

programa de rondas interlaboratorio de análisis de alimentos



PROTOCOLO DE OPERACION Y ANALISIS DE LOS DATOS

1. INTRODUCCION

El Programa de Rondas Interlaboratorios de Análisis de Alimentos – PRIDAA, surgió en el marco del Capítulo para Costa Rica del Sistema Latinoamericano de Composición de Alimentos (CR-LATINFOODS), donde se detectaba la necesidad de realizar ensayos de aptitud de los laboratorios del país que realizan este tipo de análisis, con el propósito de contar con datos de calidad en composición de alimentos, y de apoyar a los laboratorios a mejorar su capacidad analítica.

El Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos asumió entonces la responsabilidad de diseñar un Programa de rondas Interlaboratorio que supliera la necesidad de información objetiva y confiable sobre el desempeño de los laboratorios de análisis de composición de alimentos.

En el mes de mayo de 1998 se comenzó a ejecutar el Programa de Rondas Interlaboratorios de Análisis de Alimentos – PRIDAA, siguiendo los lineamientos de la entonces vigente Guía ISO/IEC 43-1:2000: Ensayos de aptitud por comparaciones interlaboratorio. Parte 1: Desarrollo y funcionamiento de programas de ensayos de aptitud.

En el año 2011, luego de aprobada la norma ISO/IEC 17043:2010, el CITA se abocó al desarrollo del Sistema de Gestión de Calidad del PRIDAA, enmarcado en un proyecto de investigación que cuenta con el Apoyo de la Vicerrectoría de Investigación de la Universidad de Costa Rica, a través del PROCOA: Programa de Cooperación para la Acreditación.

2. ESTRUCTURA Y ORGANIZACION DEL PRIDAA

2.1. Organizador:

Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos (CITA). Universidad de Costa Rica.

Ciudad Universitaria Rodrigo Facio / Detrás de la Facultad de Ciencias Agroalimentarias. San José. Costa Rica.

2.2. Estructura organizativa de PRIDAA:

PRIDAA es uno de los 5 procesos característicos del CITA, junto con los procesos de Investigación, Capacitación, Asesorías y Servicios Analíticos.

El CITA ha designado una Coordinadora del PRIDAA y un Asistente, responsables de la operación del programa.

Coordinadora: MSc. Mónica Lois, Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos (CITA), Universidad de Costa Rica.

El equipo se complementa con personal del CITA que brinda apoyo en la Gestión de Calidad del programa, apoyo administrativo (compras, facturación y cobro apoyo logístico para envío de muestras), así como la asesoría en temas estadísticos.

La estructura organizativa está documentada en el Organigrama-PRIDAA.

La relación del personal de PRIDAA con el resto de la organización se presenta en forma esquemática en el Organigrama General del CITA. El CITA asegura a través de la completa independencia del Coordinador de PRIDAA de las actividades de Servicios Analíticos, que no existan conflictos de interés que pudieran influir en las actividades o en la imparcialidad de las decisiones.

PRIDAA tiene relación con Servicios Analíticos del CITA porque:

- PRIDAA subcontrata a Servicios Analíticos – Laboratorio de Química, localizado en el área de laboratorios del CITA, para la realización de los ensayos para las pruebas de homogeneidad y estabilidad de las muestras.
- Servicios Analíticos es participante de PRIDAA.

El Programa PRIDAA no cuenta con un Comité Consultivo fijo y permanente. En caso de requerir pericia técnica en temas específicos, se consulta a investigadores del CITA, como primera opción y a profesionales de laboratorios especializados, como segunda opción. Se mantendrá evidencia de la consulta y respuestas.

2.3. Generalidades

PRIDAA define como Ronda interlaboratorio a la distribución de un material de ensayo entre los laboratorios participantes, que deberán analizar el material en algunos o todos los análisis que se indiquen, y devolver los resultados al coordinador de la Ronda. Estos resultados son sometidos a un análisis estadístico que permite determinar el desempeño de cada laboratorio. La información sobre el desempeño de los laboratorios se presenta en un Informe de la Ronda, diseñado de tal manera que asegura la confidencialidad de la información generada por cada laboratorio.

El presente Protocolo de Operación describe la forma de operar de este Programa y debe estar disponible para los participantes a través del sitio web del CITA: <http://cita.ucr.ac.cr/pridaa>, lo cual es notificado a los participantes nuevos y existentes, cuando realizan su registro cada año.

Los materiales para evaluar un grupo de ensayos se repartirán en una frecuencia definida en una programación anual (PR-PRIDAA-01) y en el Formulario de Registro

de Participantes (R-PRIDAA-01) que se divulga entre potenciales participantes y en la página web del CITA: <http://cita.ucr.ac.cr/pridaa>. En los primeros dos meses después de enviadas las muestras, se realizará la distribución, análisis de los materiales y reporte de resultados. En los meses tercero y cuarto se recolectarán y analizarán los resultados y se distribuirá el informe de la Ronda.

2.4 Ensayos y tipo de materiales de ensayo

PRIDAA se ha concentrado en la determinación de componentes nutricionales de alimentos, que sean analizados por un número importante de los laboratorios participantes, como es el caso del análisis proximal (humedad, grasa, proteína (nitrógeno) y cenizas), análisis de algunos minerales, como Fe y Ca, y de análisis importantes desde el punto de vista nutricional, para los diferentes tipos de muestras, como ser Lactosa en productos lácteos, Fibra Dietética en granos y cereales, Perfil de ácidos grasos, Sodio en productos cárnicos, azúcares y vitamina C en frutas y derivados. En la Carta que acompaña a cada muestra, en cada Ronda, se indica cuáles son los mensurandos a ensayar, así como cualquier otra información que los laboratorios deban conocer para su participación. Esta información se pone a disposición de los participantes en la página web del CITA: <http://cita.ucr.ac.cr/pridaa>.

Los alimentos a ensayar serán de diferentes grupos de alimentos (cereales y leguminosas, cárnicos, lácteos y frutas y vegetales), definidos de acuerdo al interés de los participantes, siempre considerando muestras representativas del tipo de alimento (o sea, que los mensurandos se encontrarán en las concentraciones típicas de ese tipo de alimento). En cada grupo se escogerán aquellos alimentos para los que pueda asegurarse homogeneidad y estabilidad durante 2 meses, almacenados y distribuidos a temperatura ambiente.

Los materiales de ensayo, serán homogeneizados y fraccionados en la planta piloto del Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos (CITA, Universidad de Costa Rica), partiendo de alimentos empacados adquiridos comercialmente. Para algunos alimentos (derivados de frutas y cárnicos) se solicitan unidades del mismo lote de producción a alguna industria local o en comercios y el CITA asume solamente el proceso de identificación y distribución. La distribución de los materiales entre los participantes se realizará por correo certificado, mensajería o serán puestos a disposición para ser retirado por los propios laboratorios, si lo desean.

2.5 Criterios de participación

Los participantes serán aquellos laboratorios de análisis de alimentos interesados en evaluar su desempeño en los análisis que PRIDAA ofrece. El requisito principal para la participación en las Rondas, es que el laboratorio adquiera el compromiso de cumplir con los plazos establecidos para la entrega de resultados, y que se responsabilice de la devolución de los mismos al coordinador del Programa, además de pagar una cuota de participación por cada Ronda. Los costos de participación se presentan cada año, junto con el cronograma de Rondas.

No se limita el número ni el tipo de participantes para un ensayo o ronda: en caso de pocos participantes se mitiga el riesgo de no poder calcular un valor Z confiable, según lo indicado en la sección 6: Riesgos asociados a los ensayos de aptitud.

2.6 Organización

Cada Ronda interlaboratorio de PRIDAA se organizará de la siguiente manera:

- preparación y determinación de homogeneidad del material de ensayo según el Procedimiento P-PRIDAA-02.
- distribución de los materiales de ensayo a los participantes, en fechas establecidas con anticipación en el Programa Anual PR-PRIDAA-01: inicio del mes 1.
- análisis de los materiales por los participantes y reporte de los resultados en formatos establecidos (R-PRIDAA-05, R-PRIDAA-06, R-PRIDAA-07, R-PRIDAA-08 y R-PRIDAA-12) al coordinador de la Ronda (al final del mes 2, a menos que se trate de material inestable).
- análisis estadístico de los resultados y determinación del desempeño de los laboratorios participantes (meses 3 y 4) según procedimiento P-PRIDAA-03 Análisis de datos y Elaboración de informe.
- distribución del Informe de la Ronda (R-PRIDAA-11), con la información del desempeño (mes 4).

2.7 Control de calidad del material de ensayo

Los materiales de ensayo distribuidos en el PRIDAA tendrán suficiente estabilidad como para permanecer inalterados durante los 2 meses que los laboratorios cuentan para realizar los ensayos.

Los materiales serán evaluados en cuanto a homogeneidad y estabilidad en un laboratorio subcontratado, siguiendo el procedimiento P-PRIDAA-02 y utilizando el registro R-PRIDAA-04 Preparación de Muestras y Evaluación de la Homogeneidad, basado en "The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories", de IUPAC (2006). Solo podrán ser subcontratados laboratorios acreditados según ISO 17025 para los ensayos requeridos.

El laboratorio subcontratado es evaluado según el Procedimiento de evaluación de proveedores P-AP-007, del CITA, utilizando el formulario R-AP-003 Evaluación de proveedores. Esta evaluación se realiza anualmente.

2.8 Elección del método de análisis

Los participantes utilizarán el método de análisis que ellos escojan. En ciertas ocasiones puede ser recomendado algún método de análisis en particular, pero de todas maneras el laboratorio podrá aplicar el método de su elección.

Se solicitará a los participantes información breve sobre el método empleado en el registro: R-PRIDAA-05, R-PRIDAA-06, R-PRIDAA-07, R-PRIDAA-08 y R-PRIDAA-12,

según el material analizado, para cualquier consideración que hubiera que hacerse a la hora del cálculo del valor asignado. La información del método empleado por cada laboratorio se reporta en el mismo informe (R-PRIDAA-11), de modo que los participantes puedan sacar conclusiones en relación a método vs desempeño.

2.9 Establecimiento de los valores asignados

Los valores asignados para un material de ensayo utilizado en PRIDAA serán estimados a partir de los resultados obtenidos por los propios laboratorios participantes, luego de la exclusión de los valores aberrantes. El estadístico empleado para cada estimación de valor asignado y su incertidumbre, se describe en el informe de cada Ronda (R-PRIDAA-11) y el procedimiento de cálculo en el Procedimiento de Análisis de Datos P-PRIDAA-03.

3. REPORTE DE RESULTADOS DE ANALISIS

Se aconseja a los laboratorios participantes que traten los materiales de ensayo del Programa como si fueran una muestra más en su rutina de análisis. El Programa enviará a los participantes, junto con el material de ensayo, un formulario (R-PRIDAA-05, R-PRIDAA-06, R-PRIDAA-07, R-PRIDAA-08 y R-PRIDAA-12) para que sea completado y devuelto al coordinador. Los formularios se pondrán a disposición de los participantes en la página web del CITA: <http://cita.ucr.ac.cr/pridaa>

En este formulario se debe completar un valor único para cada uno de los análisis comprendidos en la Ronda en los que el laboratorio haya participado. Este valor único será calculado por cada laboratorio a partir de las réplicas que normalmente realicen. También se solicitan los valores individuales de las réplicas, en caso de haberlas realizado. Esto porque puede ser de utilidad tener información de la repetibilidad de los métodos empleados.

El formulario incluye también la información solicitada sobre el método de análisis empleado.

4. ANALISIS ESTADISTICO REALIZADO POR PRIDAA

Se seguirán los procedimientos estadísticos recomendados por IUPAC, 2006, en "The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories".

4.1 Garantía de homogeneidad del material de ensayo

Normalmente se determinará la homogeneidad del material de ensayo para algunos de los analitos a analizar en la Ronda.

Una vez que el material ha sido dividido y empacado para su distribución entre los participantes, se toman un número de unidades al azar (generalmente $n=10$), para realizar los análisis (por duplicado). El procedimiento detallado y los criterios de aceptación de la homogeneidad se describen en el P-PRIDAA-02 Preparación de Muestras y Evaluación de la Homogeneidad y los cálculos y resultados quedan registrados en R-PRIDAA-04.

4.2 Cálculo de los valores Z (estadístico de desempeño).

Los valores Z se calculan de la siguiente manera:

$$Z = (x - X) / \sigma$$

donde: x es el valor reportado como resultado para un analito

X es el valor asignado, como estimación de la concentración "real" del analito

σ es la "desviación estándar para evaluación de desempeño" basada en la adecuación al propósito.

Para definir el valor "meta" para la desviación estándar, podrá recurrirse a la información publicada en revistas especializadas (Journal del AOAC, por ejemplo) sobre estudios colaborativos, donde se reporta el valor de la desviación estándar relativa entre laboratorios (%RSD_R) para un determinado tipo de producto (Prichard, 1995). En los casos en que no se disponga de esta información se utilizará la ecuación desarrollada por Horwitz (1982):

$$\%RSD_R = 2^{(1-0.5 \log C)}$$

donde C es X expresado en potencia de 10 (por ejemplo, $X = 1$ ppm, $C = 10^{-6}$).

4.3 Interpretación de los resultados

La clasificación de los resultados, tomando como base el valor Z, es:

$|Z| \leq 2$, satisfactorio

$2 < |Z| \leq 3$, cuestionable

$|Z| > 3$, insatisfactorio

5. INFORMACION A LOS PARTICIPANTES

Los participantes reciben un Informe con los resultados de la Ronda (R-PRIDAA-11), donde los laboratorios son identificados solamente por un código, indicado en la primera hoja del Informe que ese laboratorio recibe. Esta medida asegura la confidencialidad de la información que el Programa genera. Los códigos cambiarán en cada Ronda, ya que se asignarán por el orden de llegada de los resultados de los análisis al coordinador.

El Informe indicará los valores Z para los laboratorios participantes, para cada analito. Además, incluirá información sobre los métodos empleados por los diferentes laboratorios, relacionado con el desempeño obtenido. También se presentará un resumen del desempeño de los laboratorios para cada analito en forma de gráfico. El informe incluirá también comentarios en relación al desempeño global en la Ronda.

El informe incluirá los valores utilizados en el cálculo de Z: X (Valor asignado) y σ (desviación estándar para evaluación de desempeño), así como la incertidumbre en la estimación de X. Estos valores en ningún caso serán informados a los laboratorios, antes del envío del informe. Esto para evitar que los participantes puedan obtener alguna ventaja por hacer divulgaciones anticipadas.

La información sobre el desempeño de cada laboratorio será confidencial entre el laboratorio y el Coordinador y el Asistente de PRIDAA, que son las únicas personas que conocen la identidad de cada código.

La Coordinación de PRIDAA estará a disposición para aclarar o ampliar la información en relación a la Ronda, asesorar en la interpretación de los resultados, u otras consultas que puedan presentar los participantes.

5.1. Política de uso de los Informes

Los informes de PRIDAA, que son distribuidos a los participantes en forma electrónica protegida de alteraciones, pueden ser utilizados por los laboratorios:

- Para identificar errores sistemáticos o aleatorios en la realización de sus ensayos.
- Para mostrar su desempeño a clientes u organismo de acreditación
- Para evaluación de nuevos métodos, analistas, condiciones de laboratorio, etc.
- Como fuente de información sobre métodos utilizados por otros laboratorios y su desempeño, o de información como la reproducibilidad interlaboratorios aceptable y la que se da en cada ronda.

En todos los casos, los laboratorios tendrán que utilizar el informe en pdf tal cual fue enviado, sin modificaciones, derivaciones o cálculos posteriores. Cualquier cálculo posterior, realizado por un laboratorio, no es respaldado por el Programa. Cualquier modificación que se requiera debe ser solicitada al Coordinador del Programa, que verificará si es pertinente y emitirá un nuevo informe.

5.2. Otras comunicaciones con los Participantes.

Se mantendrá informado a los participantes, a través de correo electrónico, de:

- cualquier retraso o dificultad en el envío de las muestras, así como la información que necesiten para rastreo del envío.
- cualquier retraso o dificultad en el envío del Informe de Resultados.

Retroalimentación de los participantes: CITA tiene definido un procedimiento para la gestión de sugerencias, quejas, reclamos o apelaciones (P-GC-08), que requiere que el participante brinde información básica de la situación. Para recopilar esa información, se pone a disposición de los participantes un formulario Boleta de Opinión (R-GC-019) que se encuentra disponible en el sitio web del CITA: www.cita.ucr.ac.cr/suopinion o que se comunique directamente al correo de PRIDAA: pridaa.cita@ucr.ac.cr

6. RIESGOS ASOCIADOS A LOS ENSAYOS DE APTITUD.

Los principales riesgos asociados a este tipo de programa, se tratan de evitar siguiendo procedimientos definidos y respaldados por la literatura experta.

Son fuentes de error para este tipo de programas:	Se controlan a través de:
Materiales no homogéneos	Prueba de homogeneidad
Materiales no estables	Selección de alimentos con vida útil mucho mayor a 2 meses. Prueba de estabilidad.
Laboratorios que utilizan métodos no adecuados	No se consideran sus resultados para el cálculo del valor asignado.
Bajo número de participantes	Uso de estadísticos adecuados para n baja. Verificación de la incertidumbre del valor asignado y cumplimiento de criterios recomendados.
Confabulación entre participantes	No distribuir lista de contactos de los laboratorios participantes. En caso de detectar esta situación, se cancela la participación de los laboratorios involucrados del Programa.
Falsificación de resultados	No se puede prever. En caso de detectar esta situación, se cancela la participación del laboratorio del Programa.
Muestras no lleguen a destino o lleguen en malas condiciones	Si se identifica esta situación a tiempo para que el laboratorio reciba otra muestra y pueda analizarla antes de la fecha límite, se vuelve a enviar el material, habiendo identificado la causa del problema de envío y corregido. Si no da tiempo para enviar otra muestra, se le acredita al laboratorio lo pagado por la participación, para una ronda posterior.

7. REFERENCIAS

INTE ISO/IEC 17043:2010. Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud.

Prichard, E., 1995. Quality in the Analytical Chemistry Laboratory. Laboratory of the Government Chemist. John Wiley & Sons. Reino Unido.

IUPAC, 2006. "The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories", Pure App.Chem, Vol.78, N° 1, pp.145-196.

Wernimont, G.T., 1993. Use of statistics to develop and evaluate analytical methods. AOAC, Virginia.

ISO 13528:2005. "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons", 2005-09-01