

Evaluación de la estabilidad de las muestras para Programas de Ensayos de Aptitud (PEA) INTI Lácteos – PTM

V. Galacho, G. Rodríguez, F. Castro
vgalacho@inti.gob.ar

INTRODUCCIÓN

Es un requisito imprescindible de un PEA, que las muestras permanezcan estables, al menos hasta la realización del análisis en el laboratorio participante. Los resultados de las pruebas de estabilidad son la garantía que este requisito se cumple.

Consideramos que una muestra se mantuvo estable cuando conserva sus características metrológicas, representadas en este trabajo por los parámetros fisicoquímicos a medir en el PEA.

Los criterios analíticos y estadísticos que aseguran una estabilidad conforme, impactan sobre la dispersión de los resultados y sobre la evaluación de desempeño de los participantes.

La metodología implementada por INTI-Lácteos-PTM para asegurar la estabilidad de las muestras, está sustentada en un Sistema de Gestión de la Calidad acreditado bajo la Norma ISO 17043: 2010.

OBJETIVO

En este trabajo se describe el procedimiento empleado para comprobar la estabilidad de las muestras destinadas a los ensayos fisicoquímicos, enviadas a los participantes de los PEA organizados por el INTI-Lácteos-PTM en matriz leche en polvo, cuya evaluación de desempeño se realiza por z-score. Para la elaboración de dicho procedimiento se siguen los lineamientos de las normas ISO 17043: 2010 e ISO 13528: 2005.

DESCRIPCIÓN Y RESULTADOS

1º Elección del parámetro crítico

El parámetro crítico fue seleccionado a partir del estudio experimental previo, la prueba de homogeneidad, en la cual se estableció el contenido de humedad como referencia para la evaluar la estabilidad.

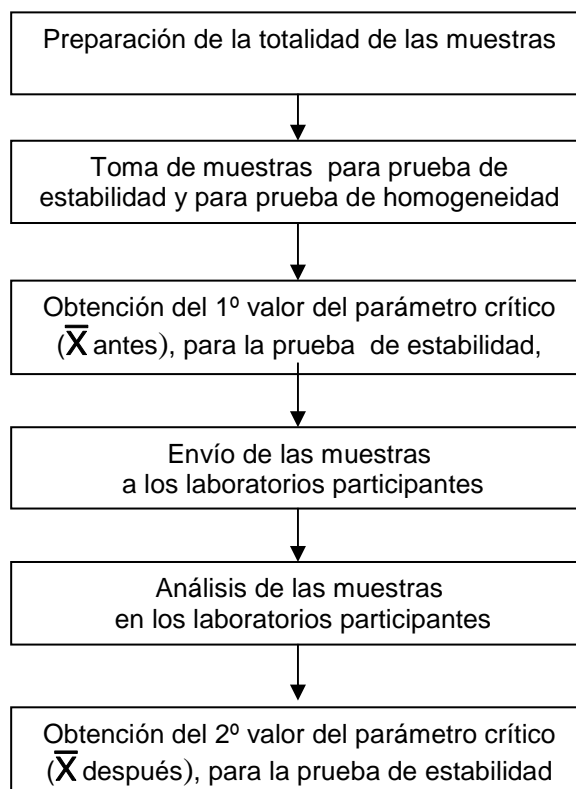
2º Toma de muestra

Para realizar la prueba de estabilidad se toman dos grupos de muestras de manera aleatoria, siendo el número de muestras de cada grupo igual o mayor a 3.

El primer grupo de muestras se destina a obtener un valor del parámetro crítico anterior a enviar las muestras a los participantes. El segundo grupo de muestras se utiliza para obtener el valor del parámetro crítico posterior al tiempo dado a los participantes para realizar el ensayo.

Las muestras para la prueba de estabilidad son tomadas de la totalidad de muestras ya envasadas en la forma que van a ser enviadas a los participantes.

En el siguiente diagrama se observan el momento clave de la toma de la muestra y análisis de resultados:



3º Obtención de resultados

Se cuenta con un valor del parámetro crítico, anterior al envío de las muestras y otro posterior al tiempo límite que se ha establecido a los participantes para realizar el ensayo. Dichos valores se comparan para comprobar la estabilidad de las muestras.

Se analizan 2 porciones de cada muestra seleccionada y se obtienen los resultados de cada una de las determinaciones realizadas bajo condiciones de repetibilidad.

Luego se sigue el esquema de cálculo descrito a continuación:

Muestra N°	Contenido de analito		Media dentro de cada muestra	
	Porción 1	Porción 2	Cálculo	\bar{X}_{0j}
1	X_{11}	X_{12}	$(X_{11}+X_{12}) / 2$	\bar{X}_{01}
2	X_{21}	X_{22}	$(X_{21}+X_{22}) / 2$	\bar{X}_{02}
3	X_{31}	X_{32}	$(X_{31}+X_{32}) / 2$	\bar{X}_{03}
Media general				\bar{X}_{00}

Nota:

X: es una observación (resultado)

Primer subíndice: indica el número de muestra
Segundo subíndice: indica el número de porción test.

\bar{X}_{00} : Media general. Es el promedio general de todas las observaciones (resultados).

\bar{X}_{0j} : Media de cada muestra. Por ejemplo para la muestra 1 sería:

$$\bar{X}_{01} = (X_{11}+X_{12}) / 2$$

Se obtiene una media general para las muestras analizadas antes del envío a los participantes (\bar{X} antes) y otra para las muestras analizadas pasado el tiempo límite de análisis en los laboratorios participantes (\bar{X} después).

4º Evaluación de los resultados

Para determinar si las muestras son estables para los fines propuestos, se compara el promedio general obtenido antes de enviarlas, respecto del promedio general obtenido una

vez vencido el tiempo de realización de los ensayos en los laboratorios participantes. Las muestras se consideran estables si:

$$|\bar{X}_{\text{antes}} - \bar{X}_{\text{después}}| \leq \sigma_R$$

σ_R : desvío estándar de reproducibilidad del ensayo, para el parámetro elegido como crítico

Nota: Según ISO 13528:2005 la diferencia $|\bar{X}_{\text{antes}} - \bar{X}_{\text{después}}|$ debe ser $\leq \sigma_R \times 0,3$. Sin embargo, no resulta factible, considerando las figuras de precisión de método empleado para la determinación del contenido de humedad por desecación y gravimetría.

CONCLUSION

Se verificó, que el procedimiento anteriormente detallado resulta adecuado para la comprobación de la estabilidad de las muestras destinadas a los ensayos físico-químicos en leche en polvo, enviadas a los PEA que organiza INTI-Lácteos-PTM.

BIBLIOGRAFÍA

ISO/IEC 17043: 2010. Evaluación de la conformidad - Requisitos generales para los ensayos de aptitud.
ISO 13528: 2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
FIL/IDF 26 A: 1993 Determinación del contenido de humedad.