TECNOLOGICO NACIONAL DE MÉXICO
CAMPUS TUXTLA GUTIÉRREZ.

"Análisis de la variabilidad de humedad de galletas gisa mediante un estudio r y r "

Ingeniería Bioquímica

Residente:
Martha Guadalupe Zapata Velázquez

Asesor Interno:
Ing. Jaqueline Leyra Hernández

Asesor Externo:
Ing. Araceli Corro Vázquez

Tuxtla Gutiérrez Chiapas. Junio 2018

Índice

Lista de tablas, graficas e imágenes…….. …… 4

Introducción ……..... 5

Justificación……. 5

Objetivo general…… 7

Objetivos específicos…… 7

Problemas a resolver…….. 7

Alcances…… 8

Limitaciones ……..... 8

Capítulo I Marco teórico

1.1 Definición de galleta……. 9

1.2 Clasificación…… 9

1.3 Especificaciones…… 10

1.4 Ingredientes Básicos…… 11

Capítulo II Caracterización del área de trabajo.

2.1 Antecedentes Históricos…… 13

2.2 Misión…… 13

2.3 Visión…… 13

Capítulo III Materiales y Métodos

3.1 Recolección de muestras…….. 14

3.2 Método R y R…… 14

3.3 Determinación % de humedad …… 15

Capítulo IV Criterios de aceptación para el estudio r y r……..... 16

Capítulo V: Resultados

4.1 Tablas de resultados de % de humedad por cada analista…… 17

4.2 Tabla de resultados de las corridas r y r …… 18

4.3 Gráfica de componente de variación…… 18

4.4 Gráfica R por analista…… 19

Capítulo V: Conclusión de Discusión…….. 20

Anexos…… 21

Índice Tablas, Gráficas e imágenes

Tabla 1.3.1 Especificaciones químicas y físicas para galletas finas 9

Tabla 1.3.2 Especificaciones químicas y físicas para galletas entre finas 10

Tabla 1.3.3 Especificaciones químicas y físicas para galletas comerciales 10

Tabla 1.5.1 Resultados % de humedad del primer analista 17

Tabla 1.5.2 Resultados % de humedad del segundo analista 17

Tabla 1.5.3 Resultados % de Humedad del tercer analista 18

Tabla 1.5.4 Resultados de las corridas R y R 18

Gráfica 1: Componentes de la variabilidad 18

Gráfica 2: Grafica R por analista 19

Imágenes

Imagen 1: colocación de la muestra en la charola 22

Imagen 2: Charola con muestra sujetadas con pinzas 23

Imagen 3: Muestras colocadas en la estufa 24

Introducción:

En el presente trabajó se plasma la metodología a seguir para la realización del método estadístico reproducibilidad y repetibilidad, siendo este una herramienta de calidad que ayuda a visualizar la confiabilidad de la expresión de resultados.

El análisis y evaluación se realizó en el laboratorio de control de la calidad del grupo industrial la italiana en el área galletera marca gisa. Puebla, Puebla.

Se hace mención de la definición y clasificación de las galletas de acuerdo a la norma, así como los ingredientes principales para la elaboración de galleta.

Se reportan los resultados con tablas y gráficas para tener una visualización y mejor comprensión de resultados, estos no fueron aceptables, se analizaron las posibles causas y se hizo una recomendación, pues los próximos resultados pueden ser corregidos y mejorados.

Justificación:

En los alimentos, la cantidad de agua está relacionado con el contenido de humedad que estos pueden tener.

La actividad del agua (aw) es la relación entre la presión del vapor del aire alrededor de un alimento y la presión de vapor del agua pura a una misma temperatura; es un parámetro muy importante en la conservación de alimentos pues determina el crecimiento microbiano, las propiedades organolépticas, el valor nutricional y su tiempo de conservación.

La importancia del análisis de humedad, se basa para el procesamiento optimo en los alimentos y en la calidad e inocuidad de éste, teniendo una vida de anaquel prolongada con la certeza que se encuentra libre de contaminación y no representa un riesgo para la salud. Los datos de humedad también se utilizan para resultados de otras determinaciones analíticas.

Uno de los métodos para la determinación de humedad es la estufa, se basa en la determinación gravimétrica de la pérdida de masa, de la muestra desecada hasta masa constante en estufa de aire. Es pérdida de peso de la muestra por evaporación del agua. Para esto se requiere que la muestra sea térmicamente estable y que no contenga una cantidad significativa de compuestos volátiles.

El principio operacional del método de determinación de humedad utilizando estufa y balanza analítica, incluye la preparación de la muestra, pesado, secado, enfriado y pesado nuevamente de la muestra. (Nollet, 1996)

Reproducibilidad y Repetibilidad (r y r)

Los estudios de repetibilidad y reproducibilidad de las mediciones determinan que parte de la variación observada en el proceso se debe al sistema de medición usado. La repetibilidad puede ser expresada cuantitativamente en términos de la dispersión característica de los resultados. La misma se define, de acuerdo con el VIM (Vocabulario Internacional de Metrología) como la proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurando bajo las mismas condiciones de medición, donde:

1. Estas condiciones son llamadas condiciones de repetibilidad.

2. Las condiciones de repetibilidad incluyen: el mismo procedimiento de medición, el mismo observador, el mismo instrumento de medición, utilizado bajo las mismas condiciones, el mismo lugar, repetición en un período corto de tiempo.

La reproducibilidad se define como la proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurando bajo condiciones de medición que cambian Donde:

1. Una declaración válida de reproducibilidad requiere que se especifique la condición que cambia.

2. Las condiciones que cambian pueden incluir: principio de medición, método de medición, observador, instrumento de medición, patrón de referencia, lugar, condiciones de uso, tiempo.

3. La reproducibilidad puede ser expresada cuantitativamente en términos de la dispersión característica de los resultados.

4. Se entiende que los resultados usualmente son corregidos

Si la repetibilidad es mayor a la reproducibilidad es mayor a la reproducibilidad las posibles son: El instrumento necesita mantenimiento, el equipo requiere ser diseñado para ser más

rígido, el montaje o ubicación donde se efectúan las mediciones necesitan ser mejorados y/ o existe una variabilidad excesiva entre las partes

Si la reproducibilidad es mayor que la repetibilidad, las causas pueden ser: El operador necesita mejor entrenamiento en cómo utilizar y como leer el instrumento, la indicación del instrumento no es clara, no se han mantenido condiciones de reproducibilidad (ambientales, montaje, ruidos, etcétera) y/o el instrumento de medición presenta deriva

Objetivo del proyecto: Determinar la variabilidad de humedad en galletas GISA mediante un estudio R y R

Objetivos Específicos

- Conocer el proceso de elaboración de galletas GISA y las técnicas utilizadas para la determinación de humedad en el laboratorio de control de calidad
- Determinar la humedad de las galletas GISA que salen del proceso de acuerdo a los tiempos establecidos
- Evaluar la variabilidad de humedad de galletas GISA en cada lote de producción utilizando el método estadístico R y R

Problemas a resolver

El proyecto se basa en la evaluación de analistas y equipos mediante los resultados de % de humedad en galletas de la marca GISA a través de una herramienta estadística de calidad como lo es el método de reproducibilidad y repetibilidad.

- Conocer la confiabilidad de los resultados que se expresan por cada analista
- Conocer la confiabilidad con la que trabajan los equipos utilizados de pesaje
- En caso de que los resultados no sean confiables, analizar las posibles causas.

Alcances

- Análisis de las causas posibles por las cuales los resultados no son confiables
- Observación y Capacitación para nuevos analistas
- Recomendaciones para mejorar el área donde los equipos están situados y obtener mejores resultados.

Limitaciones

- Poca disposición de las compañeras residentes analistas con apoyo para pesar.
- Tiempo para la realización de la metodología (pedidos en la empresa, capacitación para los nuevos residentes).
- Rotación de turnos.
- Pesada incompleta de todas las muestras a analizar en el día.
- Muestras tiradas a la hora de sacarlas de la estufa.

Capítulo I: Marco teórico.

1.1 Definición de galleta

Según la NOM-247-SSA1-2008 Se define como galletas al producto elaborado fundamentalmente, por una mezcla de harina de trigo u otros cereales, grasas, aceites comestibles o sus mezclas y agua, con o sin relleno, adicionada o no de azúcares, de otros ingredientes opcionales y aditivos para alimentos, sometida a proceso de amasado o batido, y otros procesos como fermentación, modelado, troquelado y posterior tratamiento térmico, dando lugar a un producto de presentación muy variada, caracterizado por su bajo contenido en agua.

1.2 Clasificación (NMX-F-006-1983):

- Tipo I Galletas finas
- Tipo II Galletas entrefinas
- Tipo III Galletas comerciales

1.3 especificaciones

Tabla 1.3.1. Galletas tipo I (finas)

Especificaciones	Mínimo	Máximo
Humedad %		6.0
pH	6.0	8.0
Cenizas %		1.5
Proteínas %	8.0	
Fibra Cruda %		0.5
Extracto Estéreo %	15	
Carbohidratos diferencia a 100		

Tabla1.3.1: Especificaciones químicas y físicas para galletas finas

Tabla 1.3.2. Galletas tipo II (Entrefinas)

Especificaciones	Mínimo	Máximo
Humedad %		**8.0**
pH	**6.0**	**8.0**
Cenizas %		**2.0**
Proteínas %	**6.0**	
Fibra Cruda %		**0.5**
Extracto Estéreo %	**10**	
Carbohidratos diferencia a 100		

Tabla 1-3-2: Especificaciones químicas y físicas para galletas entrefinas

Tabla 1.3.3. Galletas tipo III (Comerciales)

Especificaciones	Mínimo	Máximo
Humedad %		**8.0**
pH	**6.0**	**8.0**
Cenizas %		**2.0**
Proteínas %	**6.0**	
Fibra Cruda %		**0.5**
Extracto Estéreo %	**5**	
Carbohidratos diferencia a 100		

Tabla 1-3-3: Especificaciones químicas y físicas para galletas comerciales

1.4 Ingredientes (NMX-F-006-1983);

- **básicos**: Harina de trigo, azúcares, grasa y/o aceite vegetal comestible, agentes leudantes, sal yodada y jarabe de azúcar invertido
- **opcionales:** Leche descremada en polvo, queso, suero de leche, caseinato de sodio, mantequilla o grasa butírica, huevo fresco, congelado o en polvo, frutas en sus distintas formas, mermeladas, jaleas, gomas, grenetina, agar-agar, pectinas o albuminas, chocolate y coco rallado.
- **Aditivos:** Lecitina, saboreadores, colorantes, emulsificantes, antioxidantes y mejoradores de masa autorizados por la Secretaria de Salubridad y Asistencia.

1.5 Materias primas principales en la galleta

Harina

Las glutelinas del trigo reciben el nombre de gluteninas, mientras que las prolaminas, el de gliadinas,y ambas suman 85% de la fracción proteínica. Éstas, junto con los lípidos y el agua forman el llamado gluten, responsable de las propiedades de cohesividad y de viscoelasticidad de la masa. Su conformación se estabiliza mediante enlaces disulfuro intramoleculares; al hidratarse forman una masa viscosa extensible, fluida pero poco elástica y son las responsables de la expansión de la masa. La tenacidad de las harinas se debe a la composición del gluten; las conocidas como fuertes producen masas cohesivas, que requieren tiempos de mezclado largos, y las llamadas débiles, que no desarrollan una estructura adecuada y colapsan al amasarse. (Serna Saldivar. 2013)

Azúcar y edulcorantes

La principal función del azúcar es impartir sabor y color. Los azúcares más utilizados son la sacarosa, edulcorantes invertidos y el jarabe o sirope de maíz (v.gr. Glucosa y fructosa). Los azucares son también los responsables por el desarrollo del color vía reacción de Millard una vez que son expuestos a horno. (Serna Saldivar. 2013)

Manteca

La manteca vegetal hidrogenada tiene importantes funciones. Actúa como agente lubricante mejorando el comportamiento de la masa durante el mezclado, disminuyendo principalmente el problema de pegosidad. Sin embargo, su principal función es mejora la textura de la galleta. Esto debido a que la manteca forma pequeñas películas en la red del gluten y otros constituyentes interfiriendo con el fenómeno de retrogradación del almidón. (Serna Saldivar. 2013)

Función del agua en las galletas.

En la galleta, el agua actúa como plastificante y disolvente; además influye en la viscosidad de la masa y en la textura una vez horneada. En la primera parte del amasado, el agua actúa disolviendo algunos de los ingredientes y llega a dispersarse en la grasa; por eso la mezcla de masa final tiene un color crema claro y una consistencia blanda (Wade 1988). El agua es un ingrediente clave durante el proceso de fabricación de las galletas, a pesar de ser un ingrediente minoritario en el proceso de fabricación y ser casi totalmente eliminado durante el horneado (Pareyt et al., 2008).

Capítulo II: Caracterización del área de trabajo.

2.1 Antecedentes históricos

Inicia con una pequeña fábrica fundada en la ciudad de Puebla, México, en el año de 1920, por una familia de inmigrantes italianos, ofreciendo en cada uno de sus productos los secretos de la tradición europea para la elaboración de pastas.

Pensando siempre en satisfacer las necesidades y gustos de sus consumidores, utiliza tecnología de punta en los procesos industriales, dando como resultado la preferencia de la marca a nivel nacional e internacional.

Gracias al éxito de “LA ITALIANA, FABRICA DE PASTAS” se logra la fundación de otras compañías que actualmente forman parte del grupo: MOLINO HARINERO SAN BLAS®, GALLETAS GISA®, ITALGRANI® y TRANSPORTES ALIANO.

Actualmente cuenta con una gran capacidad productiva, instalada en extensas superficies de terreno en los estados de Puebla y Guanajuato.

GRUPO INDUSTRIAL LA ITALIANA distribuye sus productos a lo largo y ancho del país, exportando también a mercados internacionales; generando más de 2,000 empleos permanentes.

2.2 Misión

Elaborar productos de excelente calidad, manteniendo la tradición, prestigio e innovación en nuestros productos y procesos.

2.3 Visión

Transmitir la pasión con la que hacemos nuestros productos a todos nuestros consumidores para que puedan disfrutar de deliciosos platillos, mediante nuestra presencia en un mercado globalizado y la preferencia de los mismos hacia nuestra marca, cuidando siempre la excelencia en el trato hacia el cliente, nuestros empleados y proveedores

Capitulo III: Materiales y Métodos

3.1 Recolección de muestras

Las muestras fueron tomadas en la planta de producción de galletas marca GISA, se limitó el análisis para galletas elásticas comerciales, siendo esta la más frecuente en salir de producción. Se codificaron y se homogenizaron, la galleta molida fue puesta en una bolsa con un número al azar con la finalidad que los analistas no supieran que galleta estaban pesando. Posteriormente se prosiguió con la determinación de % de Humedad, aplicando la metodología para el análisis de reproducibilidad y repetibilidad.

Cada muestra se trabajó por triplicado, siendo un total de 3 analistas (dos practicantes en turno y la supervisora encargada en turno).

3.2 Método R y R

1. Calibrar el dispositivo de medición (balanza analítica) o asegúrese que el gage ha sido calibrado.
2. Obtener la medición (% de humedad) de las galletas muestreadas con el primer operador midiendo todas las muestras en orden aleatorio.
3. Obtener la medición con el segundo operador midiendo todas las muestras una vez en orden aleatorio,
4. Continuar hasta que todos los operadores hayan medido las muestras una vez.
5. Repetir el paso #2 al paso #4 para el número requerido de operadores.
6. Registrar los resultados en el software y obtener la reproducibilidad y la repetibilidad.

3.3 Determinación de humedad (método 44-19 AACC).

Aparatos:

1. platos (charolas) de aluminio para humedad con un diámetro de aproximadamente 55 mm y no más de 4 mm de profundidad y provisto por una cubierta (tapa).
2. Desecador hermético con silica deshidratado
3. Horno de aire (preferiblemente de tiro forzado) capaz de mantener 135 ° C, y provisto de un termómetro que atraviesa el horno de tal manera que la punta del bulbo quede nivelada con la parte superior de los platos de humedad

Procedimiento:

1. Poner las charolas de metal codificadas a peso constante durante una hora en la estufa a una temperatura de 135°C.
2. Dejar enfriar en el desecador por un lapso de 30 a 40minutos.
3. Con la ayuda de unas pizas, trasladar la charola a la balanza analítica para obtener su peso. Registrar.
4. Tarar la balanza y pesar 2.0000 g ± 0.0002 g de galletas (marías y animalitos, Registrar,
5. tapar la charola y con las pinzas trasladar a la estufa. Dejar las muestras durante dos horas a una temperatura de 135°c.

Capitulo IV: Criterios de aceptación r y r

Porcentaje de variación del proceso	Aceptabilidad
Menos de 10%	El sistema de medición es aceptable.
Entre 10% y 30%	El sistema de medición es aceptable dependiendo de la aplicación, el costo del dispositivo de medición, el costo de la reparación u otros factores.
Más de 30%	El sistema de medición no es aceptable y debe ser mejorado.

Porcentaje de los componentes de la varianza	Aceptabilidad
Menos de 1%	El sistema de medición es aceptable.
Entre 1% y 9%	El sistema de medición es aceptable dependiendo de la aplicación, el costo del dispositivo de medición, el costo de la reparación u otros factores.
Más de 9%	El sistema de medición no es aceptable y debe ser mejorado.

Capítulo V: Resultados

Para la obtención de resultados del %humedad, se utilizó una hoja de cálculo en Excel, Para el análisis r y r se realizó en el programa Minitab 18.

Tabla 1.5.1 % de humedad

1	**3.6**	**3.86**	**3.82**
2	3.64	3.56	3.75
3	3.5	3.62	3.44
4	3.98	4.87	3.85
5	4.35	4.18	4.38
6	4.14	4.16	4.17
7	3.87	2.81	2.79
8	4.17	4.31	4.18
9	4.18	3.8	3.8
10	3.17	3.03	3.21

En la tabla 1.5.1 se puede observar los resultados expresados en % de humedad analizados por triplicado del primer analista

Tabla 1.5.2 % de humedad

1	**4.08**	**3.93**	**3.77**
2	3.92	3.85	3.76
3	3.66	3.6	3.48
4	4.09	4.01	4.28
5	4.46	4.56	4.55
6	4.71	4.63	4.46
7	3.19	3.1	3.14
8	4.43	4.38	4.46
9	4.37	4.2	4.25
10	3.39	4.6	3.62

En la tabla 1.5.2 se pueden observar los resultados expresados en % de humedad analizados por triplicado del segundo analista

Tabla 1.5.3 % de humedad

1	**4.12**	**4.01**	**4.01**
2	3.85	3.93	3.93
3	3.93	4	4
4	4.03	4.29	4.29
5	4.63	4.56	4.56
6	4.82	4.92	4.92
7	3.27	3.16	3.16
8	4.53	4.37	4.37
9	4.14	4.17	4.17
10	3.37	3.42	3.42

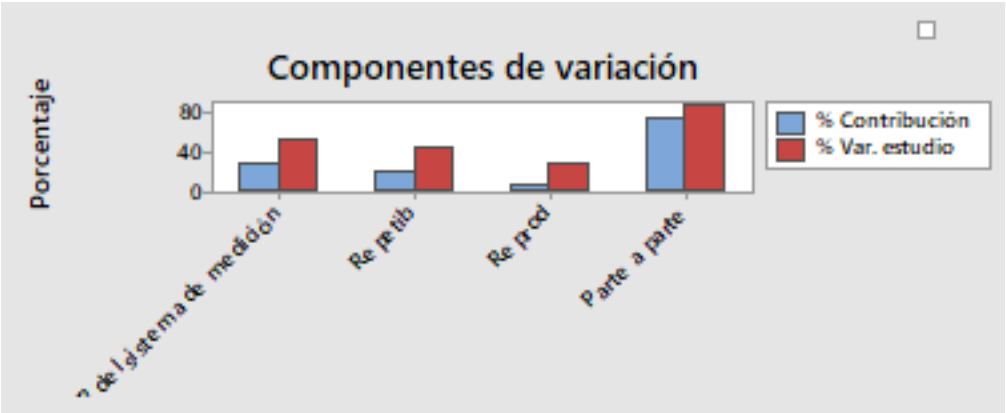
En la tabla 1.5.3 se puede observar se pueden observar los resultados expresados en % de humedad analizados por triplicado del tercer analista

Tabla 1.5.4. Resultados de las corridas de repetibilidad y reproducibilidad

	% de contribución de Comparación de la varianza
R y R total	**27.19**
	% de variación de estudio
R y R total	**52.14%**

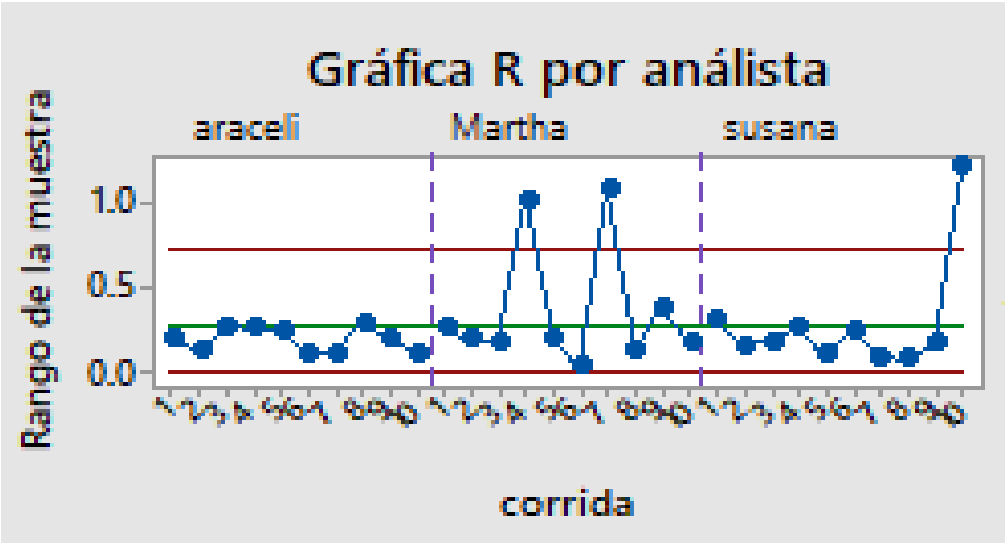
En la tabla 1.5.4 se observa los resultados de la corrida de r y r obtenidos del programa miniTab 19

Gráfica 1: componentes de variación



En la gráfica 1 se puede observar que la reproducibilidad es menor que la repetibilidad de acuerdo con la contribución del r y r total de medición

Gráfica 2: Gráfica R por analista



En la gráfica 2 se puede observar el rango de la muestra por cada corrida, siendo Araceli la única analista que se mantiene dentro de éste.

Capitulo VI: Conclusiones y discusiones

Conclusión y discusión

De acuerdo con los resultados obtenidos y en base a los criterios de aceptación del estudio r y r, puedo concluir que las 10 corridas analizadas por triplicado en el proceso de medición son inaceptables.

La repetibilidad es mayor que la reproducibilidad, esto se debe a que las condiciones ambientales del laboratorio no son las más recomendables ya que éste se encuentra expuesto a ruidos y vibraciones frecuentemente, cuando realizan análisis de granulometría, este equipo genera muchas vibraciones que no permite la estabilidad de la balanza analítica, además que la temperatura y humedad del ambiente no son constantes. Existen otros factores que influyen en los malos resultados, como son:

- Pesar las charolas no a temperatura ambiente, ya que la balanza es altamente sensible por lo mismo se recomienda no ponerlas a lado de corrientes de aire.
- No pesar ni leer resultados cuando la balanza está estable
- Dejar sucio el plato de la balanza

El proceso de obtención de % de humedad se realiza todos los días, y de acuerdo con el estudio sus resultados no son altamente confiables, para tener una medida aproximada, se obtiene el % de humedad a través de la termobalanza y se comparan los dos resultados.

Como medida correctiva, ubicar en un sitio con mejores condiciones ambientales en el laboratorio sería una buena alternativa para corregir los datos y así obtener mejores y confiables resultados.

Anexos

Cálculo y Expresión de los resultados en % de humedad.

La humedad del producto expresada en porcentaje es igual a

$$\% \text{ de Humedad} = \frac{[(F2+G2)-H2]*100}{G2}$$

Donde:

F2: masa de la cápsula vacía, en gramos

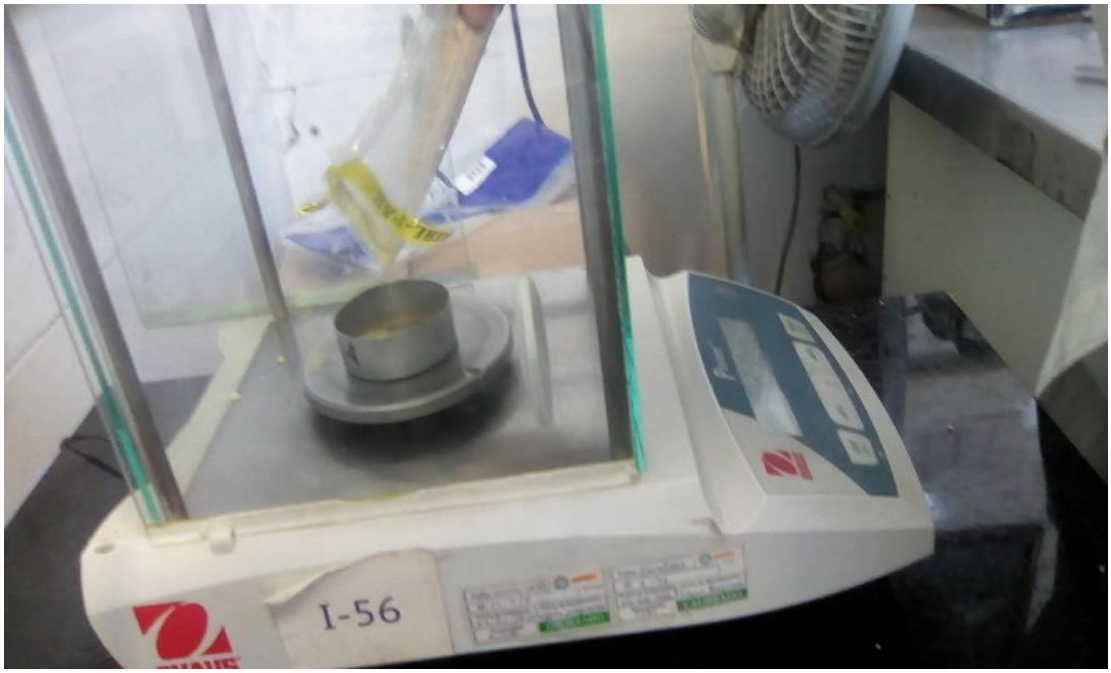
G2: masa de muestra antes del secado, en gramos

H2: masa de la cápsula más la muestra desecada, en gramos

Promediar los valores obtenidos y expresar el resultado con dos decimales.

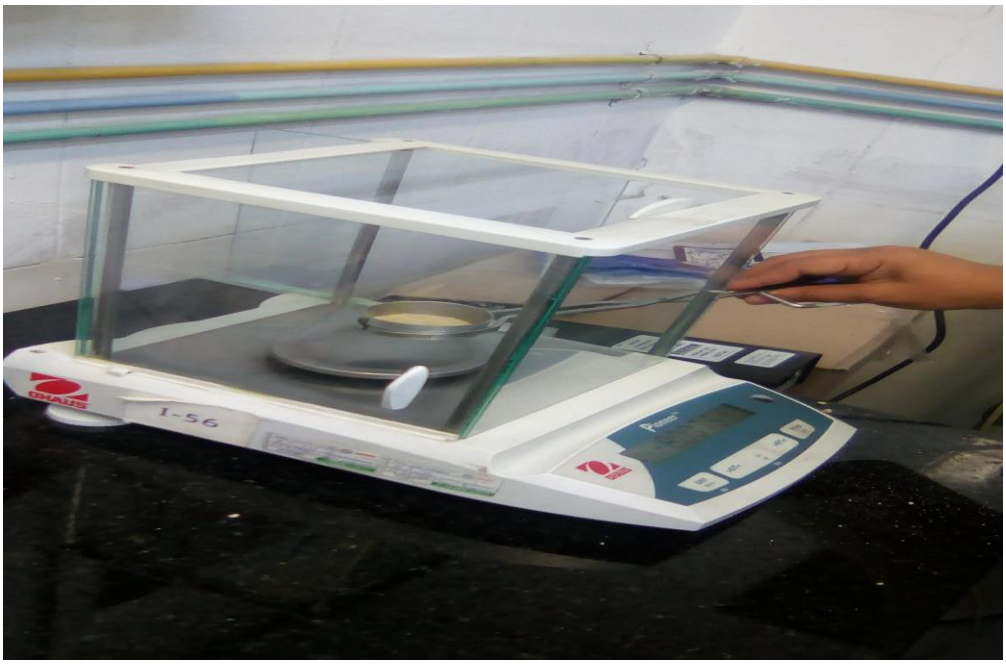
Imágenes

Imagen 1:



En la imagen 1 se puede observar la colocación de la muestra en la charola a peso constante.

Imagen 2



Charola con muestra sujetadas con pinzas, esto para evitar

El contacto con las manos y la absorción de humedad.

Imagen 3

Muestras colocadas en la estufa para ser trabajadas