemos las siguientes ecuaciones de acuerdo a la Ec. (21) (Tabla 12).

**Tabla 12.** Coeficientes de sensibilidad, ecuación 21.

Coeficiente (C <sub>i</sub> )	Expresión $\frac{\partial f}{\partial x_i}$
Masa de humedad (C <sub>M<sub>s</sub></sub> )	$C_{M_s} = \frac{\partial \%H}{\partial M_s} = \frac{100 \%}{M_H}$
Masa de la muestra total (C <sub>M<sub>H</sub></sub> )	$C_{M_H} = \frac{\partial \%H}{\partial M_H} = -\frac{M_s \cdot 100\%}{M_H^2}$

Sustituyendo la Ec. (24) y (25), así como los coeficientes de sensibilidad en la Ec. (21) la incertidumbre combinada queda de la siguiente manera:

Ec. (26)

$$u_{\%H} = \sqrt{\left(\frac{100\%}{M_H} \left(\sqrt{(1 \cdot u_{M_2})^2 + (-1 \cdot u_{M_3})^2}\right)\right)^2 + \left(\left(-\frac{M_s \cdot 100\%}{M_H^2}\right) \left(\sqrt{(1 \cdot u_{M_2})^2 + (-1 \cdot u_{M_1})^2}\right)\right)^2 + [1 \cdot R]^2}$$

**Dónde:**  $u_{M_1} = u_{M_2} = u_{M_3} = \sqrt{(u_{cal})^2 + (u_{res})^2 + (u_{exe})^2}$  → Debido al proceso del pesaje y a que la calibración de la balanza para las tres masas corresponde a un valor idéntico (Anexo III).

$M_s$  = Promedio de las masas con muestras secas obtenidas por los analistas.

$M_H$  = Promedio de las masas con muestras húmedas obtenidas por los analistas.

$R$  = Desviación estándar de la repetibilidad del método.

**Tabla 13.** Clasificación de la incertidumbre de acuerdo al PNO EPC-005

Fuentes de Incertidumbre	Tipo	Material, equipo o instrumento	Herramientas para determinar la incertidumbre.
Pesada de reactivos y muestras de ensayo	Tipo B	Balanza Analítica o Semianalítica	Certificados de calibración.
Repetibilidad del analista	Tipo B	Replicas realizadas por el analista para la cuantificación del mensurando	Desviación estándar de la repetibilidad del analista.

Para el cálculo de los coeficientes de sensibilidad se sacan los promedios de % H, Ms y MH de todos los resultados:

**Tabla 14.** Promedio de las pesadas descritas en el modelo matemático.

Factor	% H	Ms(g)	MH(g)
Valor	1,25	0,0307	2,4509

Sacamos los datos necesarios de los informes de calibración de la balanza analítica:

**Tabla 15.** Contribución de la Incertidumbre de la balanza analítica.

Fuente de incertidumbre	Distribución	Formula de incertidumbre estándar	Incertidumbre original*	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Unidades
Calibración de la balanza	Normal	$u(x_i) = \frac{U}{k}$	U = 0,000 13 g k = 2	0,000 065	g
Resolución de la balanza	Rectangular	$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}}$	a = 0,000 1 g	0,000 058	g
Excentricidad de la balanza	Rectangular	$u(x_i) = a$	a = 0,000 1 g	0,000 1	g

\* Estos valores se obtienen del informe de calibración CCN0497.M/2019 de la balanza EEDV001 a una masa de 5 g.

Con estos datos, obtenemos la incertidumbre estándar debida al proceso de pesaje UM1, UM2 y UM3.

$$\begin{aligned}
 u_{M_1} = u_{M_2} = u_{M_3} &= \sqrt{(u_{cal})^2 + (u_{res})^2 + (u_{exe})^2} \\
 &= \sqrt{(0,000065g)^2 + (0,000058g)^2 + (0,0001g)^2} \quad \text{Ec. (27)} \\
 &= 0,000 133 g
 \end{aligned}$$

Reemplazando los valores en la ecuación de  $u_{\%H}$ , tenemos lo siguiente:

$$u_{\%H} = \sqrt{\left(\frac{100\%}{M_H} \left(\sqrt{(1 \cdot u_{M_2})^2 + (-1 \cdot u_{M_3})^2}\right)\right)^2 + \left(\left(-\frac{M_S \cdot 100\%}{M_H^2}\right) \left(\sqrt{(1 \cdot u_{M_2})^2 + (-1 \cdot u_{M_1})^2}\right)\right)^2 + [1 \cdot R]^2} \quad \text{Ec. (28)}$$

$$u_{\%H} = \sqrt{\left(\frac{100\%}{2,4509g} \left(\sqrt{(0,000133g)^2 + (-0,000133g)^2}\right)\right)^2 + \left(\frac{-0,0307g \cdot 100\%}{(2,4509g)^2} \left(\sqrt{(0,000133g)^2 + (-0,000133g)^2}\right)\right)^2 + [0,013\%]^2}$$

$$u_{\%H} = \pm 0,02 \%$$

### PASO 5.

Cálculo de la incertidumbre estándar expandida:

Por último, el cálculo de la incertidumbre expandida se calcula multiplicando la incertidumbre estándar combinada por un factor de cobertura k.

$$U = k * u_c(y) \quad \text{Ec. (29)}$$

La incertidumbre expandida se calcula empleando un factor de cobertura de 2, el cual proporciona un nivel de confianza del 95% aproximadamente.

$$U_{\%H} = 2 * \pm 0,02 \% = \pm 0,04 \% \quad \text{Ec. (30)}$$

## 3.6 Determinación de proteína en alimentos.

Los parámetros que se tomaron en cuenta para la determinación de la cantidad de proteína en alimentos y su incertidumbre asociada, describiendo los equipos utilizados para la técnica, los reactivos e insumos, así como los puntos críticos que tienen que tomarse en cuenta para un buen desempeño del método.

Además, el de confirmar que el método de ensayo cumpla con los criterios de aceptación y parámetros de desempeño para asegurar su buen desempeño y funcionamiento del laboratorio, estableciendo los siguientes parámetros de desempeño para una prueba física cuantitativa: Repetibilidad, Precisión intermedia e Incertidumbre.

### PASO 1.

Análisis causa-efecto para identificar las fuentes de incertidumbre (Ver ANEXO IV)

**PASO 2**

Modelo matemático para la obtención del porcentaje de proteína:

$$\% \text{ Proteína} = \left[ \frac{C_{HCl} \cdot V_c \cdot f_N \cdot F}{w} * 100 \right] \quad \text{Ec. (31)}$$

Dónde:

$V_c$  = Volumen consumido de HCl ( $V_{\text{punto final}} - V_{\text{blanco}}$ ) en mL.

$C_{HCl}$  = Concentración expresada en Normalidad del HCl.

$f_N = 0.014$  ; Factor del peso equivalente del nitrógeno y conversión de unidades en  $\left[ \frac{g \cdot L}{eq \cdot mL} \right]$

$F$  = Factor de conversión para pasar de contenido en nitrógeno a contenido en proteínas. La mayoría de las proteínas contienen un 16% de  $N_2$ , de modo que el factor de conversión es 6,25 ( $100/16 = 6,25$ ), pero se han obtenido empíricamente otros factores de conversión en función de la materia prima utilizada. Adimensional.

$w$  = masa de muestra en g

De acuerdo al modelo matemático siguiente, las fuentes de incertidumbre para la determinación de la concentración de la solución titulante de HCl ( $C_{HCl}$ ), obtenida por medio de la estandarización con una base patrón primario ( $Na_2CO_3$ ) se presentan en el diagrama causa-efecto (ANEXO V):

$$C_{HCl} = \frac{m_b}{PE_b \cdot V_{HCl}} \quad \text{Ec. (32)}$$

Dónde:

$m_b$  = Masa de carbonato de sodio anhidro ( $Na_2CO_3$ ) en g.

$PE_b$  = Masa equivalente del carbonato de sodio anhidro ( $Na_2CO_3$ ) en g/eq.

$V_{HCl}$  = Volumen de ácido clorhídrico 0.1 N utilizados para titular el  $Na_2CO_3$  en mL.

**PASO 3**

De acuerdo a la *GUM*, la incertidumbre estándar combinada  $u_c(y)$  para magnitudes no correlacionadas, se determina mediante la siguiente ecuación:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum u_i(y)^2} \quad \text{Ec. (33)}$$



Ahora, de acuerdo a la Ec. (33) donde  $u_i(y)$  son las contribuciones de incertidumbre que se definen de la siguiente manera:

$$u_i(y) = c_i * u(x_i) \quad \text{Ec. (34)}$$

El término  $c_i$  es llamado Coeficiente de sensibilidad que se define como:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad \text{Ec. (35)}$$

Para el caso que se está analizando la  $u_c$  quedaría expresada de la siguiente manera:

$$u_{\%P} = \sqrt{(u_{Vc})^2 + (u_{CHCl})^2 + (u_w)^2 + (u_R)^2 + (u_{sesgo})^2} \quad \text{Ec. (36)}$$

Dónde:

$u_{Vc}$  = Incertidumbre asociada al volumen consumido de HCl en la titulación.

$u_{CHCl}$ : Incertidumbre asociada a la concentración del HCl.

$u_w$ : Incertidumbre asociada a la masa de la muestra.

$u_R$ : Incertidumbre asociada a la repetibilidad del analista\*

$u_{sesgo}$ : Incertidumbre asociada al sesgo, se obtiene a través del Material de Referencia Certificado (MRC) (Anexo VI).

\* NOTAS:

1. Se toma en cuenta la desviación estándar de las réplicas realizadas (repetibilidad) por el analista para determinar el mensurando. El análisis de la varianza de las réplicas entre analistas (reproducibilidad) no es del alcance de este trabajo.

2. La incertidumbre debida al factor de conversión para pasar de contenido en nitrógeno a contenido en proteínas (F) y la incertidumbre asociada al factor del peso equivalente del nitrógeno, tienen una influencia muy poco significativa sobre la incertidumbre estándar combinada.

Ahora, de acuerdo al modelo matemático del mensurando (% P). Expresando lo descrito anteriormente queda de la siguiente manera:

$$u_{\%P} = \sqrt{\left(\frac{\partial \%P}{\partial Vc} * u_{Vc}\right)^2 + \left(\frac{\partial \%P}{\partial CHCl} * u_{CHCl}\right)^2 + \left(\frac{\partial \%P}{\partial w} * u_w\right)^2 + \left(\frac{\partial \%P}{\partial R} * u_R\right)^2 + \left(\frac{\partial \%P}{\partial sesgo} * u_{sesgo}\right)^2} \quad \text{Ec. (37)}$$

#### PASO 4.

Cálculo de la incertidumbre estándar combinada:

Desarrollando los coeficientes de sensibilidad tenemos las siguientes ecuaciones (Tabla 16):

**Tabla 16.** Coeficientes de sensibilidad, ecuación 37.

Fuente de Incertidumbre	Expresión matemática
Volumen gastado de HCl ( $C_{Vc}$ )	$C_{Vc} = \frac{\partial \%P}{\partial Vc} = \frac{C_{HCl} \cdot f_N}{w} \cdot 100\% = \frac{\frac{eq}{L} \cdot \left[ \frac{g}{eq} \cdot \frac{L}{mL} \right]}{g} 100\% = \frac{\%}{mL}$
Concentración HCl ( $C_{CHCl}$ )	$C_{CHCl} = \frac{\partial \%P}{\partial C_{HCl}} = \frac{Vc \cdot f_N}{w} \cdot 100\% = \frac{mL \cdot \left[ \frac{g}{eq} \cdot \frac{L}{mL} \right]}{g} 100\% = \% \frac{L}{eq}$
Masa de la muestra ( $C_w$ )	$C_w = \frac{\partial \%P}{\partial w} = -\frac{Vc \cdot C_{HCl} \cdot f_N}{(w)^2} \cdot 100\% = -\frac{mL \cdot \frac{eq}{L} \cdot \left[ \frac{g}{eq} \cdot \frac{L}{mL} \right]}{(g)^2} 100\%$ $= \frac{\%}{g}$
Repetibilidad del analista ( $C_R$ )	$C_R = \frac{\partial \%P}{\partial R} = 1$
Sesgo ( $C_{sesgo}$ )	$C_R = \frac{\partial \%P}{\partial sesgo} = 1$

Sustituyendo las ecuaciones (Tabla 16) en la Ec. (37), queda expresado de la siguiente manera:

$$u_{\%P} = \sqrt{\left(\frac{C_{HCl} \cdot f_N}{w} \cdot 100\% \cdot u_{Vc}\right)^2 + \left(\frac{Vc \cdot f_N}{w} \cdot 100\% \cdot u_{CHCl}\right)^2 + \left(-\frac{Vc \cdot C_{HCl} \cdot f_N}{(w)^2} \cdot 100\% \cdot u_w\right)^2 + (1 \cdot u_R)^2 + (1 \cdot u_{sesgo})^2} \quad \text{Ec. (38)}$$

La expresión de las incertidumbres provenientes de cada fuente se desarrolla a continuación (Tabla 17):

**Tabla 17.** Expresión de la incertidumbre estándar de cada fuente de incertidumbre del método.

Fuente de incertidumbre	Expresión matemática.
Titulador ( $V_m$ )	$u_{Vc(20\text{ mL})} = \frac{U_{\text{certificado}}}{2} = \frac{0.014\text{ mL}}{2} = 0,007\text{ mL}$
Valoración del HCl 0.1 N ( $C_{HCl}$ )*	$u_{CHCl} = \text{Ver Ec. 12}$
Balanza analítica ( $w$ )	$u_w = \sqrt{(u_{cal})^2 + (u_{res})^2 + (u_{exc})^2} = \sqrt{(0,00014)^2 + (0,000058)^2 + (0,003)^2} = 3 \times 10^{-3} g$
Reproducibilidad del analista ( $R$ )	$u_R = \text{Desv. Std. resultados} = 0,036\%$
Sesgo	$u_{sesgo} = \frac{sesgo^2}{3} = 0,035$

\* **Nota:** como se mencionó anteriormente la concentración expresada en Normalidad del HCl viene dada por la valoración con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y se expresa un nuevo modelo matemático.

## INCERTIDUMBRE ASOCIADA A LA VALORACIÓN DEL HCl 0.1N

El siguiente modelo matemático ayuda a estimar la incertidumbre estándar combinada:

$$u_{C_{HCl}} = \sqrt{(u_{V_{HCl}})^2 + (u_{m_b})^2 + (u_{PE_b})^2 + (u_{P_b})^2} \quad \text{Ec. (39)}$$

Dónde:

$u_{V_{HCl}}$ : Incertidumbre asociada al volumen consumido de HCl en la titulación de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

$u_{m_b}$ : Incertidumbre asociada a la masa de carbonato de sodio anhidro ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).

$u_{PE_b}$ : Incertidumbre asociada a la masa equivalente del  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

$u_{P_b}$ : Incertidumbre asociada a la pureza del  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

La expresión de la incertidumbre estándar con sus respectivos coeficientes de sensibilidad (Tabla 18) se expresa para este caso como sigue:

$$u_{C_{HCl}} = \sqrt{\left(\frac{\partial C_{HCl}}{\partial V_{HCl}} * u_{V_{HCl}}\right)^2 + \left(\frac{\partial C_{HCl}}{\partial m_b} * u_{m_b}\right)^2 + \left(\frac{\partial C_{HCl}}{\partial PE_b} * u_{PE_b}\right)^2 + \left(\frac{\partial C_{HCl}}{\partial P_b} * u_{P_b}\right)^2} \quad \text{Ec. (40)}$$

**Tabla 18.** Coeficientes de sensibilidad asociados a la valoración del HCl 0,1 N, ecuación 40.

Fuente de Incertidumbre	Expresión matemática
Volumen gastado de HCl ( $C_{V_{HCl}}$ )	$C_{V_{HCl}} = \frac{\partial C_{HCl}}{\partial V_{HCl}} = -\frac{m_b}{PE_b \cdot V_{HCl}^2} = \frac{g}{\frac{g}{eq} \cdot mL^2} = \frac{eq}{mL^2}$
Masa de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ( $C_{m_b}$ )	$C_{m_b} = \frac{\partial C_{HCl}}{\partial m_b} = \frac{1}{PE_b \cdot V_{HCl}} = \frac{1}{\frac{g}{eq} \cdot mL} = \frac{eq}{g \cdot mL}$
Masa equivalente del $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ( $C_{PE_b}$ )	$C_{PE_b} = \frac{\partial C_{HCl}}{\partial PE_b} = -\frac{m_b}{PE_b^2 \cdot V_{HCl}} = -\frac{g}{\frac{g^2}{eq} \cdot mL} = -\frac{eq}{g \cdot mL}$
Pureza del $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . ( $C_{P_b}$ )	$C_{P_b} = \frac{\partial C_{HCl}}{\partial P_b} = 1$

Sustituyendo lo anterior en la Ec. (40), tenemos lo siguiente:

$$u_{CHCl} = \sqrt{\left(-\frac{m_b}{PE_b \cdot V_{HCl}} * u_{V_{HCl}}\right)^2 + \left(\frac{1}{PE_b \cdot V_{HCl}} * u_{m_b}\right)^2 + \left(-\frac{m_b}{PE_b^2 \cdot V_{HCl}} * u_{PE_b}\right)^2 + (1 * u_{P_b})^2} \quad \text{Ec. (41)}$$

La expresión de las incertidumbres provenientes de cada fuente se desarrolla a continuación (Tabla 19):

**Tabla 19.** Expresión de la incertidumbre estándar de cada fuente de incertidumbre en la valoración del HCl 0,1N.

Fuente de incertidumbre	Expresión matemática.
Volumen gastado de HCl ( $V_{HCl}$ )	$u_{V_{HCl} (20 mL)} = \frac{0,014}{2} = 0,007 mL$
Masa de $Na_2CO_3$ ( $m_b$ )	$u_{m_b} = \sqrt{(u_{cal})^2 + (u_{res})^2 + (u_{exc})^2} = \sqrt{(0,00014)^2 + (0,000058)^2 + (0,003)^2} = 3x10^{-3} g$
Pureza del $Na_2CO_3$ . ( $P_b$ )	En el certificado el valor de $\pm 0,5 \%$ , corresponde a una tolerancia sin más información, se asume una distribución rectangular, y la incertidumbre estándar se determina como: $u(x_i) = \frac{0,014}{\sqrt{3}} = 0.008 \text{ adimensional}$

La determinación de la incertidumbre del Peso equivalente del  $Na_2CO_3$  ( $PE_b$ ) se describe a continuación:

Las masas atómicas usadas poseen una incertidumbre reportada por la IUPAC. Como no se da información al respecto del tipo de distribución usada, se asume una rectangular para calcular la incertidumbre estándar, es decir, la incertidumbre reportada se divide por  $\sqrt{3}$  (Tabla 20).

**Tabla 20.** Incertidumbre estándar asociada al peso equivalente del  $Na_2CO_3$ .

Elemento	Átomos	Incertidumbre reportada U	Incertidumbre estándar $u=U/\sqrt{3}$	Incertidumbre total ( $u \cdot \text{Átomos}$ )
Na	2	0,000002	0.00000115	0.0000023
C	1	0,0008	0.00046	0.00092
O	3	0,0003	0.00017	0.00034

La incertidumbre estándar en el peso equivalente se obtiene dividiendo por 2 (al igual que el peso equivalente a partir de la masa molar):

$$u_{PE_b} = \sqrt{(u_{Na})^2 + (u_c)^2 + (u_o)^2} = \sqrt{(0,0000023)^2 + (0,00092)^2 + (0,00034)^2}$$

$$= 0,00098 \frac{g}{mol} \quad \text{Ec. (42)}$$

$$u_{PE_b} = \frac{0,00098 \text{ g/mol}}{2 \text{ eq/mol}} = 0,00049 \text{ g/eq} \quad \text{Ec. (43)}$$

Sustituyendo valores y el análisis dimensional tomando en cuenta las incertidumbres de cada fuente en la Ec. (41) se tiene lo siguiente:

$$(11)u_{HCl} = \sqrt{\left(-\frac{0,1008 \text{ g}}{36,5 \frac{\text{g}}{\text{eq}} \cdot 18,0680 \text{ mL}} * 0,007 \text{ mL}\right)^2 + \left(\frac{1}{36,5 \frac{\text{g}}{\text{eq}} \cdot 18,0680 \text{ mL}} * 0,003 \text{ g}\right)^2 + \left(-\frac{0,1008 \text{ g}}{(36,5 \frac{\text{g}}{\text{eq}})^2 \cdot 18,0680 \text{ mL}} * 0,00049 \frac{\text{g}}{\text{eq}}\right)^2 + (1 * 0,008)^2}$$

$$u_{HCl} = \sqrt{\left(-1,06 \times 10^{-6} \frac{\text{eq}}{\text{mL}}\right)^2 + \left(4,55 \times 10^{-6} \frac{\text{eq}}{\text{mL}}\right)^2 + \left(-2,05 \times 10^{-8} \frac{\text{eq}}{\text{mL}}\right)^2 + (0,008)^2} \quad \text{Ec. (44)}$$

$$u_{HCl} = \pm 0,008 \frac{\text{eq}}{\text{mL}} = \pm 8,0 \frac{\text{eq}}{\text{L}}$$

Con todo lo anterior, sustituyamos en la ecuación (38) tomando en cuenta las unidades descritas en la Tabla 18 y Tabla 19 quedando lo siguiente:

$$u_{\%P} = \sqrt{\left(\frac{0,1053 * 0,014 * 100\%}{0,5017} * 0,007 \text{ mL}\right)^2 + \left(\frac{0,0184 * 0,014 * 100\%}{0,5017} * 8,0 \frac{\text{eq}}{\text{L}}\right)^2 + \left(-\frac{18,4049 * 0,1053 * 0,014 * 100\%}{(0,5017)^2} * 0,003 \text{ g}\right)^2 + \dots + (1 * 0,036 \%)^2 + (1 * 0,035)^2}$$

$$u_{\%P} = \sqrt{\left(0,29 \frac{\%}{\text{mL}} \cdot 0,007 \text{ mL}\right)^2 + \left(0,051 \% \frac{\text{L}}{\text{eq}} * 8,0 \frac{\text{eq}}{\text{L}}\right)^2 + \left(-10,78 \frac{\%}{\text{g}} * 0,003 \text{ g}\right)^2 + (0,036\%)^2 + (0,035)^2} \quad \text{Ec. (45)}$$

$$u_{\%P} = \sqrt{(0,002\%)^2 + (0,41\%)^2 + (-0,032\%)^2 + (0,036\%)^2 + (0,035)^2}$$

$$u_{\%P} = \pm 0,41\%$$

**PASO 5.**

Cálculo de la incertidumbre estándar expandida:

Por último, el cálculo de la incertidumbre expandida se calcula multiplicando la incertidumbre estándar combinada por un factor de cobertura  $k$ .

$$U = k * u_c(y) \quad \text{Ec. (46)}$$

La incertidumbre expandida se calcula empleando un factor de cobertura de 2, el cual proporciona un nivel de confianza del 95% aproximadamente.

$$U_{\%Proteina} = 2 * \pm 0,41 \% = \pm 0,82 \% \quad \text{Ec. (47)}$$

## 4. Resultados y discusión

Como sabemos la información necesaria para estimar un resultado de medida depende del uso que se le pretenda dar. Se debe tener en cuenta que los detalles de una medida, incluido el modo en que se determinó la incertidumbre, dependen de referencias de documentación publicada, por lo que es importante que dicha documentación esté actualizada y sea consistente con los métodos vigentes.

No se puede definir a una incertidumbre como un valor *grande* o *pequeño*, dado que la incertidumbre del resultado de una medición refleja la falta de conocimiento para determinar el valor exacto del mensurando debido a la presencia de incertidumbre generada por errores aleatorios y de correcciones imperfectas de los resultados por efectos sistemáticos.

Lo que sí se puede hacer al conocer e interpretar un valor de incertidumbre, es identificar las contribuciones de mayor impacto en un proceso analítico y actuar sobre ellas para disminuir dicha contribución. Por ejemplo, en el caso de la proteína en alimentos de no haber tomado en cuenta el uso de un MRC, no se hubiera determinado la incertidumbre asociada al sesgo, se habría subestimado la incertidumbre lo cual hubiera impactado de forma significativa en la expresión del resultado.

La evaluación de incertidumbres no es una tarea de rutina ni puramente matemática; depende del conocimiento detallado de la naturaleza del mensurando y de las mediciones. Por lo tanto, la calidad y la utilidad de la incertidumbre indicada en los resultados de una medición dependen, en última instancia, del entendimiento, análisis crítico e integridad de aquellos que contribuyen a la asignación de ese valor (*Entidad Mexicana de Acreditación, 2011*).

## 5. Conclusiones.

La validación de los métodos analíticos utilizados en las actividades de rutina, desempeñan un papel determinante pues de ellos depende la comprobación confiable y reproducible de los índices de calidad de los servicios analíticos, ofertados por el laboratorio, lo cual contribuye notablemente al aseguramiento de la calidad, seguridad y eficiencia de los mismos. La validación de un método de ensayo establece, mediante estudios sistemáticos de laboratorio, que las características técnicas de dicho método cumplen las especificaciones relativas al uso previsto de los resultados analíticos.

Por otro lado, la Causa Raíz que llevó al cierre de la no conformidad fue:

“Falta de conocimiento de la forma en la que se estima la incertidumbre. No se realizó una interpretación adecuada de la estimación de la incertidumbre como se señala en la NMX-CH-140-IMNC-2002, ya que únicamente se interpretaban los lineamientos del documento MPA-CA-005 de la *ema*. Dicho documento no establece un procedimiento para estimar la incertidumbre, sólo dan una serie de criterios por lo que se debe recurrir a la fuente principal (NMX-CH-140-IMNC-2002), por lo que la identificación de las fuentes de incertidumbre fue parcial, el establecimiento del modelo matemático y la estimación de la incertidumbre en función de los coeficientes de sensibilidad no se realizó”.

Esto obligó al laboratorio a plantearse si la interpretación de la norma NMX-CH-140-IMNC-2002 era la adecuada, algo que hasta ese momento no se tenía contemplado, por lo cual, parte de las acciones fueron capacitar al personal del laboratorio sobre los lineamientos de la norma NMX-CH-140-IMNC-2002 *Guía para la expresión de incertidumbre en las mediciones* y su correcta aplicación en los resultados emitidos por el laboratorio.

El personal técnico se capacitó de forma adecuada al tomar una asesoría externa con expertos en el tema de incertidumbre y de Sistemas de Gestión de Calidad, de tal manera que permitió no solo cerrar la no conformidad, si no, que se implementaron acciones correctivas con las que se busca que este tipo de



situaciones no vuelvan a ocurrir, con el objetivo de generar conocimiento sólido en el tema y la forma en que ese conocimiento permanezca en la empresa.

Cabe mencionar que no hay un criterio de aceptación para un parámetro como la incertidumbre expandida que esté documentado en guías de ema y/o COFEPRIS para laboratorios de ensayo, las cuales se enfocan únicamente en dar cumplimiento al punto 7.6 de la NMX-EC-17025-IMNC-2018. Aunque, de acuerdo a los criterios para estimar la incertidumbre de la medición, menciona que para métodos fisicoquímicos cuantitativos validados se consideran según corresponda el método, tres fuentes generales de incertidumbre: disolución de referencia, sesgo y variabilidad total del método (CCAYAC, 2006).

Los datos utilizados para la estimación de la incertidumbre de cada método (humedad, grasa y proteína en alimentos), corresponden a la validación de los mismos, para establecer un criterio de aceptación para dichas incertidumbres podríamos establecer el resultado de dichos cálculos como nuestra incertidumbre objetivo, ya que los métodos no establecen una tolerancia de acuerdo a su normatividad aplicable.

Por otro lado, como parte de la mejora continua, el laboratorio deberá evaluar los cambios que se avecinan dada la aprobación de la Ley de Infraestructura de la calidad que abroga la Ley Federal sobre Metrología y Normalización (LIC, 2020), la cual estuvo vigente desde hace 28 años, se expiden nuevas disposiciones que reformulan el sistema de normalización, estandarización, evaluación de la conformidad y metrología que subsiste en México.

Realizar el desglose de la no conformidad nos permitió conocer mejor el principio del método y el procedimiento con lo cual, ahora se puede estimar la incertidumbre adecuadamente. La capacitación constante en estos temas tomará especial relevancia para la organización y desempeño técnico de la empresa a futuro.

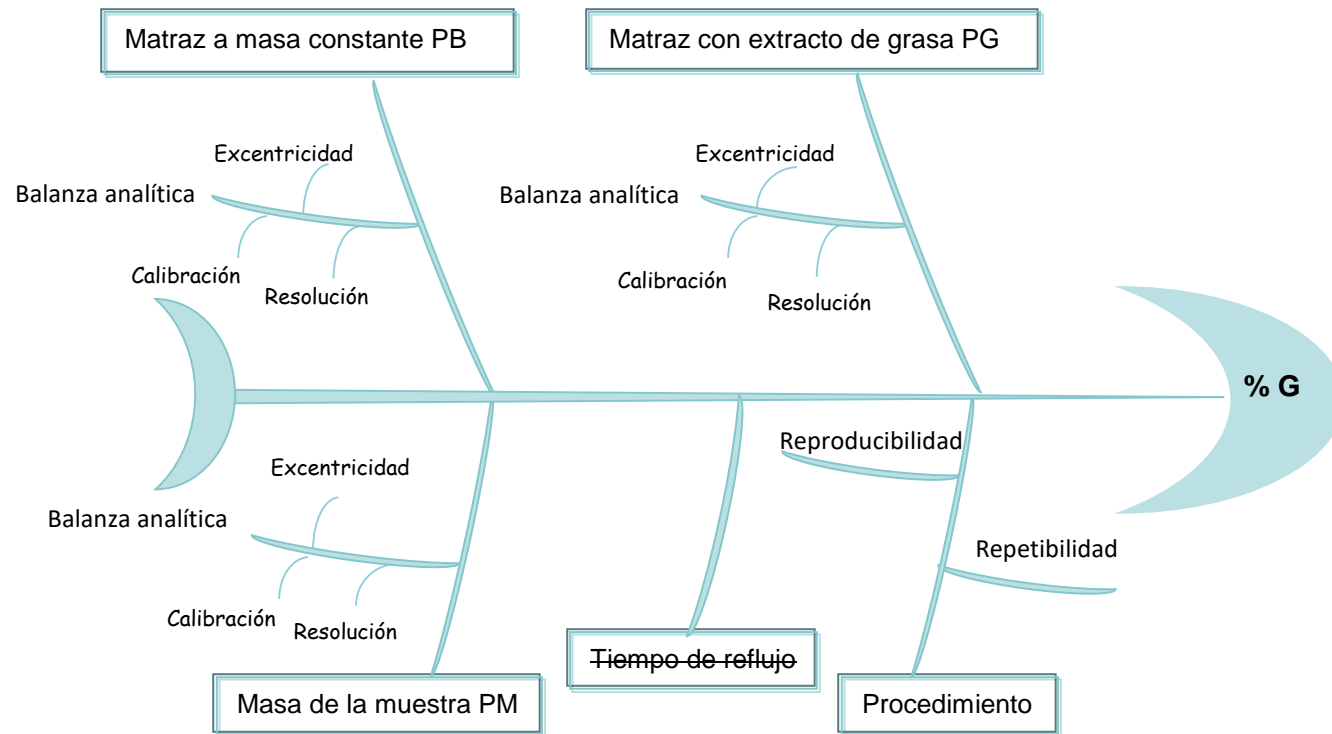
## 6. Referencias.

- CCAYAC - Comisión de control analítico y ampliación de cobertura (2006). *CCAYAC-P-013/5 Criterios para estimar la incertidumbre de la medición*, COFEPRIS.
- Congreso de la Unión. (2012). Ley Federal Sobre Metrología Y Normalización Capítulo Único, 1–49.
- Ellison, S. L. R., & Williams, A. (2012). *Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas, Guía CG 4 EURACHEM / CITAC*. Eurachem/Citac (Vol. 3rd Edición).
- Entidad Mexicana de Acreditación. (2011). *MP-CA005 Manual de procedimientos: Incertidumbre de mediciones*. México.
- Entidad Mexicana de Acreditación (2018). MP-FE007-09 Criterios para clasificar no conformidades en el área de laboratorios. México.
- European Association of National Metrology Institutes (EURAMET). (2008). *Metrología Abreviada*. España.
- ISO/IEC. (2015). *Norma Internacional ISO/IEC 17025*. Suiza.
- ISO. (2015). *Norma Internacional ISO 9000*. Suiza. Retrieved from [www.iso.org](http://www.iso.org)
- Joint Committee For Guides In Metrology. (2008). *Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement*. International Organization for Standardization Geneva ISBN (Vol. 50). <https://doi.org/10.1373/clinchem.2003.030528>
- Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM). (2008). *JCGM 200: 2008 Vocabulario Internacional de Metrología – Conceptos términos asociados ( VIM )*.
- LIC- Ley de Infraestructura de la Calidad. Diario Oficial de la Federación, publicada el 01 de julio del 2020, Ciudad de México 2020
- Miller, J., & Miller, J. (2002). *Estadística y Quimiometría para Química Analítica*. *Estadística y Quimiometría para Química Analítica* (Cuarta edición). España: Prentice Hall.
- Miranda, J. (2000). *Evaluación de la Incertidumbre en Datos Experimentales*. Ciudad de México.

- NMX-CH-140-IMNC-2002 Guía para la expresión de Incertidumbre en las mediciones.
- Ovalles Acosta, J. del C., Gisbert Soler, V., & Pérez Molina, A. I. (2017). Herramientas Para El Análisis De Causa Raiz (Acr). *3C Empresa : Investigación y Pensamiento Crítico*, 6(5), 1–9. <https://doi.org/10.17993/3cemp.2017.especial.1-9>.
- Ronal E. Walpole, Raymond H. Myers, S. L. M. & K. Y. (2012). *Probabilidad y estadística para ingeniería y ciencias*. *Вестник Казнму* (Novena edi, Vol. №3). México: Pearson Educación.
- Sáez Ruiz, S. J., & Font Avila, L. (2001). *Incertidumbre de la Medición: Teoría y Práctica*. L&S Consultores CA. Venezuela. Retrieved from <http://www.lysconsultores.com/descargar/imtp.pdf>
- Schmid, W. A., & Lazos Martínez, R. J. (2000). *Guía para estimar la incertidumbre de la medición*. México.

## 7. Anexo I

**Análisis causa-efecto para identificar las fuentes de incertidumbre para la determinación del % de grasa en alimentos.**

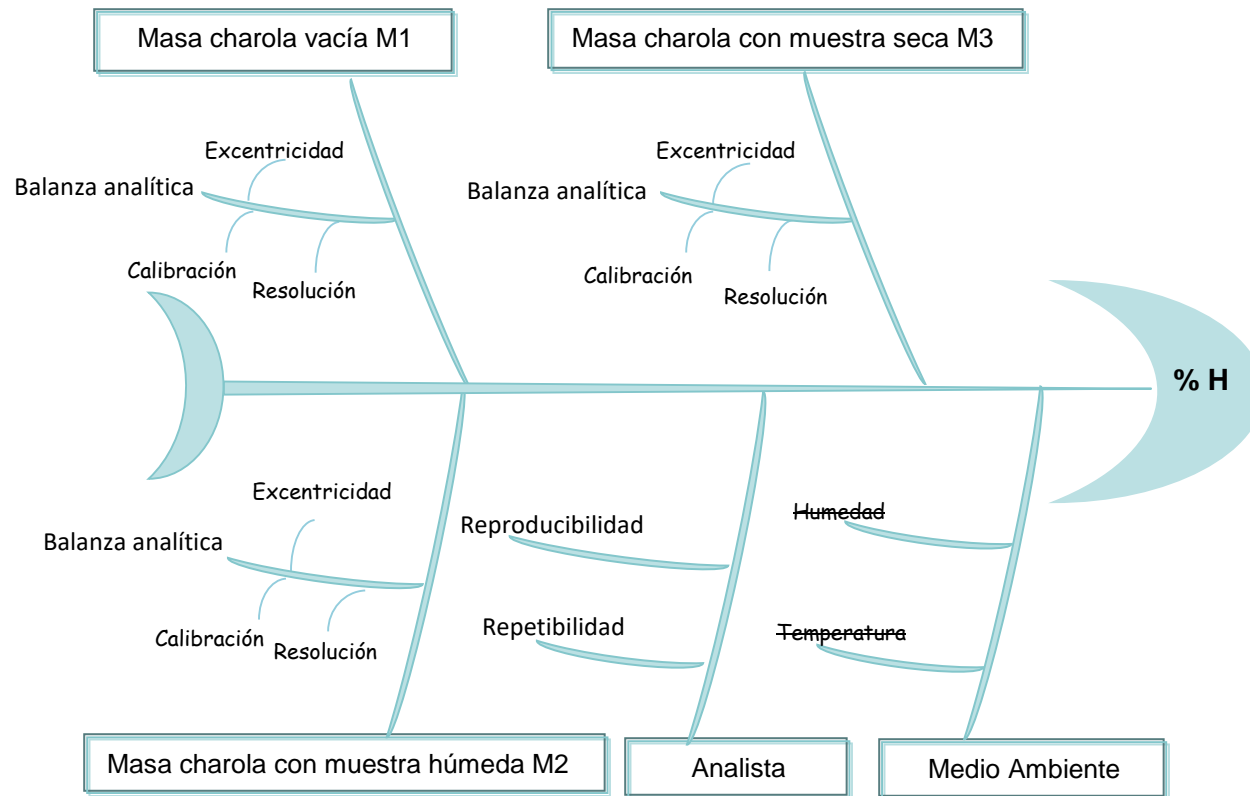


**Notas:**

- I) El tiempo de reflujo no se toma en cuenta en el modelo matemático debido a que está controlado en el laboratorio y el proceso se lleva a cabo bajo un procedimiento normalizado.
- II) Se toma en cuenta la desviación estándar de las réplicas (repetibilidad) realizadas por el analista para determinar el mensurando, el análisis de la varianza de las réplicas entre analistas (reproducibilidad) no es del alcance de este trabajo.

## 8. Anexo II

**Análisis causa-efecto para identificar las fuentes de incertidumbre para la determinación del % de humedad en alimentos.**



**Notas:**

- I) Se toma en cuenta la desviación estándar de las réplicas (repetibilidad) realizadas por el analista para determinar el mensurando, el análisis de la varianza de las réplicas entre analistas (reproducibilidad) no es del alcance de este trabajo.
- II) La temperatura y la humedad no se toman en cuenta en el modelo matemático debido a que están controladas en el laboratorio y el proceso se lleva a cabo bajo un procedimiento normalizado

## 9. Anexo III

## Certificado de calibración: Balanza analítica

**INSCO**

de México S.A. de C.V.


  
LABORATORIO DE CALIBRACIÓN
   
ACREDITADO M-24

Hoja 1 de 3

**Laboratorio de Metrología****Certificado de Calibración**

Calibration Certificate

CCN0497.M/2019

**Nombre del cliente:**

Customer name

EBYSOS, S. A. DE C. V.

**Dirección:**

Address

Calz. del Hueso No. 840 Int. 3 (3er Piso)  
Col. Hacienda de Coyoacán  
04970 CDMX**Descripción del instrumento:**

Description of the instrument

Balanza electrónica, marca AND, número de serie 12331863,  
alcance máximo de 210 g, división mínima de 0,1 mg e identificada  
con el código EEDV001.**Fecha de recepción:**

Reception date

2019-05-07

**Orden de servicio:**

Order of service

B697

**Fecha de calibración:**

Calibration date

2019-05-06

**Fecha de emisión:**

Issue date

2019-05-07

**Condiciones ambientales:**Environmental conditions of  
measurement

Temperatura		Humedad		Presión	
	23,9 °C		36 %		779,0 hPa
±	0,1 °C	±	3 %	±	0,4 hPa

**Patrones de medida:**

Measurement standards

Se indican en la hoja 3

**Resultados de la calibración:**

Calibration Results

Se indican en las hojas 2 y 3.

**Incertidumbre de medida:**

Measurement uncertainty

Se indican en la hoja 3.

**Procedimiento utilizado:**

Applied measurement procedure

PT.M.12.04

Calibración de instrumentos para pesar de  
funcionamiento no automático**Calibrado por:**

Calibrated by

**Aprobado por:**

Approved by


  
**Téc. Francisco Torres Cabrera**  
Metrólogo


  
**Ing. Gabriela Martínez Lugo**  
Jefe de Laboratorio

Escape 3-A Local 2, Col. Industrial Alce Blanco,  
C.P. 53370, Naucalpan de Juárez, Estado de México  
Tels.: 5359-0088, 5359-4206, 5359-4719, Fax: 5358-3913  
www.inscomex.com oficina@inscomexico.com

FA.G.12.01.05

**INSCO**

de México S.A. de C.V.

**ema**  
LABORATORIO DE CALIBRACIÓN  
ACREDITADO M-24

Hoja 2 de 3

**Resultados de la calibración**  
Calibration results

CCN0497.M/2019

**Datos generales**

**Máx:** (Alcance Máximo) 210 g  
**d:** (División mínima) 0,000 1 g

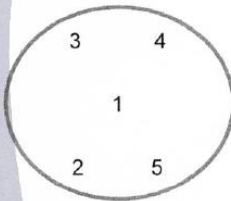
**Características metrológicas**

**Prueba de excentricidad**

Carga de prueba 100 g

Error de carga excentrica

Posición	1	2	3	4	5	$ \Delta_{ecc} _{max}$
	0,000 0	0,000 1	0,000 1	0,000 1	0,000 1	0,000 1



**Prueba de repetibilidad**

Carga de prueba	Repetibilidad
100 g	0,000 0 g
200 g	0,000 0 g

Escape 3-A Local 2, Col. Industrial Alice Blanco,  
C.P. 53370, Naucalpan de Juárez, Estado de México  
Tels.: 5359-0088, 5359-4206, 5359-4719, Fax: 5358-3913  
www.inscomex.com oficina@inscomexico.com

FA.G.12.01.05

*[Handwritten signature]*





de México S.A. de C.V.



Hoja 3 de 3

**Resultados de la calibración**  
Calibration results

CCN0497.M/2019

**Prueba para los errores de las indicaciones**

Carga de prueba	Indicación del instrumento	Error de indicación	Incertidumbre de medida
0,00 g	0,0 g	0,000 000 g	0,000 058 g
0,01 g	0,0 g	0,000 00 g	0,000 13 g
0,05 g	0,1 g	0,000 00 g	0,000 13 g
0,1 g	0,1 g	-0,000 01 g	0,000 13 g
0,5 g	0,5 g	0,000 00 g	0,000 13 g
1 g	1,0 g	-0,000 08 g	0,000 14 g
5 g	5,0 g	-0,000 01 g	0,000 13 g
10 g	10,0 g	0,000 00 g	0,000 13 g
50 g	50,0 g	0,000 03 g	0,000 14 g
100 g	100,0 g	-0,000 09 g	0,000 17 g
200 g	200,0 g	0,000 09 g	0,000 25 g
210 g	210,0 g	0,000 09 g	0,000 26 g

**Incertidumbre de medida:** Es la incertidumbre expandida y se obtuvo multiplicando la incertidumbre estándar combinada por un factor de cobertura de  $k=2$  y esta calculada en base a la norma NMX-CH-140-IMNC-2002 "Guía para la expresión de la incertidumbre en las mediciones"

**Trazabilidad:** Los patrones de referencia de INSCO de México, S. A. de C. V. , son calibrados por el Centro Nacional de Metrología, por lo cual los resultados indicados en este certificado son trazables al Patrón Nacional de masa, (Pt-Ir No. 21), mantenido en dicha institución.

**Patrones de medida:** Juego de pesas, clase 1, con certificado de calibración CCN0066.M/2019 e identificado como IMX.M.96.006, expedido por INSCO de México, S. A. de C. V. Vigente hasta: 2020-06-30.

**Referencias:** NOM-008-SCFI-2002 Sistema general de unidades de medida.  
Guía Técnica de trazabilidad e Incertidumbre en la Magnitud de Masa (Calibración de Instrumentos para Pesar de Funcionamiento No Automático) - Abril 2008 -

**Notas:** Las mediciones se realizaron en instalaciones del cliente.  
El error de indicación e incertidumbre de medida son resultados calculados a partir de las correcciones de indicación y de las correcciones de la masa de referencia; expresados a dos cifras significativas de acuerdo con la política de incertidumbre de la ema, a. c.  
Las cargas de prueba aplicadas, fueron las solicitadas por el usuario.  
El instrumento se ajustó con pesa propiedad de INSCO de México, S. A. de C. V.  
La indicación del instrumento antes del ajuste para una carga de 200 g fue de 200,0007 g.

Es responsabilidad del usuario revisar y verificar el certificado, si antes de 5 días no existen comentarios de su parte, se entenderá que los datos son correctos.  
El presente documento ampara únicamente las mediciones realizadas al momento y bajo las condiciones mencionadas.  
Este certificado no cubre ninguna característica del instrumento diferente de las descritas.  
Es responsabilidad del usuario el calibrar el instrumento en periodos de tiempo apropiados, de acuerdo a su programa interno de calibración.  
Se prohíbe la reproducción parcial de este documento ya que puede dar lugar a interpretaciones equivocadas de los resultados.

*[Handwritten signature]*

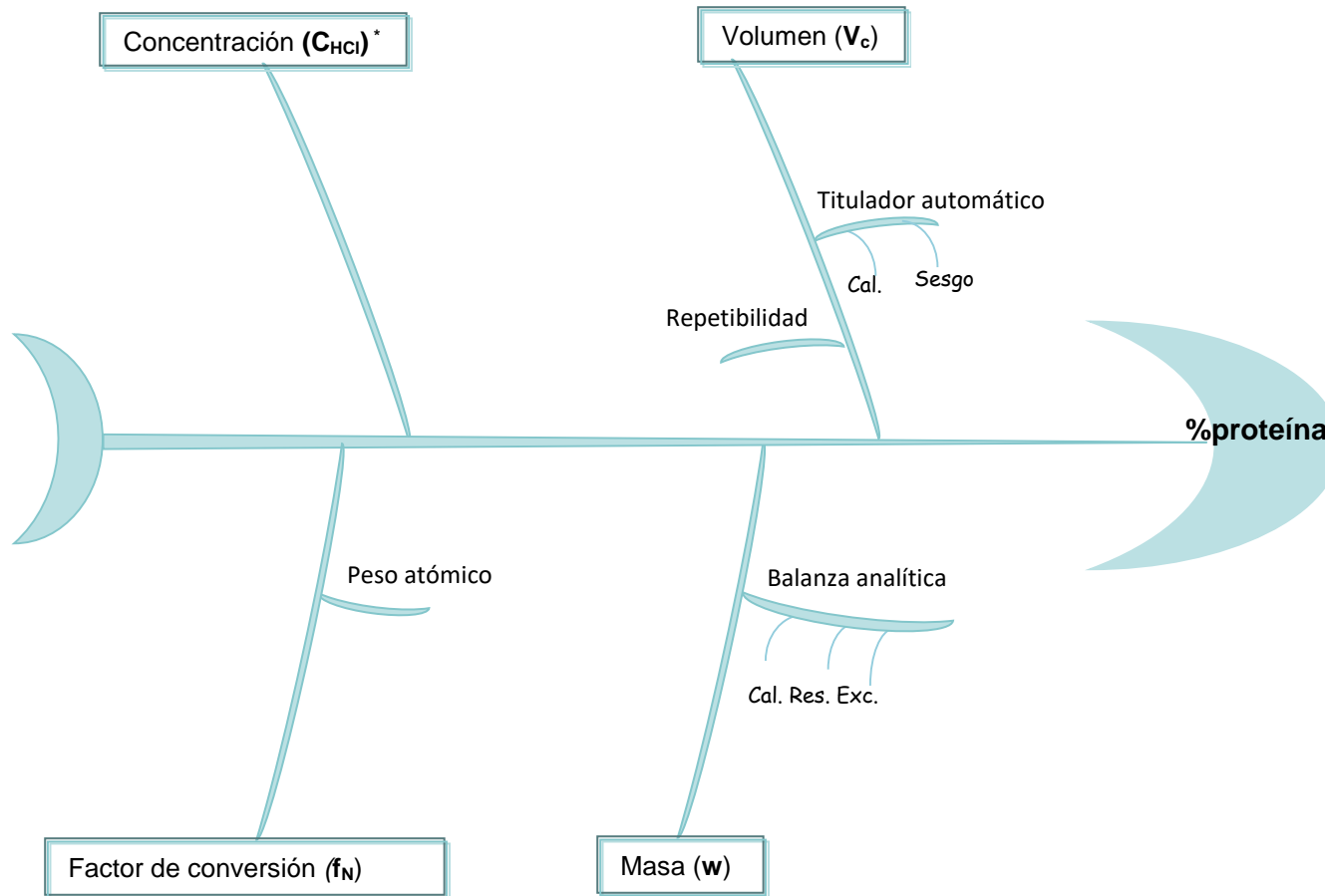
Escape 3-A Local 2, Col. Industrial Alce Blanco,  
C.P. 53370, Naucalpan de Juárez, Estado de México  
Tels.: 5359-0088, 5359-4206, 5359-4719, Fax: 5358-3913  
www.inscomex.com oficina@inscomexico.com

FA.G.12.01.05



### 10. Anexo IV

**Análisis causa-efecto para identificar las fuentes de incertidumbre para la determinación del % de proteína en alimentos.**

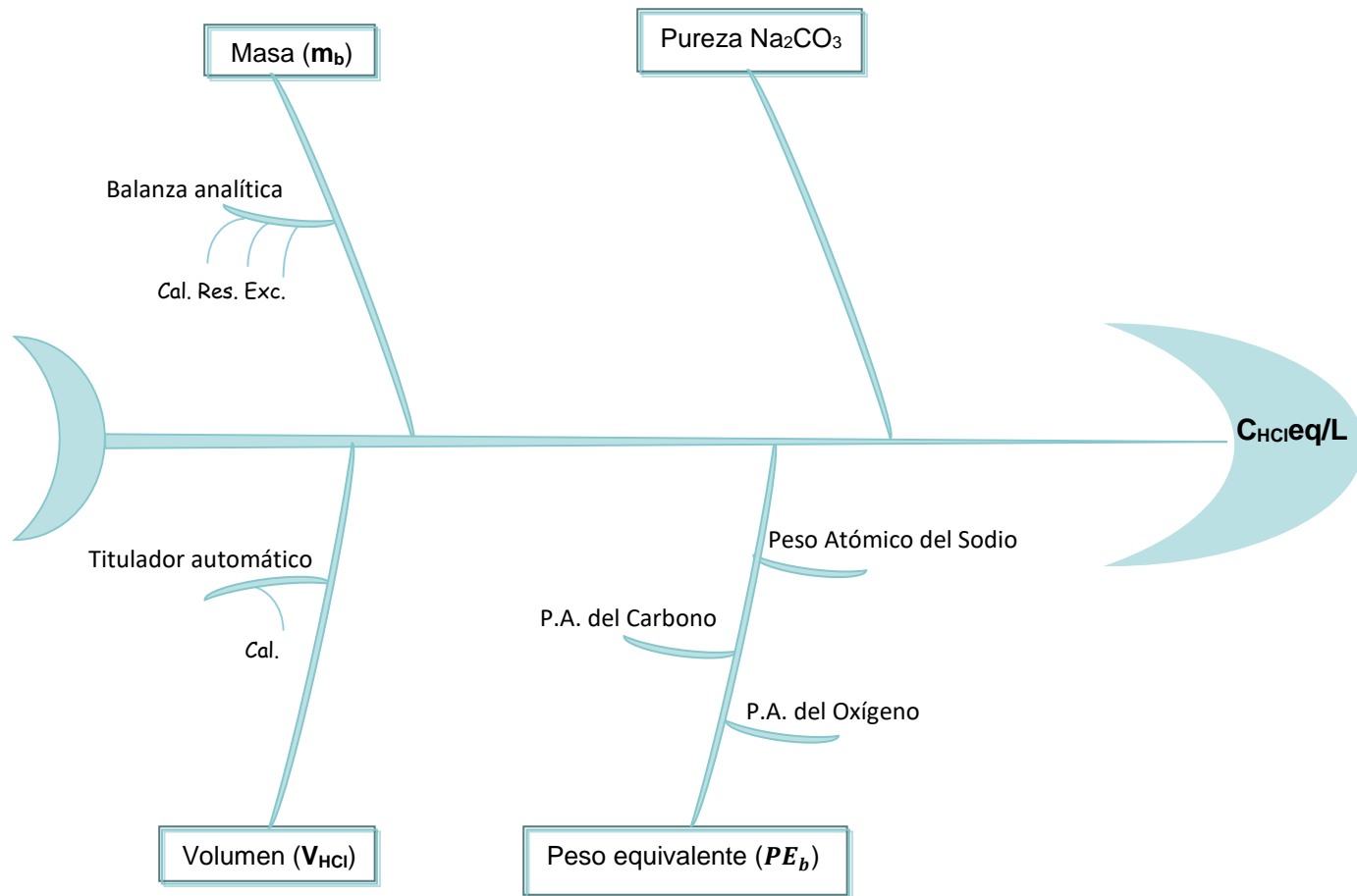


\*Análisis causa y efecto de la concentración del titulante (HCl), ver Anexo V.

## 11. Anexo V

### Análisis causa-efecto: Concentración HCl.

De acuerdo al modelo matemático siguiente, las fuentes de incertidumbre para la determinación de la concentración de la solución titulante de HCl ( $C_{HCl}$ ), obtenida por medio de la estandarización con una base patrón primario ( $Na_2CO_3$ ) se presentan en el siguiente diagrama causa-efecto:



**12. Anexo VI****Material de Referencia Certificado (MRC): Proteína en alimentos**

CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA

*Certificado*  
*Material de Referencia*

Certificado número: CNM-MR-630-0019/2018 Número de unidad: 151

**LECHE DESCREMADA EN POLVO**  
**DMR-82c**

Mensurando	Fración de masa g/100 g	±	Incertidumbre (U) g/100 g
Proteína	34.54		0.99
Grasa total	0.717		0.027
Cenizas	7.874		0.031
Mensurando	Fración de masa mg/kg	±	Incertidumbre (U) mg/kg
Calcio	12 092		287
Sodio	4 282		190
Potasio	17 391		484
Magnesio	1 159		30
Hierro	199		9
Zinc	210		4

La incertidumbre declarada en todos los mensurandos corresponde a la incertidumbre expandida, con un factor de cobertura  $k=2$  que define un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %.

Emitido por: Laura Regalado Contreras  
Aprobado por: Guadalupe Judith Sáinz Uribe

Firma Electrónica  
N0436-128-21-376492  
N0023-99-21-377745

Fecha de emisión: 2018-01-25

Certificado número: CNM-MR-630-0019/2018  
 Unidad: 151

**Valores de información.**

Mensurando	Fracción de masa g/100 g	±	Incertidumbre (U) g/100 g
Lactosa	50.80		1.20

Mensurando	Fracción de masa µg/g	±	Incertidumbre (U) µg/g
Vitamina E (α-tocoferol)	0.065		0.005
Vitamina B1 (Tiamina)	2.24		0.27

Mensurando	Fracción de masa mg/kg	±	Incertidumbre (U) mg/kg
Manganeso	0.705		0.017
Fósforo	10 094		479

**Fuente del material de referencia.**

Para la preparación de este material se partió de leche descremada en polvo, la cual fue adicionada con vitaminas, minerales y envasada en bolsa de polipropileno-aluminio con 130 g de material.

**Preparador del material.**

Este material fue producido por Liconsa S.A de C.V., planta Querétaro.

**Descripción del material de referencia.**

La unidad del DMR-82c consiste de una bolsa de polipropileno-aluminio con 130 g de leche descremada en polvo.

**Propósito de uso.**

Este material de referencia puede ser utilizado en el control de calidad y validación de métodos analíticos para la medición de proteína, grasa, cenizas, lactosa, calcio, sodio,

Certificado número: CNM-MR-630-0019/2018  
Unidad: 151

potasio, magnesio, vitamina E ( $\alpha$ -tocoferol), vitamina B1 (tiamina), manganeso, fósforo, hierro y zinc.

**Advertencia:** Este material, no es apto para el consumo humano.

#### **Fecha de certificación.**

28 de febrero de 2017.

#### **Periodo de vigencia.**

Los valores certificados para la fracción masa de proteína, grasa, cenizas, lactosa, sodio, potasio, magnesio y calcio así como los valores de información de vitamina E ( $\alpha$ -tocoferol), vitamina B1 (tiamina), manganeso, fósforo, hierro y zinc son válidos de la fecha de certificación hasta el 28 de febrero de 2020, siempre y cuando el material se encuentre en su empaque original perfectamente cerrado y sea manejado de acuerdo a las condiciones de almacenamiento especificadas.

Esta certificación se invalida si el DMR-82c es dañado, contaminado o alterado.

El CENAM notificará al usuario del material de referencia si se observan cambios en el (los) valor(es) declarado (s) durante la evaluación periódica del mismo.

#### **Disponibilidad de alguna otra forma del material de referencia.**

DMR-486b "Leche semidescremada en polvo" en presentación de bolsa con un contenido de 130 g.

#### **Estabilidad, manejo y almacenamiento.**

La estabilidad de este material de referencia para los compuestos indicados en este certificado se garantiza, siempre y cuando el mismo se mantenga perfectamente cerrado y en condiciones de almacenaje adecuado.

El DMR-82c deberá almacenarse en condiciones normales de laboratorio a temperatura de  $(20 \pm 5)$  °C, no debe ser expuesto a la luz directa o radiación ultravioleta.

Una vez abierto el material, podrá ser empleado en un tiempo no mayor de 6 meses para la medición de proteína, grasa, lactosa, calcio, sodio, potasio, magnesio, manganeso, fósforo, hierro y zinc; para el caso de vitamina E ( $\alpha$ -tocoferol) y vitamina B1 (tiamina) las mediciones se deben realizar en un periodo no mayor a 6 días, siempre y cuando se almacene bajo atmósfera inerte y dentro de un desecador a una temperatura controlada de 20 °C.

Certificado número: CNM-MR-630-0019/2018  
Unidad: 151

Los valores certificados no serán aplicables si el material no ha sido manejado en las condiciones indicadas.

#### **Instrucciones para el uso correcto del material de referencia.**

El material antes de su uso, debe homogeneizarse girando e invirtiendo el sobre durante al menos 5 minutos.

Una vez abierto el empaque deberá usarse inmediatamente para medir cenizas, para realizar mediciones posteriores es necesario cerrar el sobre perfectamente y colocarlo en un desecador, o bien, en atmósfera inerte (nitrógeno ó argón).

Este material es aplicable en las siguientes normas: NOM-086-SSA1-1994 Alimentos y bebidas no alcohólicas con modificaciones en su composición. Especificaciones nutrimentales, NOM-155-SCFI-2012 Leche-denominaciones, especificaciones fisicoquímicas, información comercial y métodos de prueba, NMX-F-607-NORMEX-2002 Alimentos-determinación de cenizas en alimentos-método de prueba, NMX-F-608-NORMEX-2011 Alimentos- Determinación de proteínas en alimentos-método de ensayo (prueba), NOM-243-SSA1-2010, Productos y servicios. Leche, fórmula láctea, producto lácteo combinado y derivados lácteos. Disposiciones y especificaciones sanitarias, NOM-184-SSA1-2002, Productos y servicios. Leche, fórmula láctea y producto lácteo combinado, especificaciones sanitarias y la NOM-117-SSA1-1994 Bienes y servicios. Método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, hierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrometría de absorción atómica.

#### **Método de preparación.**

El proceso de preparación en su totalidad fue realizado por Liconsa, S.A. de C.V. en la planta de Querétaro.

#### **Homogeneidad del material.**

La evaluación de la homogeneidad del material para los mensurandos de proteína, grasa, cenizas, y lactosa se llevó a cabo con los resultados obtenidos de la medición de 10 muestras por triplicado, mientras que para los mensurandos vitamina E ( $\alpha$ -tocoferol), vitamina B1 (tiamina), calcio, sodio, potasio, magnesio, manganeso, fósforo, hierro y zinc la evaluación de la homogeneidad se llevó a cabo con los resultados obtenidos de la medición de 6 muestras por triplicado seleccionadas de manera aleatoria, empleando el método estadístico de análisis de varianza, no encontrando diferencias significativas entre muestras, ni dentro de las mismas.



Certificado número: CNM-MR-630-0019/2018  
Unidad: 151

#### **Técnicas de medición utilizadas para la certificación.**

Para las mediciones de proteína, grasa, cenizas y lactosa se seleccionaron aleatoriamente 10 bolsas y se midieron durante un periodo de 10 días. Los métodos empleados para la medición de dichos mensurandos fueron: Kjeldahl para proteína, Roese-Gottlieb gravimétrico para grasa, gravimétrico a una temperatura de 550 °C para cenizas, cromatografía de líquidos de alta resolución con detector de índice de refracción para lactosa.

Para las mediciones de vitamina E ( $\alpha$ -tocoferol), vitamina B1 (tiamina) y calcio, sodio, potasio, magnesio, manganeso, fósforo, hierro y zinc se seleccionaron aleatoriamente 6 muestras, las cuales se midieron en días independientes empleando cromatografía de líquidos de alta resolución con detector de fluorescencia para vitamina E ( $\alpha$ -tocoferol), en el caso de vitamina B1 (tiamina) se empleó cromatografía de líquidos de alta resolución con detector de masas, para calcio se empleó espectrometría de masas con fuente de plasma acoplado inductivamente por el método primario de dilución isotópica; para sodio, potasio, magnesio, manganeso, fósforo, hierro y zinc se empleó un espectrómetro de emisión óptica y para asignar el valor de referencia certificado para sodio, potasio y magnesio se empleó cromatografía de líquidos de alta resolución (CLAR) con detector de conductividad.

#### **Declaración de trazabilidad.**

El valor certificado para proteína es trazable a las unidades del Sistema Internacional (SI) utilizando para la valoración del HCl el material de referencia certificado SMR-351a sodium carbonate del National Institute of Standards and Technology (NIST).

Los resultados de los métodos gravimétricos son trazables al SI a través del patrón nacional de masa prototipo No. 21.

Los resultados de fracción de masa de calcio, sodio, magnesio, manganeso, fósforo, hierro y zinc son trazables al SI a través de los SRM-3109a Disolución espectrométrica de calcio, SRM-3152a disolución espectrométrica de sodio, SRM-3131a Disolución espectrométrica de magnesio, SRM-3132 Disolución espectrométrica de manganeso, SRM-3139a Disolución espectrométrica de fósforo, SRM-3126a Disolución espectrométrica de hierro y SRM-3168a Disolución espectrométrica de zinc, respectivamente. Se emplearon diversos materiales de referencia certificados como control; para la medición de lactosa se utilizó el SRM-1549 Non-fat milk powder.

Para la medición de vitamina E y calcio, se utilizó como control el SRM 1849 Infant/Adult formula y para las mediciones de sodio, potasio, magnesio, manganeso, fósforo, hierro, zinc y vitamina B1 se utilizó el SRM 1549a Whole milk powder.