

programa de rondas interlaboratorio de análisis de alimentos



PROTOCOLO DE OPERACIÓN Y ANÁLISIS DE LOS DATOS

1. INTRODUCCIÓN

PRIDAA – Programa de Rondas Interlaboratorios de Análisis de Alimentos, define como Ronda interlaboratorios 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 organizador 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 está 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.

PRIDAA es coordinado por el Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos desde mayo de 1998 y cuenta con el apoyo de la Vicerrectoría de Investigación de la Universidad de Costa Rica.

El programa se encuentra acreditado por el Ente Costarricense de Acreditación, según la norma INTE-ISO/IEC 17043:2010 Evaluación de la Conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud, para el Alcance descrito en el sitio eca.or.cr



2. ESTRUCTURA ORGANIZATIVA 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 y Gerente Técnica: MSc. Mónica Lois, Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos (CITA), Universidad de Costa Rica.

Subgerente Técnica: MSc. Rebeca López, 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. La política del CITA es asegurar, 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.

3. Diseño del Programa PRIDAA

3.1 Planificación

PRIDAA es un programa que se desarrolla en forma regular por lo que muchas de las actividades se planifican en forma general, para todas las Rondas, y se describen en el presente documento. Los materiales para evaluar un grupo de ensayos se distribuyen 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 por correo electrónico y en la página web del CITA: <http://cita.ucr.ac.cr/pridaa>. En los primeros dos meses después de enviadas las muestras, se realiza la distribución, análisis de los materiales y reporte de resultados. En los meses tercero y cuarto se recolectan y analizan los resultados y se distribuye el Informe de la Ronda.

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 analitos a ensayar, así como cualquier otra información que los laboratorios deban conocer para su participación.

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

- Preparación y determinación de homogeneidad y estabilidad 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 (por ejemplo, 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).
- 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).

La planificación de las etapas que se desarrollan en PRIDAA, incluyendo los responsables y documentos relacionados se describe en el Plan de Calidad PC-PRIDAA-01.

3.2 Preparación de los ítems de ensayo de aptitud

Los alimentos a ensayar pertenecen a diferentes grupos: cereales y leguminosas, cárnicos, lácteos, café y frutas y vegetales, definidos de acuerdo al interés de los participantes, siempre considerando muestras representativas del tipo de alimento: o sea, que los analitos se encontrarán en las concentraciones típicas de ese tipo de alimento. En cada grupo se escogen aquellos alimentos para los que pueda asegurarse homogeneidad y estabilidad durante 3 meses, almacenados y distribuidos a temperatura ambiente.

Los materiales de ensayo son 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, por ejemplo) 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 preparación de los materiales de ensayo se describe en el procedimiento P-PRIDAA-02 Preparación de Muestras y Evaluación de la Homogeneidad y Estabilidad. La distribución de los materiales entre los participantes se realiza por servicios subcontratados de correo certificado, courier, encomienda o mensajería o son puestos a disposición para ser retirado por los propios laboratorios, si lo desean.

3.3 Homogeneidad y estabilidad

Los materiales de ensayo distribuidos en el PRIDAA tendrán suficiente estabilidad como para permanecer inalterados durante los 3 meses entre que se preparan las muestras y que los laboratorios deben entregar los resultados de sus ensayos.

Los materiales son evaluados en cuanto a homogeneidad y estabilidad en un laboratorio subcontratado, siguiendo el procedimiento P-PRIDAA-02 Preparación de Muestras y Evaluación de la Homogeneidad y Estabilidad. Las metodologías de cálculo para confirmar la homogeneidad y estabilidad de los materiales son basadas en la norma ISO 13528:2016. Metrología. Métodos estadísticos para utilizar en ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorios.

Solo podrán ser subcontratados laboratorios acreditados según ISO 17025 para los ensayos requeridos. Se pueden realizar excepciones siempre que el laboratorio esté acreditado para otros ensayos y pueda demostrar que el método que utilizan está controlado (metodologías de control de calidad implementadas).

El Laboratorio de Química del Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos – CITA es el único laboratorio aprobado para subcontratación, acreditado por ECA, acreditaciones LE-035, LE-035 A01, LE-035 A02, LE-035 A03, LE-035 A04. Para aprobar otros laboratorios se debe seguir lo indicado en P-PRIDAA-02 sección 4.3.

3.3.1 Garantía de homogeneidad del material de ensayo

Se determina la homogeneidad del material de ensayo para 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 método estadístico que se emplea es el ANÁLISIS DE VARIANZA (ANDEVA) para identificar si hay diferencias entre las unidades.

Pueden utilizarse pruebas adicionales al ANDEVA. 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 Estabilidad. Los cálculos y resultados quedan registrados en R-PRIDAA-04.

Una muestra con un analito para el que no pudo confirmarse la Homogeneidad podrá ser enviada de todos modos y esto será informando a los laboratorios. Si para ese analito se puede calcular Z' , el valor de la incertidumbre por la falta de homogeneidad quedará considerado en la incertidumbre de X y ésta se incluye en el cálculo de Z' , por lo que los laboratorios no se verían perjudicados por una falta de homogeneidad. Si la homogeneidad no puede ser confirmada para más de un analito, la muestra no se envía, y la ronda se reprograma.

3.3.2 Garantía de estabilidad del material de ensayo

La evaluación de la “suficiente estabilidad” de los materiales de ensayo se realiza al menos una vez cada 2 años, en cada uno de los tipos de muestras. La “suficiente estabilidad” implica que cualquier cambio que ocurra entre el momento de preparación de la muestra y el tiempo límite de 2 meses que los participantes tienen para enviar los resultados (aproximadamente 3 meses), sea de magnitud despreciable con relación a la interpretación de los resultados.

Para realizar el test de estabilidad se toman 6 unidades de material de ensayo y se mantienen: 3 como Control, a temperaturas de refrigeración ($4-5^{\circ}\text{C}$) desde el momento de preparada la muestra, hasta el tiempo límite de los laboratorios; las otras 3 se mantienen a aproximadamente 37°C , para acelerar cualquier cambio que pueda ocurrir en ese tiempo. Las 6 unidades almacenadas se analizan en el laboratorio subcontratado, asegurando la aleatoriedad. Esta metodología permite anular el efecto de diferencias analíticas que podría haber cuando las

muestras se analizan en diferentes momentos, pudiendo asignarse estas diferencias analíticas como inestabilidad del analito en la muestra.

El método estadístico que se emplea es t-Test: Two-Sample Assuming Equal Variances, para la comparación de medias. El método permite determinar si las diferencias en los analitos a ensayar en las unidades almacenadas en las 2 condiciones no son estadísticamente significativas lo cual confirma que en ese tiempo y en condiciones que podrían acelerar las modificaciones, los analitos se mantuvieron estables.

Pueden utilizarse pruebas adicionales a la prueba T-Student. El procedimiento detallado y los criterios de aceptación de la estabilidad se describen en el P-PRIDAA-02 Preparación de Muestras y Evaluación de la Homogeneidad y Estabilidad y los cálculos y resultados quedan registrados en R-PRIDAA-23.

En caso de que no pueda confirmarse la estabilidad y dado que al momento de tener los resultados los laboratorios ya habrán realizado los análisis, se podrá, para ese analito, utilizar como estadístico de desempeño el valor Z' (criterio de evaluación), que incluye la incertidumbre en la estimación de X. Al ser X calculada por el consenso de los participantes, cualquier efecto de inestabilidad de las muestras se reflejará en la incertidumbre de X.

3.4 Diseño estadístico

Para el diseño estadístico del Programa, se han seguido los procedimientos recomendados por la Norma ISO 13528 "Metrología. Métodos estadísticos para utilizar en ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorio" y el protocolo de IUPAC, 2006, "The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories".

3.4.1 Cálculo de los estadísticos de desempeño Z o Z'

Los estadísticos de desempeño utilizados en PRIDAA son los valores Z o Z'. Si se cumple la siguiente desigualdad, se utiliza Z. Si no se cumple, Z': $u(X) > 0,3^* \sigma_P$.

$$Z = \frac{(x-X)}{\sigma_P} \qquad Z' = \frac{(x-X)}{\sqrt{\sigma_P^2 + u(x)^2}}$$

donde:

x es el valor reportado por el laboratorio, para ese analito

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

σ_P es la desviación estándar para el Ensayo de Aptitud, basada en la "adecuación al propósito".

u(x) es la incertidumbre estimada para X

La idea principal de los Valore Z o Z' es hacer que los estadísticos de desempeño de las pruebas de aptitud sean comparables, de modo que el significado del estadístico es inmediatamente evidente, sin importar la concentración o identidad del analito, la naturaleza del material de prueba, el principio físico subyacente a la medición analítica o la organización que proporciona el esquema.

Una descripción más detalla del cálculo de Z y Z' se describe en el Procedimiento P-PRIDAA-03 Procedimiento de análisis de datos y elaboración del informe.

3.4.2 Establecimiento de los valores asignados X y su incertidumbre u(X)

Los valores asignados para un material de ensayo utilizado en PRIDAA serán estimados a partir de los resultados obtenidos por los propios laboratorios participantes, o sea, de consenso, luego de la eliminación de impericias (ISO 13528, 6.3). Esta es una forma aceptable y muy utilizada para este tipo de matrices, donde se busca realizar la evaluación en alimentos típicos, lo que hace muy difícil tener una concentración conocida de los analitos de interés. Al no poderse confirmar la exactitud de X, esta metodología hace que los valores asignados no tengan trazabilidad metrológica.

El estadístico de localización empleado para cada estimación de valor asignado y su incertidumbre se especifica en el informe de cada Ronda (R-PRIDAA-11), utilizándose la Media Robusta (Algoritmo A), la Mediana o la Media, dependiendo del número de laboratorios participantes.

La incertidumbre del Valor asignado por consenso de los participantes se estima a partir de una estimación de dispersión de los resultados que corresponda al estadístico de localización utilizado.

Los procedimientos de cálculo del valor asignado y su incertidumbre se describen en el Procedimiento de Análisis de Datos y Elaboración del Informe P-PRIDAA-03.

3.4.3 Establecimiento de la desviación estándar para evaluación de desempeño σ_P

Para definir el valor “meta” para la desviación estándar (desviación estándar para evaluación de desempeño σ_P), podrá recurrirse a diferentes fuentes: la información publicada en revistas especializadas sobre estudios colaborativos donde se reporta el valor de la desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad entre laboratorios para un determinado tipo de producto, la experiencia de rondas previas de PRIDAA, por criterio de experto, de la variabilidad de los propios laboratorios, o, uno de los más usado en el sector de alimentos: el modelo definido en la ecuación de Horwitz (1982) (ISO 13528):

$$\begin{array}{ll} 0,22 C & C < 1,2 \times 10^{-7} \\ 0,02 C^{0,8495} & 1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138 \\ 0,01 C^{0,5} & C > 0,138 \end{array}$$

donde C es la concentración, expresada como fracción másica (% x 10⁻² o mg/100g x 10⁻⁵)
Los criterios para la selección se describen en el Procedimiento de Análisis de Datos y Elaboración del Informe P-PRIDAA-03

3.4.4 Elección del método de análisis

Los participantes utilizarán el método de análisis que usan normalmente para ese tipo de muestra. 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.

Cuando se inicia el análisis de los datos de los participantes, se realiza un análisis gráfico a través del gráfico de densidad de kernel. La distribución permite identificar visualmente si puede haber multimodalidad, que podría deberse al uso de métodos de ensayo que no miden exactamente la misma porción del componente del alimento.

La política de PRIDAA con relación a la comparación de resultados obtenidos por métodos diferentes es que:

- Si el método que utilizó el laboratorio es un método no apropiado para el tipo de muestra, su resultado no se usa para la estimación de X , pero si se calcula su estadístico de desempeño.
- Si el método que utilizó el laboratorio es un método apropiado, pero arroja un resultado diferente a los que utilizan un método predominante (en número de participantes que lo usan), su resultado no se utiliza para el cálculo de X , pero se calcula su estadístico de desempeño a modo informativo.
- Si hay un número de laboratorios que utilizan dos o más tipos de métodos diferentes y en el gráfico de densidad de kernel se observa multimodalidad, se calculan 2 valores de X diferentes. Para cada grupo de resultados se calcula el Z o Z' con el valor X estimado con el mismo método, lo cual se indica en forma clara en el informe R-PRIDAA-11.

4. OPERACIÓN DE PRIDAA

4.1 Criterios de participación

Los participantes son aquellos laboratorios de análisis de alimentos interesados en evaluar su desempeño en los análisis que PRIDAA ofrece, que son divulgados en los primeros meses de cada año, indicando el tipo de muestra, análisis a evaluar, precio, a la vez que se solicita información relacionada con el Laboratorio, dirección, forma de envío de las muestras, etc. Toda la información se reúne en el formulario R-PRIDAA-01 que los laboratorios deben completar para registrarse.

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 estos al coordinador del Programa, además de pagar la cuota de participación por cada Ronda.

4.2 Número mínimo de participantes

En PRIDAA no se limita el número ni el tipo de participantes para un ensayo o ronda. Un número bajo de participantes puede ser aceptable, si se cumplen criterios definidos que involucran la incertidumbre de la estimación de X . Se utilizan diferentes metodologías de cálculo del valor X y su incertidumbre, según sea el número de participantes, tal como se describe en el Procedimiento de Análisis de Datos y Elaboración del Informe P-PRIDAA-03.

4.3 Instrucciones para los participantes.

Las instrucciones para los participantes se envían con cada Ronda, en una Carta para los participantes, que incluirá, según se requiera:

- Indicación de que las muestras tienen que ser tratadas como una más de su rutina de trabajo.
- Especificaciones de como tratar la muestra, en ocasiones que haya que llamar la atención a la preparación.
- Instrucciones de cómo reportar los resultados, incluyendo las unidades de medición. No se define un número de cifras significativas para reportar.
- Fecha límite para envío de los resultados y para el envío del informe de la Ronda.
- Información de contacto.

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 reportado 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, porque puede ser de utilidad tener información de la repetibilidad de los métodos empleados. Sin embargo, esta información no es imprescindible.

4.4 Manipulación y almacenamiento de los ítems de ensayo

Los ítems de ensayo (muestras), una vez preparadas, se identifican y se almacenan en condiciones de temperatura ambiente en un lugar seguro en la oficina de PRIDAA, hasta el momento de su distribución.

4.5 Embalaje, etiquetado y distribución de los ítems de ensayo

El proceso de embalaje y etiquetado es realizado por el equipo de PRIDAA previo al envío, siguiendo los lineamientos indicados por cada medio de transporte por el que serán enviadas las muestras. Instrucciones detalladas de este proceso se describen en el documento I-PRIDAA-02 Instructivo para envío de muestras.

La etapa de transporte de las muestras a los laboratorios se subcontrata a empresas de transporte seleccionadas por PRIDAA, de acuerdo con el criterio definido en R-AP-023 Registro de control para aprobación de nuevos proveedores y subcontratistas, y que cada laboratorio elige. Se mantiene una lista de empresas de transporte subcontratadas y los requisitos definidos para el envío (R-PRIDAA-027). El tipo de muestras utilizadas en PRIDAA no requiere condiciones ambientales específicas para asegurar su estabilidad en el tiempo que los laboratorios tienen para analizarlas.

5. ANALISIS DE DATOS Y EVALUACIÓN DE RESULTADOS

5.1 Análisis de resultados y registros

El procesamiento de los datos se realiza utilizando Excel y software estadístico como R y JMP, según la prueba que se requiera.

Las pruebas estadísticas utilizadas en PRIDAA se describen en el Procedimiento de Análisis de Datos y Elaboración del Informe P-PRIDAA-03, y siguen los lineamientos de la Norma ISO 13528:2016.

5.2 Evaluación del desempeño

La interpretación de los resultados de los valores Z o Z' se basa en la consideración de que los resultados de los laboratorios tienen una Distribución Normal, si bien no siempre todos los resultados tienen esta distribución. La prueba no paramétrica del gráfico de densidad de kernel o la prueba paramétrica Shapiro-Wilk nos permiten estudiar los datos y confirmar o no la distribución normal. La aplicación de estos métodos se describe en el Procedimiento de Análisis de Datos y Elaboración del Informe P-PRIDAA-03.

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

$ Z \leq 2,0$	Satisfactorio
$2,0 < Z < 3,0$	Cuestionable
$ Z \geq 3,0$	Insatisfactorio

La clasificación es la misma cuando se calcula Z' en lugar de Z .

6. INFORMES

La política para asegurar la información confidencial y los derechos de propiedad de sus participantes es enviar informes donde solo el participante conozca su identidad, y no revelar la identidad a ninguna otra persona sin la aprobación del laboratorio.

Los participantes reciben un Informe con los resultados de la Ronda (R-PRIDAA-11), donde los laboratorios son identificados solamente por un código, que se informa a los laboratorios a través de un correo electrónico. 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 o 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, para aquellos análisis con numerosos participantes. El informe incluirá comentarios en relación al desempeño global en la Ronda.

El informe incluirá los valores utilizados en el cálculo de Z o Z' : X (Valor asignado) y σ_P (desviación estándar para evaluación de desempeño), así como la incertidumbre en la estimación de X . La política de PRIDAA en relación con la divulgación de valores asignados es que 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.

La política en relación con el uso de los informes de PRIDAA por las personas u organizaciones es la siguiente:

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.

En caso de que una autoridad regulatoria u Organismo de Acreditación solicite los resultados particulares de un Laboratorio, éste será informado antes del envío.

7. COMUNICACIÓN CON LOS PARTICIPANTES.

PRIDAA pone a disposición de los participantes información detallada del Programa a través de los siguientes documentos, disponibles en el sitio web del CITA: www.cita.ucr.ac.cr:

- El presente documento: Protocolo de Operación y Análisis de los Datos.
- El formulario de registro R-PRIDAA-01

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

- cualquier retraso mayor a 1 semana en relación con la fecha indicada en programación o dificultad en el envío de las muestras, así como la información que necesiten para rastreo del envío.
- cualquier problema detectado en una muestra ya enviada.
- cualquier retraso o dificultad en el envío del Informe de Resultados por más de 1 día en relación con la fecha comprometida de envío.



- cualquier trabajo no conforme que genere una modificación en un informe ya emitido. En ese caso, se enviará el informe corregido.

7.1 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

8. 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 mayor a 3 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	Verificación de la incertidumbre del valor asignado y cumplimiento de criterios recomendados (P-PRIDAA-003).
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.



9. 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.
- INTE/ISO 13528:2016 "Metrología. Métodos estadísticos para utilizar en ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorio", 2016-09-13