

SERTRONIK S.A.

PROGRAMA: ENSAYO DE APTITUD

3° C.I.A.C.:

Circuito Intercomparación de Análisis de Calidad

Ensayos de gluten húmedo, index y seco

Índice de caída de Hagberg o Falling Number

Humedad

Proteína

Cenizas

Almidón dañado

Febrero 2024

Tabla de contenido

1	Introducción	3
2	Objetivo	4
3	Referencias normativas	4
4	Alcance y campo de aplicación:	4
5	Cronograma de las actividades.....	5
6	Términos y definiciones	5
7	Resumen programa	6
7.1	Ensayos considerados.....	7
7.2	Preparación de los ítems del ensayo de aptitud.....	8
7.3	Manipulación y almacenamiento de los ítems del ensayo de aptitud	8
7.4	Embalaje y etiquetado de los ítems del ensayo de aptitud.....	8
7.5	Estudio de homogeneidad de las muestras	8
7.6	Estudio de estabilidad de las muestras.....	9
7.7	Envío de los ítems del ensayo a los laboratorios participantes	9
7.8	Almacenaje de los ítems de ensayo en cada laboratorio de ensayo	9
7.9	Análisis estadístico	9
8	Informe a los laboratorios participantes	12
9	Confidencialidad	12

1 Introducción

Las comparaciones interlaboratorio se utilizan ampliamente para varios propósitos, y su uso está aumentando internacionalmente. Ejemplos de propósitos típicos para comparaciones interlaboratorio son, entre otros:

- Evaluar el desempeño de los laboratorios para llevar a cabo ensayos o mediciones específicos y hacer el seguimiento del desempeño continuo de los laboratorios.
- Identificar problemas en los laboratorios e iniciar acciones para el mejoramiento que, por ejemplo, pueden estar relacionadas con procedimientos inadecuados de ensayo o medición, eficacia de la información y supervisión del personal o la calibración de los equipos.
- Establecer la eficacia y la comparabilidad de los métodos de ensayo o medición.
- Proporcionar confianza adicional a los clientes de los laboratorios.
- Identificar diferencias entre laboratorios.
- Instruir a los laboratorios participantes sobre la base de los resultados de dichas comparaciones.
- Validar las estimaciones de las incertidumbres declaradas.
- Evaluar las características de desempeño de un método, a menudo descritas como pruebas de colaboración.
- Asignar valores a los materiales de referencia y evaluar su adecuación para ser utilizados en procedimientos de ensayo o medición específicos.
- Apoyar en las declaraciones de equivalencia de las mediciones de los Institutos Nacionales de Metrología a través de comparaciones clave y comparaciones complementarias realizadas en nombre de la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM) y las organizaciones de metrología regionales asociadas.

Las necesidades de confianza constante en el desempeño de los laboratorios, no solo es esencial para los laboratorios y sus clientes sino también para otras partes interesadas, tales como las autoridades reguladoras, los organismos de acreditación y otras organizaciones que especifican requisitos para los laboratorios. Existe una necesidad creciente de ensayos de aptitud para otras actividades de evaluación de la conformidad, tales como la inspección o la certificación de productos. La mayoría de los requisitos de la NCh-ISO 17043, se aplican a aquellos campos de actividad en evolución, especialmente en lo concerniente a gestión, planificación y diseño, personal, aseguramiento de la calidad, confidencialidad y aspectos, según corresponda.

Dado los antecedentes expuestos el laboratorio de calibración SERTRONIK ha desarrollado un programa de ensayo de aptitud en harina de trigo, basado en las directrices de la NCh-ISO IEC 17043:2023 “Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para la competencia de los proveedores de ensayos de aptitud”.

2 **Objetivo**

- Apoyar a nuestros clientes en las actividades de ensayos, entregando un post servicio integral y de calidad.
- Entregar, a nuestros clientes, herramientas para la identificación de la calidad de sus actividades analíticas.
- Evaluar el desempeño analítico de los laboratorios participantes, con el alcance considerado en el programa.
- Cumplir con los lineamientos establecidos en la ley 20.656 y sus Decretos.

3 **Referencias normativas**

- NCh-ISO IEC 17043:2023 “Evaluación de la conformidad – Requisitos generales para la competencia de los proveedores de ensayos de aptitud”.
- ISO13528 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- NCh -ISO 17025.Of2017 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.
- ISO 5725-1:1994 Exactitud (veracidad y precisión) de métodos de medición y resultados. Parte1: principios y definiciones generales.
- NCh 2450.Of2010 Vocabulario internacional de metrología – conceptos fundamentales y generales y términos asociados.
- NCh 2680/2:2024 Exactitud (veracidad y precisión) métodos de medición y resultados – Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y reproducibilidad de un método de medición normalizado.
- Decreto 63/2014 del Ministerio de Agricultura “Reglamento especial para el trigo, en el marco de la ley que regula las transacciones comerciales de productos agropecuarios”.

4 **Alcance y campo de aplicación:**

El programa especifica los requisitos generales para el desarrollo y aplicación de un ensayo de aptitud, cuyos participantes correspondan a laboratorios que dentro de su alcance se encuentre la realización de ensayos contemplados en el Decreto 63/2014 del Ministerio de Agricultura “Reglamento especial para el trigo, en el marco de la ley que regula las transacciones comerciales de productos agropecuarios”, y además que se encuentren dentro de los registros, como laboratorio de ensayo o ensayo arbitrador en el Servicio Agrícola y Ganadero SAG.

5 Cronograma de las actividades

Las actividades se desarrollarán de acuerdo al siguiente detalle:

Plazo	Actividad
08-02-2024	Inscripción en el programa
12-02-2024	Envío de las muestras en cada laboratorio
23-02-2024	Recepción de resultados de los laboratorios participantes
Marzo 2024	Envío de código secreto e informe de programa

6 Términos y definiciones

- Ensayo de aptitud: evaluación del desempeño de los participantes con respecto a los criterios previamente establecidos a través de comparaciones interlaboratorios.
- Material de referencia: Estándar de calidad dentro de la rutina analítica de un laboratorio. Mediante su implementación es posible verificar la precisión de las mediciones y garantizar la confiabilidad de los resultados
- Sesgo: Diferencia entre la expectativa de los resultados de ensayo y un valor de referencia aceptado
- Ítem de ensayo de aptitud: muestra, producto, artefacto, material de referencia, parte de un equipo, patrón de medida, conjunto de datos u otra información utilizada para los ensayos de aptitud.
- Valor asignado: valor atribuido a una propiedad particular de un ítem de ensayo de aptitud.
- Coordinador: una o más personas responsables de organizar y gestionar todas las actividades incluidas en la operación de un programa de ensayo de aptitud.
- Condiciones de repetibilidad: condición en la que se obtienen resultados de ensayo independientes con el mismo método sobre ítems de ensayo idénticos en el mismo laboratorio por el mismo operador usando el mismo equipo dentro de intervalos cortos de tiempo.
- Condiciones de reproducibilidad: condiciones en que se obtienen resultados de ensayo con el mismo método sobre ítems idénticos en diferentes laboratorios con operadores diferentes usando equipos diferentes.
- Desviación estándar: medida de la dispersión utilizada en la evaluación de los resultados de la escala de valores y la escala diferencial, sobre los ensayos de aptitud basados en la información disponible.

- Desviación estándar de la repetibilidad: desviación estándar de los resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de repetibilidad.
- Desviación estándar de la reproducibilidad: Desviación estándar de los resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad.
- Límite de repetibilidad: valor menor o igual al cual la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de repetibilidad se puede esperar que sea con una probabilidad de 95%.
- Límite de reproducibilidad: valor menor o igual al cual la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo obtenidos bajo condiciones de reproducibilidad se puede esperar que sea con una probabilidad de 95%.
- Valor atípico: valor en un conjunto de valores que no es consistente con los demás valores del conjunto.
- Valor anómalo: miembro de un conjunto de valores que es inconsistente con los otros miembros del conjunto.

7 Resumen programa

En concordancia con la NCh-ISO 17043, el diseño del programa se ajustará a una participación de muestra simultánea, en donde se seleccionarán aleatoriamente submuestras de una fuente de material, las que posteriormente serán distribuidas simultáneamente a los participantes.

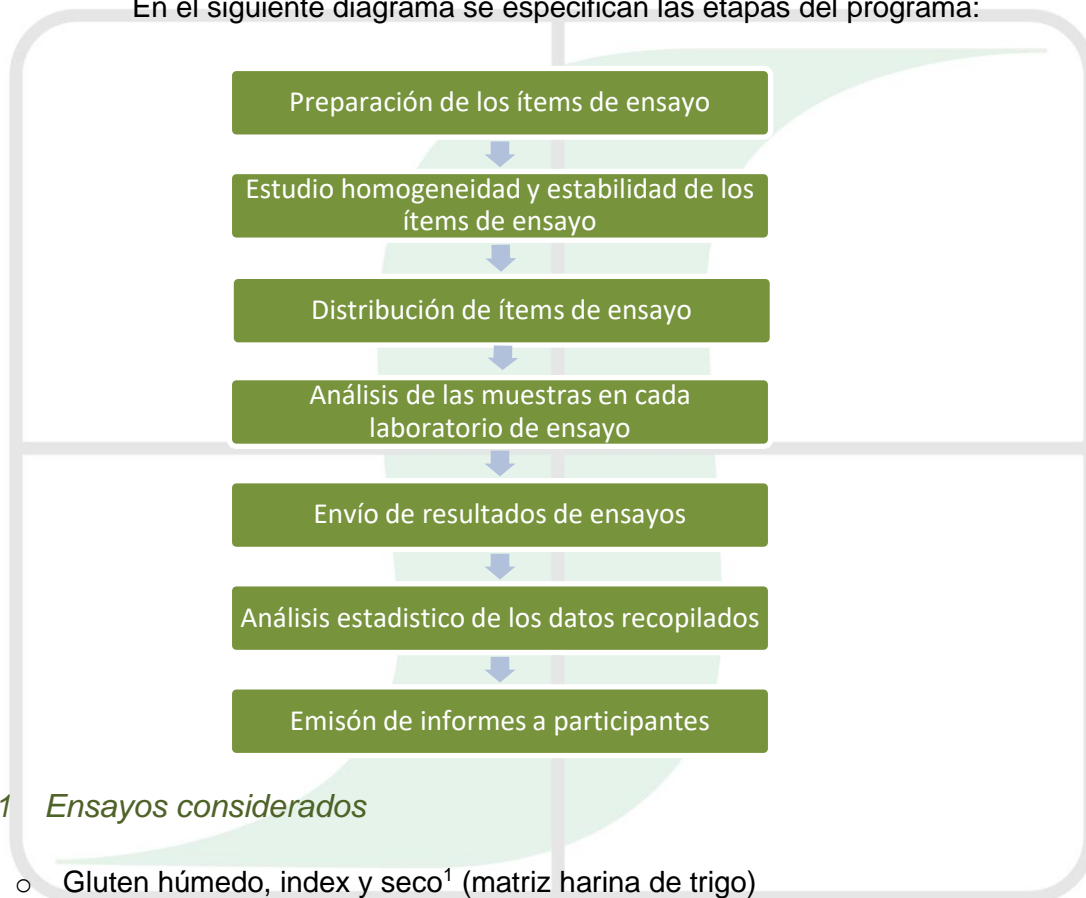
El laboratorio calibrador SERTRONIK, realizará el análisis estadístico de homogeneidad y estabilidad de las submuestras consideradas en el programa antes de ser despachadas a cada laboratorio.

Cada laboratorio de ensayo participante dispondrá de un tiempo limitado, (indicado en el punto 5), para realizar los diferentes parámetros de calidad, remitiendo los resultados al proveedor del ensayo, el laboratorio de calibración SERTRONIK. Las metodologías utilizadas en la realización de los ensayos se basarán en el Decreto 63/2014 punto 9, a excepción del ensayo de gluten seco el que se realizará de acuerdo a la norma NCh 3410/2:2016 “trigo y harina de trigo – Contenido de gluten – Parte 4: Determinación de gluten seco a partir de gluten húmedo mediante un método de secado rápido”; determinación de cenizas el que se realizará de acuerdo a la metodología indicada en la norma ISO 2171:2023 “Cereales, legumbres y subproductos, Determinación del rendimiento de cenizas por incineración” y la determinación de almidón dañado que se realizará de acuerdo a ISO 17715:2013 “harina de trigo (triticum aestivum L.) – Método amperométrico para medir el daño del almidón”.

El laboratorio calibrador SERTRONIK evaluará los datos recibidos por cada laboratorio para proporcionar una indicación del desempeño de los participantes individuales y del grupo en su conjunto, emitiendo un informe donde se detalla la participación de cada laboratorio.

Una vez realizado el análisis estadístico, se enviará un informe a los laboratorios participantes, con la evaluación de su desempeño, resguardando su confiabilidad, mediante la designación de códigos secretos.

En el siguiente diagrama se especifican las etapas del programa:



7.1 *Ensayos considerados*

- Gluten húmedo, index y seco¹ (matriz harina de trigo)
- Índice de caída de Hagberg o falling number (matriz harina de trigo).
- Humedad (matriz harina de trigo)
- Proteína (matriz harina de trigo)
- Cenizas² (matriz harina de trigo)
- Almidón dañado³ (matriz harina de trigo)

¹ Gluten seco: Parámetro que no se encuentra en el Decreto 63/2014, su metodología se basará en la norma NCh 3410/4:2016.

² Cenizas: ISO 2171:2023 “Cereales, legumbres y subproductos. Determinación del rendimiento de cenizas por incineración”.

³ Almidón dañado: ISO 17715:2013 “harina de trigo (*triticum aestivum* L.) – Método amperométrico para medir el daño del almidón”

Con el objeto de obtener un conjunto de datos comparables, las metodologías para la realización de los ensayos deberán ser realizados según lo indicado en el Decreto 63/2014 versión vigente “Reglamento especial de trigo en el marco de la ley que regula las transacciones comerciales de productos agropecuarios”

7.2 Preparación de los ítems del ensayo de aptitud

Los ítems del ensayo provendrán de un lote de harina comercial, suministrada por un proveedor conocido, en una cantidad suficiente para la implementación del programa. Los ítems del ensayo son obtenidos por homogeneización de la muestra mediante procedimiento interno⁴, utilizando el homogeneizador/mezclador de harinas marca Chopin, modelo MR10L, el cual permite optimizar el proceso de homogeneización del material seleccionado.

7.3 Manipulación y almacenamiento de los ítems del ensayo de aptitud

El proveedor del ensayo, asegurará que los ítems de ensayo de aptitud serán identificados y segregados apropiadamente, manteniendo su integridad desde su preparación hasta su distribución.

Para asegurar la correcta conservación de los ítems de ensayo de aptitud, se destinará una sala de custodia con un estricto control de las condiciones ambientales, y acceso restringido de personal autorizado.

7.4 Embalaje y etiquetado de los ítems del ensayo de aptitud

El proveedor de ensayo de aptitud controlará los procedimientos de embalaje y etiquetado para asegurar la conformidad con los requisitos pertinentes a la seguridad y transporte de las muestras.

Para asegurar el correcto embalaje de las muestras, se utilizarán bolsas de plástico de 80 micras de espesor, con una construcción de múltiples capas que crean una barrera hermética alrededor de la muestra, canales especialmente diseñados que permiten la eliminación completa del aire en el proceso de sellado al vacío, manteniendo la integridad de los ítems del ensayo.

7.5 Estudio de homogeneidad de las muestras

En la realización de un ensayo de aptitud se debe verificar en una primera etapa la homogeneidad y estabilidad de las muestras utilizadas, ambos parámetros se estiman mediante cálculos estadísticos.

⁴ I-6.4/42 Uso de homogeneizador/mezclador de harinas marca Chopin modelo MR10L

La homogeneidad se verifica demostrando estadísticamente que las muestras no presentan diferencias significativas ($\delta < 0,3$), realizando ensayos al 10% de las muestras, seleccionadas aleatoriamente, del universo de muestras que considera el programa.

Si un ítem de ensayo se utiliza para determinar más de un parámetro de calidad solo se realizarán los análisis que se estimen puedan ser causal de mayor inestabilidad.

7.6 Estudio de estabilidad de las muestras

En un ensayo de aptitud se verifica la estabilidad de los ítems del programa, con el fin de asegurar que la o las muestras mantienen su composición y calidad durante el desarrollo del programa.

De acuerdo a la norma ISO 13528 se deben tomar al azar un número de muestras, las que se someten a diversas condiciones ambientales extremas (temperatura y humedad), de forma de replicar las posibles condiciones de manipulación, almacenamiento y transporte de los ítems de ensayo durante el desarrollo del programa de ensayo de aptitud.

Para asegurar la estabilidad de los ítems de ensayo, se seleccionarán al azar las muestras seleccionadas, las cuales se someterán a temperaturas y humedad extremas, asemejando las condiciones de almacenamiento y traslados. Estas muestras se ensayarán en condiciones de repetibilidad al momento de su preparación, al mes, a los dos meses y tres meses de obtenidas.

Si un ítem de ensayo se utiliza para determinar más de un parámetro de calidad solo se realizarán los análisis que se estimen puedan ser causal de mayor inestabilidad.

7.7 Envío de los ítems del ensayo a los laboratorios participantes

Una vez que se asegure, mediante métodos estadísticos, la homogeneidad y estabilidad de los ítems del programa serán enviados a los diferentes laboratorios que participarán del estudio.

7.8 Almacenaje de los ítems de ensayo en cada laboratorio de ensayo

Las muestras deben ser almacenadas en cada laboratorio de ensayo resguardando su estabilidad, hasta la realización del ensayo.

Siguiendo las indicaciones del fabricante, las muestras deben ser almacenadas en un lugar seco resguardado de la emisión de fuentes de calor, siendo recomendable su almacenamiento a temperaturas de refrigeración cercanas a +4°C.

7.9 Análisis estadístico

Los datos aportados por los laboratorios participantes en un ensayo de aptitud por lo general se muestran distribuidos según modelos similares a distribuciones normales, en las que se presentan observaciones de carácter anómalo respecto al conjunto. El tratamiento previo

de estos datos siempre supone minimizar o eliminar el peso estadístico de estas observaciones anómalas con el objetivo de establecer parámetros adecuados para la correcta evaluación los resultados de los laboratorios participantes.

7.9.1 Operatoria

Se ingresan los datos recopilados de cada laboratorio participante en una base de datos en duplicado para comprobar posibles errores de digitación.

El primer control consistirá en la revisión de los valores de cada ensayo con su repetición de forma de analizar si cumplen con las tolerancias de repetición indicadas en cada metodología. Para la evaluación de los resultados se utilizará el valor promedio obtenido por cada el ensayo y su repetición. En el caso que un laboratorio informe valores que no cumplen con esta condición se indicará en el informe del ensayo de aptitud tal condición, como así mismo la observación de laboratorios que no reporten una repetición de ensayo.

7.9.2 Tratamiento de valores atípicos

Los valores atípicos se tratan de manera estadística como se describe a continuación:

Los errores obvios, tales como aquellos relacionados con unidades incorrectas, errores del punto decimal y resultados correspondientes a un ítem de ensayo diferente, se deben eliminar del conjunto de datos y tratarse por separado. Estos resultados no se deberán someter a ensayos de valores atípicos o métodos estadísticos robustos.

Dependiendo de la dispersión de los datos reportados por los participantes, para la eliminación de valores atípicos se utilizará los test de Dixon, Cochran, Gubbs, t-Student o la aplicación de estadísticas robustas como al algoritmo A.

7.9.3 Cálculo de la repetibilidad (r) y reproducibilidad (R)

Los métodos para determinar la repetibilidad y la reproducibilidad de las mediciones están basados en la evaluación estadística de las dispersiones de los resultados, ya sea en forma de rango o su representación como varianzas o desviaciones estándar (S_r).

$$r = 2,8 * DS_r$$

$$R = 2,8 * DS_R$$

Donde,

DS_r = desviación estándar de repetibilidad

DS_R = desviación estándar de la reproducibilidad

7.9.4 Evaluación de desempeño

Los resultados de ensayos de aptitud a menudo tienen que ser transformados en estadísticas de desempeño para facilitar la interpretación y permitir la comparación con los objetivos definidos. El propósito es medir la desviación con respecto al valor asignado de manera que permita la comparación con los criterios de desempeño.

Las estadísticas de desempeño deben ser comprensibles para los participantes y apropiadas para los ensayos pertinentes, en este sentido es ideal presentar los resultados en forma gráfica, como histogramas y de valores z ordenados.

La evaluación de desempeño se aplicará de la siguiente forma:

La diferencia simple (estimación del sesgo del laboratorio), D, entre el resultado del participante y el valor asignado.

$$D = (x - X)$$

Donde,

x: resultado del participante

X: valor asignado

La diferencia entre el valor obtenido por el laboratorio y el valor asignado corresponde al sesgo o error sistemático total, puede haber uno o más componentes del error sistemático, una mayor diferencia sistemática del valor de referencia aceptado, refleja un mayor valor del sesgo o error sistemático total.

La diferencia porcentual, siendo independiente de la magnitud del valor asignado, D%, se calcula:

$$D\% = \frac{x - X}{X} * 100$$

7.9.5 Cálculo de los valores de z:

$$z = \frac{(x - X)}{\sigma}$$

Donde

σ = desviación estándar de la evaluación de aptitud

Evaluación:

- Desempeño muy satisfactorio si $|z| < 1,0$
- Desempeño satisfactorio y no genera ninguna señal si $1,0 \leq |z| < 2,0$
- Desempeño dudoso y genera una señal de atención si $2,0 \leq |z| \leq 3,0$
- Desempeño insatisfactorio y genera señal de atención $|z| > 3,0$

7.9.6 Determinación del valor asignado

El proveedor del ensayo de aptitud debe documentar el procedimiento para determinar el valor asignado de los ítems a ensayar. Este procedimiento debe tener en cuenta la trazabilidad metrológica y la incertidumbre de medida requerida para demostrar que el programa de ensayo de aptitud es apto para el fin provisto.

Existen varios procedimientos disponibles para establecer los valores asignados, entre ellos: valores conocidos, valores obtenidos mediante una formulación específica, valores de referencia certificados, valores consensuados por participante expertos que en algunos casos podrían ser laboratorios de referencia (los que deberían tener competencias demostrables en las determinaciones de los parámetros que considera el ensayo de aptitud) y los valores consensuados entre los participantes utilizando métodos estadísticos reconocidos por normas internacionales.

8 Informe a los laboratorios participantes

Los informes del ensayo de aptitud deben ser claros y exhaustivos, e incluir la información sobre los resultados de los participantes junto con una indicación del desempeño de los participantes individuales.

Los informes incluirán la siguiente información:

- Nombre y datos de contacto del proveedor del ensayo de aptitud.
- Nombre y datos del coordinador del ensayo de aptitud.
- Identificación con nombre y firma de la persona que autoriza el informe.
- Fecha de emisión del informe
- Número de páginas.
- Declaración de la confidencialidad de la información.
- Título del informe, identificándolo con un código
- Detalle de los ítems del ensayo de aptitud, incluyendo el detalle referente a la obtención de las muestras y la evaluación de la homogeneidad y estabilidad.
- Resultados de los participantes
- Datos y resumen estadístico, incluyendo valores asignados, rangos de resultados aceptables y representaciones gráficas.
- Procedimiento para establecer el valor asignado.
- Detalle de la trazabilidad metrológica e incertidumbre de medida del valor asignado.
- Procedimiento para establecer la desviación estándar y otros criterios de evaluación.
- Descripción del diseño del ensayo de aptitud.
- Descripción del procedimiento utilizado para el análisis de los datos.

9 Confidencialidad

Para el laboratorio de calibración SERTRONIK, la confidencialidad de sus clientes es de vital importancia, incorporando en sus procedimientos todas las medidas pertinentes para tal efecto. En el programa, la identidad de cada participante será conocida solo por personal de SERTRONIK autorizado para esta actividad.

Con el fin de resguardar la confidencialidad de la información, a cada laboratorio participante se le asignará un código secreto, asignado en forma aleatoria. Los laboratorios podrán conocer su desempeño mediante este código, el que será enviado por correo electrónico al contacto indicado en el formulario de inscripción del programa.