



VALIDACIÓN DEL ESTUDIO DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD COMO PARTE DEL CONTROL METROLÓGICO EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE UNA EMPRESA AGROINDUSTRIAL

Giancarlo Calicchio Galavis, Edwin Moreno

UCLA. Decanato de Agronomía. Programa de Ingeniería Agroindustrial, Barquisimeto.
Venezuela. giancaliga@gmail.com, emoreno@ucla.edu.ve

RESUMEN

La presente investigación tiene como principal objetivo validar el estudio de repetibilidad y reproducibilidad en los ensayos del laboratorio de control de calidad de una empresa agroindustrial como parte de un control metrológico. El desarrollo de la investigación se dividió en varias etapas: etapa de diagnóstico donde se aplicaron técnicas de recolección de datos como la observación directa, las encuestas y, la recolección y análisis de datos históricos aplicando estadística descriptiva, etapa de evaluación de los métodos para estudio de repetibilidad y reproducibilidad donde se seleccionó el más adecuado, etapa de esquematización del control metrológico que permitió lograr la estandarización del estudio de repetibilidad y reproducibilidad como parte del control metrológico y la etapa de aplicación del estudio que permitió determinar la confiabilidad de los ensayos realizados en el laboratorio. Por último se concluyó que el laboratorio de control de calidad no cumple con todos los requisitos establecidos por la Norma Técnica ISO 17025-2005, los analistas del laboratorio de control de calidad no poseen el conocimiento adecuado en materia metrológica, mientras que el jefe sí, el estudio de repetibilidad y reproducibilidad puede aplicarse únicamente al análisis de humedad método rápido específicamente en las líneas PC1, PN5 y PL3, se seleccionó el método de promedios y rangos para el estudio r&R, se logró estandarizar el control metrológico y finalmente los resultados de los ensayos realizados en el laboratorio no son confiables. La presente investigación aporta información vital para establecer un control metrológico que involucre estudios de repetibilidad y reproducibilidad.

Palabras Claves: Repetibilidad, reproducibilidad, control metrológico



VALIDATION STUDY OF REPEATABILITY AND REPRODUCIBILITY AS PART OF THE METROLOGICAL CONTROL IN THE LABORATORY OF QUALITY CONTROL OF AN AGROINDUSTRIAL COMPANY

Giancarlo Calicchio Galavis, Edwin Moreno

UCLA. Dean of Agronomy. Program of Agroindustrial Engineering, Barquisimeto.
Venezuela. giancaliga@gmail.com, emoreno@ucla.edu.ve

("ABSTRACT")

This research has as main objective to validate the study of repeatability and reproducibility of laboratory testing for quality control of agroindustrial company as part of a metrological control. The development of the research was divided into several stages: diagnosis stage where data collection techniques were applied as direct observation , surveys , and the collection and analysis of historical data using descriptive statistics, step evaluation of methods to study repeatability and reproducibility which was selected the most appropriate, stage of outlining the metrological control that allowed to standardize the study of repeatability and reproducibility as part of metrological control and the implementation stage of the study that allowed us to determine the reliability of the tests performed laboratory . Finally it was concluded that the quality control laboratory does not meet all the requirements of the Technical Standard ISO 17025-2005 , analysts from laboratory quality control do not have adequate knowledge in metrology field , while the manager does , the study of repeatability and reproducibility can be applied only to the analysis of fast method moisture specifically on PC1, PN5 and PL3 lines , the method of averages and ranges for studying R & R was selected, it was possible to standardize the metrological control and eventually the results of the tests performed in the laboratory are not reliable. This research provides vital information to establish metrological control involving studies of repeatability and reproducibility.

Keywords: repeatability, reproducibility, metrological control



INTRODUCCIÓN

La calidad de un proceso, está determinada por varios elementos como, mano de obra, materia prima, materiales, máquinas o equipos y mediciones. Ésta última se refiere a una ciencia que es limitada en su aplicación, la cual conocemos con el nombre de Metrología, sin embargo representa un aspecto fundamental en el aseguramiento de la calidad.

La Metrología, como todo proceso, debe estar bajo control y para ello, se deben involucrar estudios y actividades para asegurar la confiabilidad en el proceso de medición. Entre los estudios y actividades se puede destacar el estudio de repetibilidad y reproducibilidad, incertidumbre de mediciones, exactitud de medición, calibraciones, entre otras.

La empresa en la actualidad, carece de un control metrológico completo que asegure la confiabilidad de las mediciones o ensayos que se realizan en el laboratorio de control de calidad, es por ello que la presente investigación toma un papel

importante debido a la realización de estudios de repetibilidad y reproducibilidad como parte de un control metrológico estandarizado.

La presente investigación plantea como objetivo principal, validar el estudio de repetibilidad y reproducibilidad en el laboratorio de control de calidad, y como objetivos específicos plantea lo siguiente:

Diagnosticar el funcionamiento del laboratorio de control de calidades seleccionar el método de repetibilidad y reproducibilidad más adecuado a las condiciones del laboratorio de control de calidad, estandarizar el estudio de repetibilidad y reproducibilidad en los análisis físico-químicos en el laboratorio de control de calidad y determinar la confiabilidad de los ensayos realizados en el laboratorio de control de calidad.

METODOLOGÍA

En la presente investigación se llevaron a cabo una serie de actividades que permitieron el cumplimiento de cada uno



de los objetivos propuestos, a continuación se describen en orden cada una de ellas:

Se aplicó una lista de chequeo como instrumento de apoyo a la observación directa, el cual estuvo basado en la norma técnica ISO 17025-2005 "*Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*". Dicha norma establece cada uno de los aspectos que deben ser tomados en cuenta por un laboratorio de control de calidad para garantizar la competencia técnica y confiabilidad de sus resultados asegurando la calidad en las mediciones que allí se realizan. La lista de chequeo estuvo constituida por veinte (20) ítems que representaron veinte (20) preguntas las cuales el investigador las respondió empleando una escala dicotómica (sí o no) con relación a lo observado en el laboratorio de control de calidad, representando el primer paso para el diagnóstico del funcionamiento del laboratorio de control de calidad en materia metrológica.

Se aplicaron dos (2) cuestionarios como instrumento de las encuestas, uno (1) para los analistas y el inspector del laboratorio de control de calidad y uno (1) para la jefa del departamento de control de calidad. El cuestionario aplicado a los analistas consistió en ocho (8) ítems que representan afirmaciones relacionadas a metrología, cuya finalidad fue evaluar el funcionamiento del laboratorio, en especial el nivel de conocimiento con respecto a metrología de los analistas. El cuestionario aplicado a la jefa del departamento de control de calidad presentó las mismas preguntas que el cuestionario aplicado a los analistas, con la inclusión de cinco (5) ítems, siendo un total de trece (13) ítems. La inclusión de los ítems se debió al estatus que presenta la jefa del departamento de control de calidad y cuyas respuestas son de suma importancia para el diagnóstico del funcionamiento del laboratorio de control de calidad en materia metrológica.

Se recogieron datos históricos de los principales análisis físico-químicos que se llevan a cabo en el laboratorio de control



de calidad, tales como: análisis de humedad método rápido, análisis de humedad método lento granulometría y color. Como se ha dicho anteriormente cada análisis involucra un equipo de medición y la finalidad fue evaluar el comportamiento de los datos mediante la aplicación de estadística descriptiva.

Se diseñaron y aplicaron dos (2) plantillas de cálculos en Excel, la primera involucra los cálculos del método de promedios y rangos, la segunda involucra los cálculos del método de ANOVA, para el estudio largo de repetibilidad y reproducibilidad. Una vez aplicadas las plantillas se compararon ambos métodos para evaluar cuál de ellos es el más conveniente de acuerdo a las características y funcionamiento del laboratorio.

Es importante destacar que se verificaron ambas planillas para garantizar que los resultados son correctos. La verificación se llevo a cabo realizando el estudio de repetibilidad y reproducibilidad en el paquete estadístico STATGRAPHICS Centurion, comparando

los resultados del programa con los obtenidos en las plantillas diseñadas.

Se esquematizó todo el procedimiento a seguir para realizar el estudio de repetibilidad y reproducibilidad, incluyendo todos los pasos previos que deben cumplirse para poder realizar estos estudios. La presente actividad permitió estandarizar el estudio de repetibilidad y reproducibilidad en el laboratorio de control de calidad de la empresa.

Se realizaron cinco (5) corridas para el estudio de repetibilidad y reproducibilidad. La primera corrida consistió en una prueba para generar ideas sobre el estado del proceso de medición. Las posteriores corridas se realizaron con las correcciones de la primera con la finalidad de analizar si los ensayos realizados en el laboratorio de control de calidad son confiables, el cual comprende el último objetivo de la presente investigación.

Para el análisis de las encuestas aplicadas, se aplicó estadística descriptiva, tabulando distribuciones de



frecuencia y luego se emplearon gráficos de torta para visualizar de mejor forma los resultados.

En la recolección y análisis de datos históricos, se aplicó estadística descriptiva, por medio del uso del paquete estadístico STATGRAPHICS Centurion.

Por último, para determinar la confiabilidad de los ensayos realizados en el laboratorio de control de calidad, se realizó el estudio de repetibilidad y reproducibilidad que representan pruebas estadísticas.

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Observación Directa:

Como se comentó anteriormente, el instrumento empleado para la técnica de observación directa, fue una lista de chequeo que constó de 20 ítems (preguntas). A continuación se presenta el análisis de cada uno de éstos ítems:

Ítem 1: Los operarios (analistas en este caso), aplican los mismos procedimientos para realizar las mediciones indicando que los mismos siguen los manuales de procedimientos establecidos por el laboratorio. A su vez es importante mencionar que los valores de reproducibilidad deben ser bajos.

Ítem 2: Los operarios (analistas en este caso), cumplen otras funciones adicionalmente de realizar mediciones en el laboratorio, lo que dificultó en gran medida, la realización del estudio de repetibilidad y reproducibilidad. Es un aspecto negativo debido a que están cumpliendo otras funciones que posiblemente desvíen la atención necesaria que se requiere para que el proceso de medición se realice de la mejor manera.

Ítem 3: Los operarios se encuentran desmotivados, principalmente por la falta de capacitación en muchos aspectos en los que resalta la metrología.



Ítem 4: En el laboratorio de control de calidad existen programas de formación y entrenamiento para personal nuevo u operario. Todo personal nuevo es sometido a un período de entrenamiento en el que va adquirir destrezas en su puesto de trabajo para cumplir de mejor manera sus funciones.

Ítem 5: Los operarios no reciben capacitación con respecto a metrología, por lo tanto se predisponen debilidades en el funcionamiento del laboratorio de control de calidad.

Ítem 6: El laboratorio mantiene actualizado los puestos de trabajo del personal. Es un punto muy importante debido a que constantemente el personal recibe información de sus funciones.

Ítem 7: El laboratorio presenta muy buena iluminación, facilitando el proceso de medición de los distintos análisis físicos químicos.

Ítem 8: El laboratorio presenta orden, facilitando el proceso de medición de los distintos análisis físico-químicos.

Ítem 9: El laboratorio presenta estricta limpieza, facilitando el proceso de medición de los distintos análisis físicos químicos.

Ítem 10: El laboratorio presenta ruido, el aire acondicionado del laboratorio emite sonidos fuertes por lo que puede generar errores en el proceso de medición.

Ítem 11: El laboratorio presenta vibraciones, debido a que en las cercanías del laboratorio circulan constantemente camiones de descarga, generando posibles errores en el sistema de medición.

Ítem 12: El laboratorio presenta la temperatura adecuada, asegurando el buen funcionamiento de los equipos de medición. La temperatura fue medida con un termómetro.

Ítem 13: El laboratorio presenta la humedad adecuada, asegurando el buen funcionamiento de los equipos de medición.

Ítem 14: El laboratorio aplica métodos de ensayos normalizados, apoyándose tanto



en la Norma COVENIN como en Normas Internacionales asegurando el buen funcionamiento del laboratorio.

Ítem 15: El laboratorio no aplica técnicas estadísticas para analizar los datos, de hecho forma parte de la justificación de la presente investigación. Es una debilidad debido a que en la actualidad se desconoce si el proceso de medición es o no es confiable.

Ítem 16: En el laboratorio existen manuales de instrucciones para todos los equipos generando el mejor uso posible para los mismos.

Ítem 17: Existe un programa de calibración para cada uno de los equipos. En el laboratorio se realizan calibraciones en algunos equipos, más no en su totalidad

Ítem 18: El laboratorio presenta un registro de los equipos, el cual es importante para el buen control de lo que se tiene en el laboratorio.

Ítem 19: En el laboratorio existen patrones de referencia para realizar calibraciones, el cual es un paso muy importante para diseñar un programa de calibración y mantenimiento.

Ítem 20: Los planes de muestreo en el laboratorio están normalizados, generando el buen funcionamiento en la toma de muestras

Encuestas:

En primer lugar se analizaron las encuestas realizadas a los analistas del laboratorio de control de calidad, conformado por tres (3) personas. A continuación se resume las respuestas de ellos:

Ítem 1: *La metrología es la ciencia de las mediciones.* Las respuestas de los analistas con respecto a esta afirmación fueron positivas, es decir, saben el concepto de metrología. Sin embargo no es indicio de que manejan de la mejor forma todo lo relacionado a este concepto.



Ítem 2: *Las mediciones juegan un papel fundamental en su trabajo.* Las respuestas de los analistas con respecto a esta afirmación fueron positivas, es decir, están conscientes de la importante que presentan las mediciones en su trabajo.

Ítem 3: *La relación entre los resultados de una medición y los patrones de referencia permiten conocer el funcionamiento del equipo.* Para el presente ítem, las respuestas no presentaron homogeneidad, dos (2) de ellos estuvieron de acuerdo, mientras que el restante estuvo en desacuerdo. Esto indica que la persona que estuvo en desacuerdo está claro que no maneja el concepto de calibración representando una debilidad dentro del laboratorio de control de calidad debido a que todos deberían manejar dicho concepto.

Ítem 4: *La confirmación de que el proceso de medición cumple con los requisitos es importante para el aseguramiento de la calidad de las mediciones.* Para el presente ítem los tres (3) estuvieron de acuerdo con la

afirmación. Esto indica que el analista que estuvo en desacuerdo con la afirmación anterior, es posible que haya mentido debido a que los conceptos de calibración y confirmación van de la mano.

Ítem 5: *El laboratorio de control de calidad cuenta con un programa de calibración y mantenimiento para los instrumentos de medición.* Las respuestas de los analistas con respecto a esta afirmación fueron positivas, y en efecto el laboratorio cuenta con dicho control, sin embargo tiene debilidades corroborando la importancia de la presenta la investigación debido a que se busca mejorarlo.

Ítem 6: *La capacitación proporcionada por la empresa ofrece todas las herramientas necesarias para el buen funcionamiento del laboratorio.* Para el presente ítem, los tres (3) analistas respondieron de forma distinta, lo que supone que no está claro si la empresa proporciona la capacitación adecuada.



Ítem 7: *Cumplir con las disposiciones legales en el laboratorio de control de calidad permite el aseguramiento de la calidad en materia metrológica.* Para el presente ítem, los tres (3) estuvieron de acuerdo con la afirmación, esto quiere decir que están conscientes de la importancia que tiene cumplir con las disposiciones legales para el aseguramiento de la calidad en materia metrológica.

Ítem 8: *El laboratorio de control de calidad cumple con todos los requisitos establecidos en la Norma Técnica ISO 17025-2005.* Para el presente ítem, las respuestas no fueron homogéneas entre los tres (3) analistas, indicando que el laboratorio no cumple con todos los requisitos establecidos por la norma e incluso está la posibilidad de que desconozcan dicha norma.

Una vez analizada las respuestas de los analistas, se presenta el análisis de las respuestas de la jefa del departamento de control de calidad.

La jefa del departamento del control de calidad en líneas generales estuvo muy de acuerdo en la mayor parte de las afirmaciones, indicando que maneja conceptos como los de metrología, calibración, confirmación y verificación metrológica, destacó la importancia de las mediciones en su área de trabajo, de la calibración interna y externa como aspecto fundamental para asegurar de los equipos de medición funcionan de la manera adecuada para garantizar la confiabilidad de las mediciones.

Lo más destacado de la encuesta aplicada a la jefa del departamento fue:

1. Estuvo muy de acuerdo, con la siguiente afirmación: *La repetibilidad y la reproducibilidad son fundamentales para establecer un control metrológico en los equipos y asegurar la confiabilidad de las mediciones.* Esto indica que tiene conocimiento de la importancia de los estudios de repetibilidad y



reproducibilidad, ratificando la importancia de la presente investigación.

2. Estuvo en desacuerdo con la siguiente afirmación: *El personal que manipula los instrumentos de medición tienen la formación técnica para cumplir dicha función.* Esto indica que considera que los analistas del laboratorio de control de calidad no están capacitados para llevar a cabo el proceso de medición. Esta respuesta ratifica lo observado por el investigador al aplicar el cuestionario a los analistas al presenciar la inseguridad que presentaron los analistas a la hora de responder el cuestionario. Es una oportunidad de mejorar que presenta el laboratorio para garantizar el aseguramiento de la calidad en las mediciones.
3. Estuvo de acuerdo con la siguiente afirmación: *Es importante la presencia de un metrólogo dentro de la estructura organizativa*

dentro de la empresa. Esto ratifica la afirmación pasada, los analistas de control de calidad del laboratorio no están capacitados para cumplir con su función.

4. Estuvo en desacuerdo con la siguiente afirmación: *El laboratorio de control de calidad cumple con todos los requisitos establecidos en la Norma Técnica ISO 17025-2005.* Esto confirma lo reflejado en la lista de chequeo, indicando que el laboratorio de control de calidad no cumple con todos los requisitos establecidos en la Norma Técnica.

Análisis de Datos Históricos:

Los datos fueron tomados del historial de datos que presenta el laboratorio. Se recolectaron datos de análisis de humedad por método rápido, granulometría y color, mientras que para el análisis de humedad método lento no presentó historial y por ende el tratamiento fue distinto. Una vez recolectados los datos se analizaron por



medio de estadística descriptiva, el cual consistió en analizar las medidas de tendencia central, de dispersión y de forma. También se aplicó otra técnica estadística denominada Regla Empírica, que consiste en relacionar la media con la desviación estándar, estableciendo el porcentaje de datos de la muestra que caen dentro del intervalo $(\bar{X} - kS, \bar{X} + kS)$, con $k = 1, 2, 3$. Dichos intervalos se presentan a continuación:

- Entre $\bar{X} - S$ y $\bar{X} + S$ está el 68% de los datos de la muestra.
- Entre $\bar{X} - 2S$ y $\bar{X} + 2S$ está el 95%.
- Entre $\bar{X} - 3S$ y $\bar{X} + 3S$ está el 99,7%.

Dicha técnica se aplicó con la finalidad de excluir datos atípicos en todos los análisis físico-químicos que en un principio no presentaron una distribución normal en sus datos aplicando estadística descriptiva. De los intervalos propuestos, se seleccionó el de dos (2) desviaciones estándar, en el cual

se encuentran el 95% de los datos y de esta forma aseguramos la exclusión de los datos atípicos.

Análisis de Humedad Método Rápido:

Los datos históricos de humedad representaron veintidós (22) meses de análisis y fueron tomados por líneas debido a que la empresa cuenta con cinco (5) líneas, las cuales son diferentes en funcionamiento y tecnología, por lo tanto si se toman todas como una sola muestra es muy probable que no exista homogeneidad en las mismas aunque los parámetros sean iguales. Los datos pertenecen a los valores de humedad final que debe presentar la pasta al momento de ser empacada. Los valores de humedad deben ser máximo de 13,5% p/p según COVENIN 283-1994, y debe oscilar entre 11,5% p/p y 12,5% p/p según los parámetros internos del laboratorio de control de calidad de la empresa.

A continuación se presentan los resultados de la estadística descriptiva y sus respectivos análisis:



**Tabla 1. Resumen Estadístico para
 Análisis de Humedad Método Rápido**

En la Tabla 1 podemos apreciar los

Resumen Estadístico	LÍNEAS DE PROCESO			
	PC1	PN5	PL4	PL3
Recuento	724	284	700	748
Media	12,09	11,64	12,17	12,32
Mediana	12,07	11,7	12,1	12,34
Varianza	0,43	0,1	0,42	0,276
Sesgo Estandarizado	19,60	-0,31	7,22	7,12
Curtosis Estandarizada	47,57	2,80	7,42	16,86
APLICANDO REGLA EMPÍRICA				
Recuento	697	268	661	714
Media	12,03	11,64	12,11	12,30
Mediana	12,03	11,7	12,1	12,32
Varianza	0,23	0,66	0,27	0,18
Sesgo Estandarizado	1,07	-1,54	2,81	-1,11
Curtosis Estandarizada	-0,16	-0,79	-2,20	-1,66

resultados de la estadística descriptiva:

Se comprenden resultados de las medidas de tendencia central, de dispersión y de forma. Los valores determinantes en este análisis son los que se encuentran marcados en rojo, que representan dos (2) medidas de forma, las cuales son el Sesgo Estandarizado y la Curtosis Estandarizada. Ambos valores deben encontrarse dentro del intervalo $-2,+2$, para que la distribución de los datos sea considerada normal. En base a esto, se puede observar que la distribución de los datos para las cuatro (4) líneas no es normal. Sin embargo, al aplicar la Regla Empírica, se puede apreciar que para las líneas PC1, PN5 y PL3, la distribución de los datos es normal al excluir datos atípicos, mientras que la distribución de los datos para la línea PL4 no es normal. Los datos atípicos se deben a errores en el proceso, como paradas inesperadas en las líneas bien sea por falta de energía eléctrica o por mantenimiento, disminución de la presión, o errores de



transcripción por parte de los analistas. Adicionalmente a la estadística

descriptiva, también se emplearon tablas de frecuencias para complementar el análisis, de lo cual se puede destacar lo siguiente:

Tabla 2. Productos Conformes y No Conformes

	LÍNEAS DE PROCESO			
	PC1	PN5	PL4	PL3
Recuento	724	284	700	748
Conforme	500	136	431	459
No Conforme	224	148	269	289
APLICANDO REGLA EMPÍRICA				
Recuento	697	268	661	714
Conforme	500	136	431	459
No Conforme	197	132	230	255

En la **Tabla 2** se puede apreciar que la cantidad de productos No Conformes es alta, lo que indica que el proceso tiene fallas, sin embargo, tres (3) de las cuatro (4) líneas

presentaron distribución normal luego de aplicar regla empírica.

El análisis de humedad por el método lento se realiza únicamente a la materia prima, es decir, a la sémola, por lo tanto las especificaciones son diferentes a las del producto final (pasta). Las especificaciones de humedad para la sémola es 14,0-14,7% p/p.

Los datos históricos representaron dos (2) meses de tiempo, el cual se considera una cantidad de datos significativamente menor en comparación con el análisis de humedad método rápido, pero suficientes para ser analizados e interpretados de igual forma.

Tabla 3. Resumen Estadístico para Análisis de Humedad Método Lento

Recuento	151
Media	14,20
Mediana	14,2
Varianza	0,0726128
Sesgo Estandarizado	-0,648129
Curtosis Estandarizada	-0,655019



En la **Tabla 3**, se puede observar que tanto el valor del Sesgo Estandarizado como el de la Curtosis Estandarizada, se encuentran dentro del parámetro, $-2,+2$, por lo tanto la distribución de los datos es normal.

En la **Tabla 4**, se puede apreciar que la cantidad de productos no conformes es alta, sin embargo la

Recuento	151
Conforme	102
No Conforme	49

distribución de los datos es normal.

Tabla 4. Productos Conformes y No Conformes

Granulometría:

La granulometría es un análisis físico que se le realiza a la materia prima, en este caso sémola de trigo y consiste en determinar el tamaño de las partículas de la sémola. El análisis se lleva a cabo en un equipo, el cual consiste en una serie de tamices que vibran haciendo pasar la sémola por los mismos. En cada tamiz, se

depositan las partículas de la sémola de diferente tamaño y son pesados para conocer la cantidad de cada una de ellas, por lo tanto la estadística descriptiva se aplicó a cada tamiz.

Malla	Porcentaje (%)
30	0
40	5
45	15
60	30
100	30
P/100	20

Tabla 5. Granulometría

Los datos históricos de granulometría representaron veintidós (22) meses de análisis. La granulometría se mide a dos (2) tipos de sémolas producidas en la empresa, las cuales son, sémola de trigo durum (100% trigo durum) y sémola de trigo mezcla (70% durum y 30% HRW). Ambas presentan las mismas especificaciones:

Sémola Mezcla:



Antes de realizar el análisis de los resultados, es importante destacar que la Malla 30 no está incluida en el análisis porque todos los valores son iguales a 0, por lo tanto se asume que la distribución no es normal. En la **Tabla 6**, se puede apreciar que únicamente la Malla 60 presentó datos con distribución normal una vez aplicada la Regla Empírica. El resto de las Mallas no cumplen con la especificación, bien sea debido a que el valor de la Curtosis Estandarizada, el valor del Sesgo Estandarizado, o ambos, se encuentran fuera de la especificación

Tabla 6. Resumen Estadístico de Granulometría Sémola Mezcla

+2,-2. Adicionalmente, se realizaron tablas de frecuencia para complementar el análisis descriptivo.

Tabla 7. Productos Conformes y No Conformes

En la **Tabla 7**, se pueden apreciar que la cantidad de productos no conformes es alta, incluso en el fondo supera de manera excesiva la cantidad de productos conformes.

	MALLAS				
	40	45	60	100	Fondo
Recuento	1177	1177	1177	1177	1177
Conforme	1081	583	933	921	15
No Conforme	96	594	244	256	1162
APLICANDO REGLA EMPÍRICA					
Recuento	1091	1173	1131	1116	1121
Conforme	1081	583	933	921	15
No Conforme	10	590	198	195	1106



Granulometría Sémola Durum

Tabla 8. Resumen Estadístico de

Resumen Estadístico	MALLAS				
	40	45	60	100	Fondo
Recuento	1177	1177	1177	1177	1177
Media	1,97	14,0 3	28,08	25,47	29,63
Mediana	1,4	15,3	28,1	23,3	29,7
Varianza	4,02	36,9 8	6,79	33,92	19,11
Sesgo Estandarizado	24,42	2,11	-12,50	15,27	2,61
Curtosis Estandarizada	22,44	2,31	35,24	5,19	1,13
APLICANDO REGLA EMPÍRICA					
Recuento	1091	1173	1131	1116	1121
Media	1,54	13,97	28,19	24,65	29,42
Mediana	1,2	15,3	28,2	22,85	29,6
Varianza	1,65	34,82	4,80	22,29	14,43
Sesgo Estandarizado	12,07	-1,96	-0,28	9,70	0,38
Curtosis Estandarizada	-0,44	-8,63	-1,97	-4,25	-4,28

En la **Tabla 8**, se puede observar que todas las mallas no cumplen con la especificación, bien sea debido a que el valor de la Curtosis Estandarizada, el valor del Sesgo Estandarizado, o ambos, se encuentran fuera de la especificación +2,-2.

Adicionalmente, se realizaron tablas de frecuencia para complementar el análisis descriptivo.

Tabla 9. Productos Conformes y No Conformes

	MALLAS				
	40	45	60	100	Fondo
Recuento	807	807	807	807	807
Conforme	629	341	744	669	2
No Conforme	178	466	63	138	805
APLICANDO REGLA EMPÍRICA					
Recuento	792	788	777	775	767
Conforme	629	341	744	669	2
No Conforme	163	447	33	106	765



En la **Tabla 9**, se pueden apreciar que la cantidad de productos no conformes es alta, incluso en el fondo supera de manera excesiva la cantidad de productos conformes.

Los resultados del análisis de Granulometría no fueron satisfactorios, debido a que ninguna malla del cernidor presentó distribución normal en sus datos, indicando fallas importantes en el proceso, de las cuales se pueden mencionar: heterogeneidad en las muestras de sémolas, errores de transcripción, deficiente mantenimiento del molino.

Color:

El color es un análisis físico que se le realiza tanto a la pasta (producto final) como a la sémola Durum y Mezcla (materia prima). La medición del color consiste en determinar los puntos negros y piedras que se encuentran tanto en la sémola como en la pasta.

El análisis se lleva a cabo mediante un instrumento de medición

denominado Colorímetro, el cual registra tres (3) valores, L^* (Luminosidad), a^* (tonalidad de rojo a verde) y b^* (tonalidad amarilla a azul).

Éste último es el valor de mayor importancia, por lo tanto se analizaron los valores que representan la tonalidad amarilla a azul.

Las especificaciones de b^* , para ambos tipos de sémolas se presentan a continuación:

Tabla 10. Especificaciones de Color parámetro b^*

Sémola	Especificación
Mezcla	25-27
Durum	28-30



Sémola Mezcla:

Tabla 11. Resumen Estadístico de Color Sémola Mezcla

Recuento	1177
Media	24,87
Mediana	24,62
Varianza	2,85
Sesgo Estandarizado	5,31
Curtosis Estandarizada	0,70
APLICANDO REGLA EMPÍRICA	
Recuento	1112
Media	24,81
Mediana	24,6
Sesgo Estandarizado	7,64
Curtosis Estandarizada	-0,78

En la **Tabla 11**, se puede observar que la distribución de los datos del parámetro b^* para sémola mezcla no es normal, debido al valor del Sesgo Estandarizado el cual se encuentra fuera de las especificaciones $-2,+2$, aun aplicando regla empírica.

Adicionalmente se aplicaron tablas de frecuencia para complementar el análisis descriptivo determinando la conformidad de los productos.

Tabla 12. Productos Conformes y No Conformes

En la **Tabla 12**, se puede observar que la cantidad de productos no conformes supera en gran cantidad a los productos conformes, siendo indicativo de que el proceso presenta fallas.

Sémola Durum

Recuento	1177
Conforme	243
No Conforme	934
APLICANDO REGLA EMPÍRICA	
Recuento	1112
Conforme	243
No conforme	869



Tabla 13. Resumen Estadístico de Color Sémola Durum

En la **Tabla 13**, se puede observar que la distribución de los datos del parámetro b^* para sémola durum no es normal debido a que los valores de Sesgo Estandarizado y Curtosis Estandarizada se encuentran fuera de las especificaciones luego de aplicar Regla Empírica.

Adicionalmente se aplicaron tablas de frecuencia para complementar el análisis descriptivo determinando la conformidad de los productos.

Tabla 14. Productos Conformes y No Conformes

En la **Tabla 14**, se puede observar que la cantidad de productos no conformes supera en gran cantidad a los productos conformes, siendo indicativo de que el proceso presenta fallas.

Los resultados del análisis del Color no fueron satisfactorios debido a que la distribución de los datos no es normal. Esto se debe a la alta heterogeneidad de

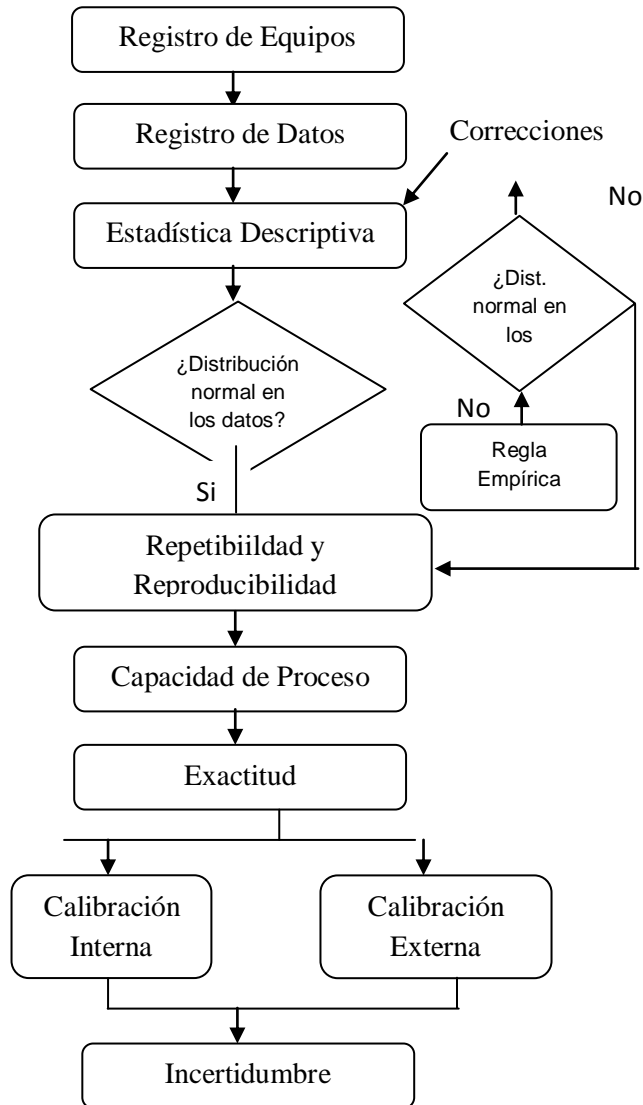
las muestras, sin descartar errores de transcripción por parte de los analistas de control de calidad.

Recuento	807
Conforme	303
No Conforme	504
APLICANDO REGLA EMPÍRICA	
Recuento	767
Conforme	303
No conforme	464

Esquematización del control Metrológico para un sistema de medición que involucra estudios de repetibilidad y reproducibilidad:



Figura 1. Control metrológico para un sistema de medición



Estudio de repetibilidad y reproducibilidad para el analizador de humedad SARTORIUS (análisis de humedad método rápido):

Los estudios de repetibilidad y reproducibilidad, como se ha mencionado anteriormente, permiten evaluar la precisión de un sistema de medición determinando la magnitud del error. El error que se mide en este caso es el error aleatorio que son aquellos que afectan directamente la precisión de un sistema de medición. En la presente investigación, el estudio de repetibilidad y reproducibilidad fue aplicado al analizador de humedad SARTORIUS, el cual es el instrumento de medición donde se lleva a cabo el análisis de humedad método rápido. El estudio fue aplicado únicamente al analizador de humedad debido a tres (3) razones fundamentales:

- El análisis de humedad es el más importante debido a que el proceso de secado de la pasta (remoción de humedad), es un



punto crítico de control, en el cual el producto final presenta un riesgo de pérdida de la inocuidad.

- Los datos de humedad presentan distribución normal, cumpliendo con los requisitos para poder realizar un estudio de repetibilidad y reproducibilidad.

Se llevaron a cabo cinco (5) corridas para el estudio de repetibilidad y reproducibilidad, a continuación se tabulan los resultados:

Tabla 15. Resultados de las corridas de repetibilidad y reproducibilidad

El análisis de los resultados se realizó mediante los siguientes criterios de aceptación:

Comparando los resultados de las corridas con los criterios de aceptación, se puede observar que para las cinco (5) corridas el proceso de medición es inaceptable y debe ser corregido con respecto al %r&R. Los resultados

evidencian fallas en el proceso de

Criterio	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3	Corrida 4	Corrida 5
% Repetibilidad	90%	128%	131%	99%	55%
% Reproducibilidad	16,66%	60,35%	55,30%	12,14%	0
% r&R	91,20%	141,23%	142,42%	99,76%	54,69%

medición, a continuación se

Tabla 16. Criterios de aceptación para el estudio r&R

Criterio de aceptación	
% r&R	Debajo de 10% ---> Excelente Proceso.
	De 10 a 20% ---> Bueno, aceptable.
	De 20 a 30% ---> Marginalmente aceptable.
	Arriba de 30% ---> Inaceptable y debe ser corregido

describe detalladamente las causas de las fallas en el proceso:



- La fuente de error dominante en las cinco (5) corridas fue la repetibilidad, la cual puede ser causada por los siguientes factores:

- ✓ Suciedad del instrumento.
- ✓ Componentes gastados.
- ✓ Variabilidad en las muestras.
- ✓ Instrumento mal diseñado.
- ✓ Método inadecuado.
- ✓ Condiciones ambientales.

De todos los factores mencionados, la variabilidad en las muestras es la principal causa de que el valor de la repetibilidad sea el responsable de que el sistema de medición no sea aceptado, debido a que los analistas tomaban muestras en diferentes días de producción.

CONCLUSIONES:

Con la lista de chequeo se logró determinar que el laboratorio de control de calidad no cumple con todos los requisitos establecidos en la Norma

Técnica ISO 17025-2005 "*Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*", específicamente en que el personal no se encuentra motivado, el laboratorio está expuesto a ruidos y vibraciones, y por último no realizan análisis estadísticos de las mediciones.

Con las encuestas se logró determinar que los analistas del laboratorio de control de calidad no poseen el conocimiento adecuado en materia metrológica, mientras que la jefa si posee dicho conocimiento.

Con la recolección y análisis de datos históricos se logró determinar que únicamente el análisis de humedad método rápido, especialmente en las líneas PC1, PN5 y PL3 presentaron distribución normal en sus datos, por lo tanto es el único análisis físico-químico al cual se le puede aplicar un estudio de repetibilidad y reproducibilidad.

1. Se logró estandarizar el estudio de repetibilidad y reproducibilidad mediante la esquematización del control metrológico, indicando



tanto los pasos previos como los pasos siguientes al estudio.

2. Se logró determinar la confiabilidad de los ensayos realizados, específicamente el ensayo de humedad método rápido, obteniendo como resultado la no confiabilidad de los resultados mediante la aplicación del estudio de repetibilidad y reproducibilidad.

AGRADECIMIENTOS:

Agradezco a la Universidad Centroccidental "Lisandro Alvarado", por darme la oportunidad de estudiar y formarme como profesional.

Agradezco a la empresa donde realicé el trabajo por el apoyo brindado en todo momento.

Agradezco a mis padres y a mi hermano por apoyarme en todos estos años.

Agradezco a mi novia por estar conmigo en todos los momentos, tanto buenos como malos.

Agradezco a las Profesoras Marisela Estanga, Patricia Fernández y Zaida Márquez, por todo el apoyo brindado durante la realización de la investigación.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

- Botero M, Arbeláez O, Mendoza J. (2007). Método ANOVA utilizado para realizar el estudio de repetibilidad y reproducibilidad dentro del control de calidad de un sistema de medición. *Scientia et Technica*. N° 37, p 533. Obtenido en Marzo 18 del 2012 en: <http://www.utp.edu.co/php/revistas/ScientiaEtTechnica/docsFTP/155247533-537.pdf>
- Briceño W. (2009). Desarrollo de pruebas de repetibilidad y reproducibilidad en análisis críticos del laboratorio de control de calidad de la empresa Levapan Venezolana S.A. Informe de



- pasantías. Universidad
Centroccidental Lisandro Alvarado.
- Gutiérrez Pulido, H. De la Vara Salazar,
R. (2009). Control Estadístico de la
Calidad y Seis Sigma (2da ed.).
- Guzmán, E. (2011). Conceptos Básicos
y Estadística Descriptiva. Obtenido el
20 de marzo del 2012 en:
<http://webdelprofesor.ula.ve/ingenieria/eliana/estad/unidad1EST.ppt>
- C. Miller, J.N. Miller. (1988). Estadística
para Química Analítica (Segunda
Edición). Londres, Inglaterra:
Addison-Wesley Iberoamerican, S.A.
- Llamosa L, Meza L, Botero M. (2007).
Estudio de repetibilidad y
reproducibilidad utilizando el método
de promedios y rangos para el
aseguramiento de la calidad de los
resultados de calibración de acuerdo
con la Norma Técnica NTC-ISO/IEC
17025. Scientia et Technica. N° 35, p
455. Obtenido en Marzo 18 del 2012
en: revistas.utp.edu.co/
- Rodríguez, I. (2002). Control metrológico
mediante la determinación de
incertidumbre en las mediciones de
los equipos de inspección, medición
y ensayo de una empresa
galvanizadora utilizando la Norma
ISO 9001-2000. Universidad
Nacional Abierta.