

INVESTIGACIÓN

Variabilidad en las mediciones de arroz

T.Q. Giancarla Tresso
 T.Q. Daniela Córdova
 Q.F. Gabriela Suburú
 Q.F. Laura Flores

Departamento de Cereales,
 Oleaginosos y Productos
 derivados y Coordinación de
 Calidad - LATU

ESTE TRABAJO PRESENTA UN ESTUDIO DE LAS FUENTES DE VARIABILIDAD EN LAS MEDICIONES ANALÍTICAS REALIZADAS PARA DEFINIR LA CALIDAD FÍSICA DE LOS GRANOS DE ARROZ PARA CONSUMO HUMANO, EVALUADA EN FUNCIÓN DE SUS DEFECTOS. LA PRINCIPAL PREOCUPACIÓN EN ESTE ASPECTO ES LA ALTA DISPERSIÓN DE LOS DATOS QUE SE OBTIENEN EN ESTAS MEDICIONES, QUE REPERCUTE EN DIVERSOS PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO Y MUY ESPECIALMENTE EN LA EXACTITUD E INCERTIDUMBRE DE MEDIDA. ÉSTO DIFICULTA Y AGREGA COMPLEJIDAD AL MOMENTO DE LA EVALUACIÓN DE LOS PRODUCTOS, CONSIDERANDO LAS EXIGENTES ESPECIFICACIONES DE CALIDAD RECOMENDADAS INTERNACIONALMENTE Y/O UTILIZADAS PARA EL COMERCIO INTERNO QUE EXISTEN HOY EN DÍA.

Las principales características relacionadas a los controles de Calidad Física de los granos en base a sus defectos son: los granos inmaduros (verdes y sin desarrollo normal), quebrados (partidos y rotos), manchados (por exceso de humedad, temperatura, insectos, o cualquier otro factor del clima, biológico o químico (fermentación) y establecen las bases estatutarias con las cuales se trabajan tanto para recibir, rechazar, bonificar o rebajar el precio del arroz.

Se presentan mediciones en muestras de arroz blanco para consumo humano, se seleccionó este cereal por el consumo mundial que existe de este producto, porque es un cultivo de producción nacional, y por su disposición final (consumo humano). Para este estudio los defectos seleccionados fueron: granos manchados, ensayo donde el clasificador es el ojo humano, y granos quebrados, en donde el clasificador es un instrumento (calibre). Se analizan las diferentes fuentes de error asociadas a las mediciones y al procesamiento de datos analíticos, especialmente los errores debido a las suposiciones de comportamiento estadístico de los datos utilizados para la estimación de los parámetros, a los errores aleatorios y sistemáticos propios del método y a los errores debido al muestreo. Se realiza para ello un análisis exploratorio de los datos para las diferentes mediciones en cada tipo de grano, su compatibili-

dad con distribuciones de probabilidad supuestas y los estudios de validación del método con énfasis en los parámetros de exactitud (veracidad y precisión) e incertidumbre de medida.

MÉTODO EXPERIMENTAL

Se analizan muestras de arroz blanco para consumo humano en los defectos: granos quebrados y granos manchados, realizando repeticiones de estas muestras en un mismo y diferente laboratorio. El método analítico utilizado para las mediciones consiste en separar los granos con el defecto de la toma de ensayo. Pesar los granos defectuosos por separado y expresarlos en porcentaje.

GRANOS MANCHADOS:

Visual identificación de la mancha.



GRANOS QUEBRADOS:

Visual identificación en función de una medida ($<3/4$ largo de la variedad = $<5\text{mm}$), en caso de un grano quebrado que esté dudoso se mide con calibre.



PROCESAMIENTO ESTADÍSTICO DE DATOS

Se realiza análisis exploratorio inicial de los datos (estudios de asimetría y curtosis, estimadores robustos y normales) a modo de identificar de manera preliminar potenciales distribuciones estadísticas de los datos. Se verifica mediante tests estadísticos la concordancia de los datos analíticos con las distribuciones propuestas y compara con una distribución normal de los datos a modo de referencia. Se realiza descarte de outliers si es necesario. Para el análisis de resultados se utilizan pruebas estadísticas adecuadas.

ESTUDIOS DE EXACTITUD

El estudio de la exactitud de las mediciones se realiza en base a una evaluación de la veracidad y precisión de cada uno de los parámetros, a través de estudios interlaboratoriales apropiados y comparación con expertos. La precisión es evaluada en condiciones de repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad en base a los lineamientos de la ISO 5725.

ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DE LAS MUESTRAS

Los granos manchados no son estables, estos aumentan con el paso del tiempo. Los granos quebrados son estables por más tiempo si se conserva el arroz con su cáscara, se han realizado estudios en el tiempo en muestras de arroz paddy para este parámetro.

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDIDA

Se utilizan tres métodos de estimación de la incertidumbre independientes, de manera de evaluar la dependencia de estos resultados con las suposiciones matemáticas asumidas por cada uno. Se utiliza a tales efectos el cálculo a partir de los datos de validación, el cálculo según GUM y el cálculo según el método de Monte Carlo.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se presentan debajo los resultados de los estudios realizados:

ID Muestras	Shapiro-Wilk	
	Réplicas	Desvío estándar
Quebrados 1	6	0,409
Quebrados 2	6	0,622
Quebrados 3	6	0,096
Quebrados 4	6	0,617
Quebrados 5	6	0,969
Quebrados	29	0,650
Manchados 1	6	0,261
Manchados 2	6	0,078
Manchados 3	6	0,056
Manchados	18	0,071

◀ **Tabla 1**
Datos del análisis estadístico

Figura 1 ▶
Granos quebrados

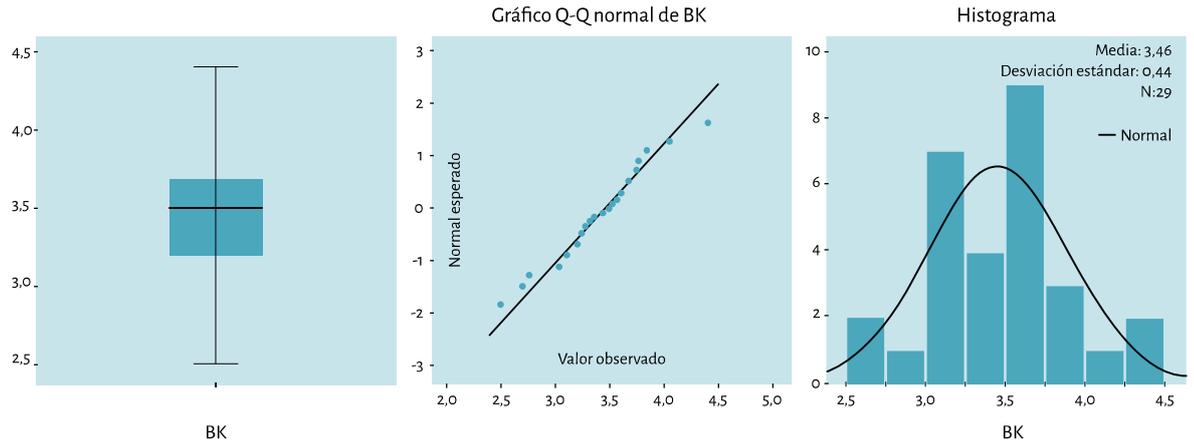
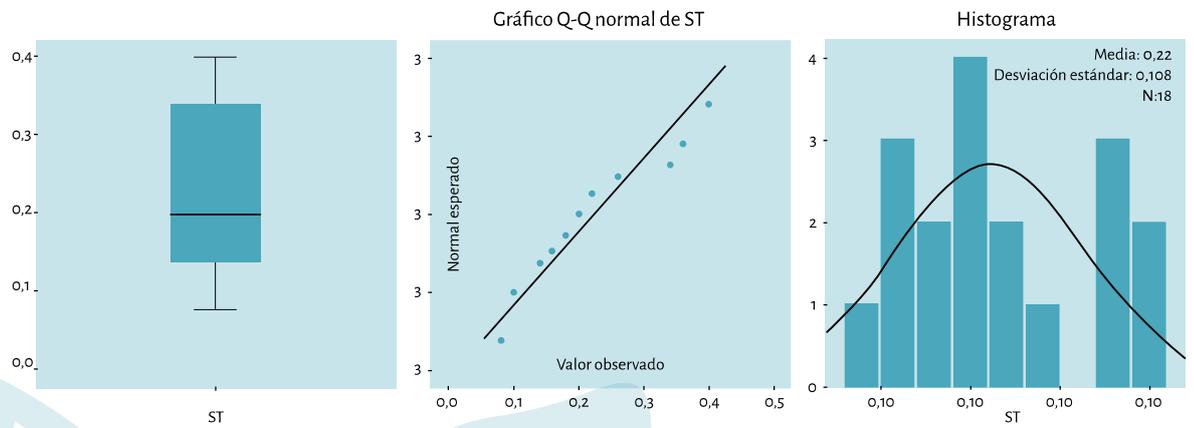


Figura 2 ▶
Granos manchados



Los resultados en ambos parámetros (mancha y quebrados) son compatibles con distribución normal

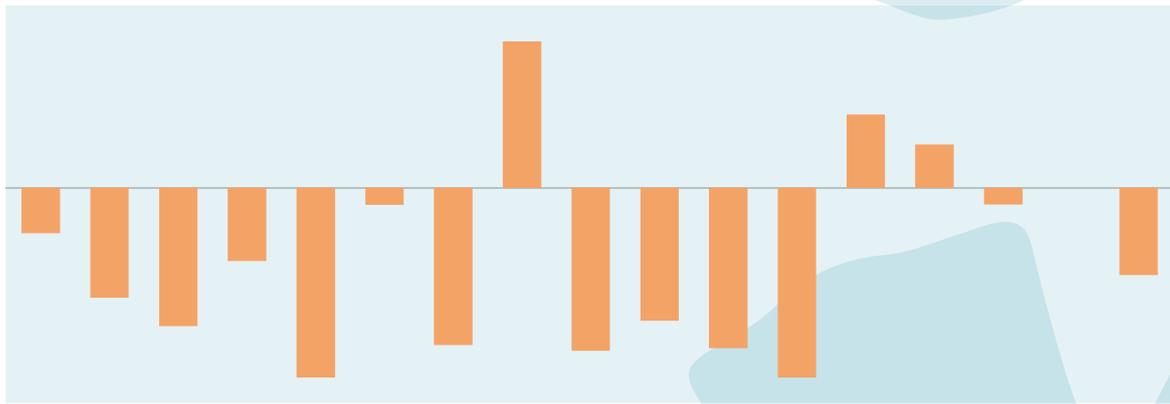
Prueba de Grubbs: sin valores atípicos

ESTUDIOS DE PRECISIÓN Y VERACIDAD

Granos manchados

Figura 3 ▶
Gráficos de las dos últimas rondas de Ensayo de Aptitud de Arroz, donde el valor de referencia está dado por consenso





◀ **Figura 4**
Gráfico de evaluación de nuestro laboratorio en la participación del ensayo de aptitud

Granos quebrados



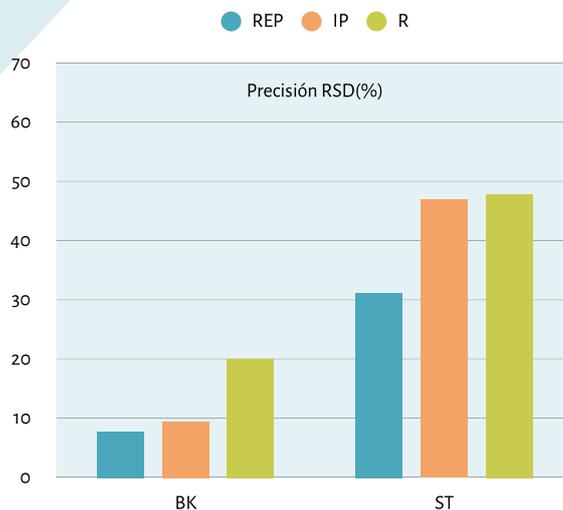
◀ **Figura 5**
Gráficos de las dos últimas rondas de Ensayo de Aptitud de Arroz, donde el valor de referencia es el del LATU

PRECISIÓN (RSD (%)/ENSAYO	QUEBRADOS	MANCHADOS
Repetibilidad	9.4	31
Precisión intermedia	7.7	48
Reproducibilidad	20	48

◀ **Tabla 2**
Resultados de los estudios realizados

DEFECTO	PRECISIÓN
Granos quebrados	RSD rep ≈ RSD pi < RSD R
Granos manchados	RSD rep < RSD pi ≈ RSD R

Tabla 3 ▲
Resultados de los estudios realizados



◀ **Figura 6**
Precisión RSD

ESTUDIO DE ROBUSTEZ EN LA TOMA DE MUESTRA

Tabla 4 ▶
Se aumenta la toma de ensayo para determinación de granos manchados

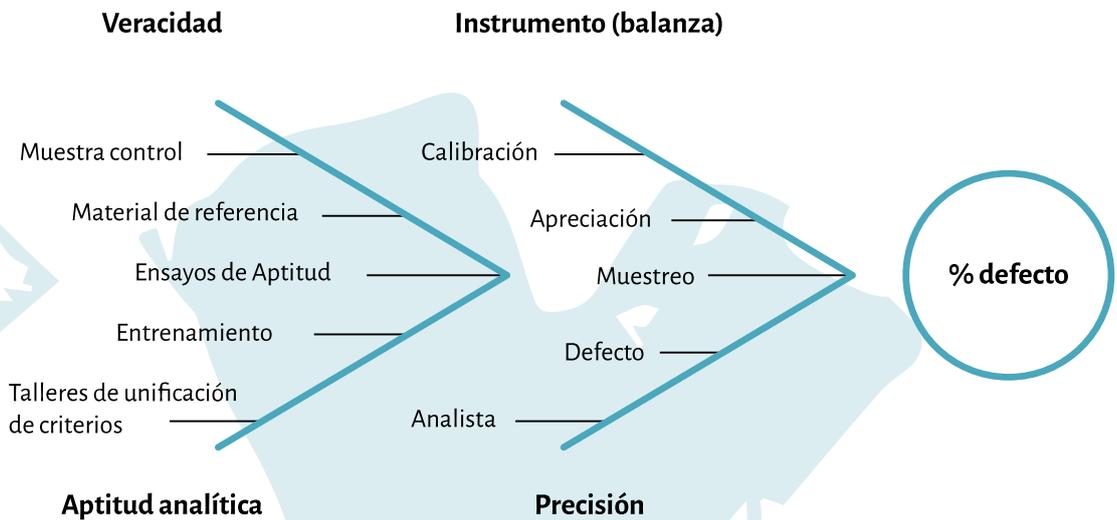
Toma de ensayo (g)	Nº de réplicas	Valor medio (g/100 g)	Desvío estándar (g/100 g)	Prueba F			Prueba T		
				F crítico	F estadístico	P (α=0.05)	P crítico	P estadístico	P (α=0.05)
100	15	5.0	1.25	2.48	1.63	0.18	1.70	0.78	0.22
50	15	4.7	0.98						

Estadísticamente las varianzas y valores medios no muestran diferencias significativas.

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

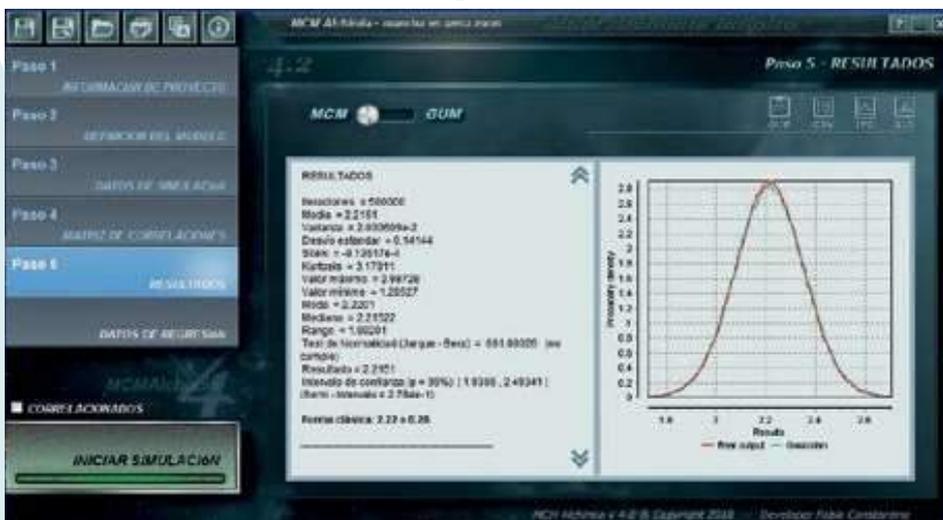
La incertidumbre se evaluó por dos métodos

Figura 7 ▶
Evaluación siguiendo criterios GUM



Por método Monte Carlo utilizando el software MCM Alchimia Provider

Figura 8 ▶
Evaluación siguiendo criterios GUM



Defecto	Media (g/100 g)	Incertidumbre (K=2, %)	
		GUM	Monte Carlo
Quebrados	3.5	18	13
	1.7	36	27
Manchados	0.4	95	68
	2.2	17	12

◀ **Tabla 5**

La fuente principal de incertidumbre es la precisión: > 99%

PRINCIPALES CONCLUSIONES

- El comportamiento de las mediciones es compatible con una distribución normal de los datos.
- La variabilidad de los resultados en las determinaciones de granos manchados es propia del método, debido a que estos surgen por reacciones químicas o biológicas, ataques de plagas. En cambio, en la determinación de granos quebrados es menor la variabilidad de los datos, ya que es un defecto asociado al proceso industrial y además el sistema de medición que utiliza el ensayo es un instrumento, y no el ojo del analista.
- Los estudios de robustez de tamaño de muestra no dieron diferencias significativas.
- Las estimaciones de incertidumbre por los métodos GUM y Monte Carlo, a partir de los datos de validación y por fuentes, no dieron diferencias significativas.

BIBLIOGRAFÍA

Codex Standard 198 1995. *Norma para el arroz.*

ISO 7301. *Rice-Specification.*

Decretos N° 544/987 y N° 321/988 del MGAP de Uruguay.

Douglas C. Montgomery, George C. Runger.

Probabilidad y estadística aplicadas a la ingeniería.

AGRADECIMIENTOS

Gabriela Dotta, por impulsar el proyecto unificación de criterios analíticos.

Andrea Huelmo, por proporcionar datos para el estudio.

Pablo Constantino, por diseñar el software Alchimia para los cálculos de incertidumbre. ✓