



GUÍA RNM-02

ELABORACIÓN DE PROTOCOLO PARA COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS EN MAGNITUDES QUÍMICA

Año 2020



Contenido

INTRODUCCION	3
ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	3
TERMINOLOGÍA.....	4
ORGANIZACIÓN DE LA COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS.....	5
PARTICIPANTES	5
CONTENIDOS PARA LA ELABORACIÓN DE PROTOCOLO PARA CADA COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS	7
Identificación.....	7
Requisitos de participación	8
Seguridad, Responsabilidad y Compromiso del Laboratorio	8
Descripción de ítem de ensayo	9
Rango de Medición	9
Confabulación entre los participantes o la falsificación de resultados	9
Recepción del ítem de la comparación interlaboratorios	9
Instrucciones sobre condiciones de almacenamiento y manipulación del ítem de ensayo	10
Confidencialidad y Codificación a cada laboratorio participante.....	10
Descripción de la metodología a utilizar en las mediciones y/o análisis.....	10
Desarrollo (descripción de etapas y coordinación con plazos establecidos previamente).....	11
Recepción de resultados obtenidos	12
Evaluación Estadística.	12
Reposición de ítem de ensayo perdido, dañados y medidas en caso de atraso.	12
Recepción del reporte de los Resultados.....	13
Informe Preliminar (B).	13
Taller de cierre	13
Informe Final (A).	14
Bibliografía.	14
Anexos.....	14

INTRODUCCION

La Comparación Interlaboratorios, son una herramienta para la organización, realización y evaluación de mediciones o ensayos sobre el mismo ítem o ítems similares por dos o más laboratorios de acuerdo con condiciones predeterminadas, además identificar problemas en los laboratorios e iniciar acciones para la mejora que, por ejemplo, pueden estar relacionadas con procedimientos inadecuados de ensayo o medida, eficacia de la formación y supervisión del personal o la calibración de los equipos.

Los ejercicios de Comparación Interlaboratorios, está dirigido a laboratorios nacionales privados o públicos, de ensayo en las áreas metrológicas en magnitudes químicas dentro del alcance definido previamente por el comité.

El proceso es organizado por el Comité, y es coordinado por la División de Metrología, del Instituto Nacional de Normalización (INN). La organización de la Comparación Interlaboratorios, tiene como norma base la NCh-ISO 17043 "Evaluación de la conformidad - Requisitos generales para los Ensayos de Aptitud".

ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Los laboratorios participantes de la Comparación Interlaboratorios se debe apoyar en un sistema de gestión, basado en la norma NCh-ISO 17025.

La organización de la Comparación Interlaboratorios se basa en la norma NCh-ISO 17043.

Los ejercicios de Comparación Interlaboratorios, se planifica considerando las capacidades de medición y ensayo de las organizaciones que conforman el comité, las necesidades de los laboratorios de ensayo nacionales y, en algunos casos, las necesidades establecidas por un determinado organismo del Estado.

TERMINOLOGÍA

coordinador

una o más personas responsables de organizar y gestionar todas las actividades incluidas en la operación de un programa de comparación Interlaboratorios.

comparación interlaboratorios

organización, realización y evaluación de mediciones o ensayos sobre el mismo ítem o ítems similares por dos o más laboratorios de acuerdo con condiciones predeterminadas

valor atípico

observación en un conjunto de datos que parece no concordar con los restantes datos de dicho conjunto.

participante

laboratorio, organización o persona que recibe los ítems de la comparación Interlaboratorios y entrega los resultados para su revisión por el coordinador.

ítem de la comparación interlaboratorios

muestra, producto, artefacto, material de referencia, parte de un equipo, patrón de medida, conjunto de datos u otra información utilizada en una comparación interlaboratorios.

proveedor de la comparación interlaboratorios

organización que es responsable de todas las tareas relacionadas con el desarrollo y la operación de un programa de comparación interlaboratorios

programa de comparación interlaboratorios

comparación interlaboratorios diseñados y operados en una o más rondas para un área específica de ensayo, medida, calibración o inspección

método estadístico robusto

método estadístico insensible a pequeñas desviaciones de las hipótesis de partida de un modelo probabilístico implícito

desviación estándar

medida de la dispersión utilizada en la evaluación de los resultados de una comparación interlaboratorios, basada en la información disponible.

trazabilidad metrológica

propiedad del resultado de una medida por la cual el resultado puede relacionarse a una referencia a través de una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida.

incertidumbre de medida

parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, basado en la información utilizada.

ORGANIZACIÓN DE LA COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS

La comparación Interlaboratorios del área metrológica química son de tipo cuantitativo, se busca cuantificar un ítem mensurando dado.

Los ítems de ensayo se distribuyen en un periodo de tiempo definido para su análisis, son enviadas en las fechas establecidas en el programa, en las condiciones de embalaje, almacenamiento, seguridad e identificación que aseguren la integridad del ítem.

Cada comparación interlaboratorios, cuenta con una codificación alfanumérica y a cada laboratorio participante se le hace entrega de un Código asignado confidencial.

PARTICIPANTES

En la comparación Interlaboratorios pueden participar laboratorios nacionales, del ámbito Público y Privado, acreditados y en proceso según Norma NCh-ISO 17025. Adicionalmente se invita a todos aquellos laboratorios que requieren o desean validar sus metodologías analíticas.

En el caso que un laboratorio no cumpla con los requisitos técnicos en relación con sus capacidades de medición, y se haya inscrito mediante el envío del formulario de inscripción, se analizará la situación y se le notificará su No incorporación, explicando los motivos que respaldan dicha decisión.

La participación en la Comparación Interlaboratorios organizados por el comité es voluntaria. Los laboratorios interesados deberán inscribirse formalmente enviando el Formulario de Inscripción, con todos los antecedentes solicitados, comprometiéndose al cumplimiento de todas las exigencias técnicas, operacionales y administrativas establecidas en el Protocolo.

CONTENIDOS PARA LA ELABORACIÓN DE PROTOCOLO PARA CADA COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS

El protocolo particular de cada Comparación Interlaboratorios, debe contener lo siguiente:

Identificación.

Introducción con el nombre del CI, a modo de introducción mencionar las referencias normativas aplicables al Ensayo, mencionando en la cabecera:

“El Comité de Metrología Química, coordina las actividades involucradas en la operación de una Comparación Interlaboratorios con la finalidad de poner esta actividad al servicio de los laboratorios de ensayo del país”.

Objetivo: Mencionar que el objetivo de este programa es la evaluación de mediciones o ensayos sobre el mismo ítem o ítems similares.

Identificación del Comité, El comité responsable de la comparación interlaboratorios, debe indicar la Magnitud o el tipo de análisis (ejemplo análisis inorgánico, orgánico, gases, proporción isotópica, electroquímica, etc).

Coordinación, El programa de Comparación Interlaboratorios, es coordinada por la División Metrología del Instituto Nacional de Normalización.

Contactos:

Coordinador de la Comparación Interlaboratorios del INN :
Teléfono :
Email :

Presidente del Comité respectivo :
Teléfono :
Email :

Requisitos de participación.

Se debe mencionar cual es el equipamiento requerido, las condiciones ambientales que se necesitan, conocimientos mínimos que debiera manejar el personal del laboratorio que desea participar y algunos aspectos técnicos para complementar y ayudar al Laboratorio participante.

Definir en el diseño del programa el número máximo de participantes, para dar cumplimiento con la fecha en que el comité enviará los resultados de los Laboratorios Participantes a la organización responsable del tratamiento de los datos.

Como requisito se exigirá una carta de compromiso formal, en la cual el Laboratorio participante, a través de su representante legal, debe hacerse responsable del ítem de ensayo.

Los Laboratorios nacionales que desean participar, deberán asumir los costos para transportar del ítem de ensayo. Esto de modo de asegurar la integridad del patrón viajero.

Hay que destacar que en el caso que un laboratorio no cumpla con los requisitos técnicos en relación con sus capacidades de medición, se le notificará su No incorporación, explicando los motivos que respaldan dicha decisión.

Seguridad, Responsabilidad y Compromiso del Laboratorio.

Como se mencionaba en el punto anterior, se exigirá una Carta de Compromiso formal en la cual el Laboratorio Participante se hace responsable del ítem de ensayo, esta carta debe contener el nombre completo del Laboratorio y a que institución o empresa pertenece, declarar que frente a cualquier problema que sufra el ítem de ensayo, ya sea durante la permanencia de este en el laboratorio, o durante la manipulación o bien durante su transporte hacia el siguiente laboratorio, se responderá con todos los costos de reparación o bien con la sustitución de éste por uno igual (misma marca y mismo modelo).

Además de la carta de compromiso se solicitará al Laboratorio participante completar un "Acta de Entrega de Ítem de Ensayo" y enviarlo mediante correo electrónico al coordinador. En esta acta, la cual se compromete la responsabilidad del ítem de ensayo, es requisito para la posterior entrega del código único asignado a cada Laboratorio según corresponda, por parte del coordinador.

Descripción de ítem de ensayo

Incluir el alcance, (ejemplo: analito a medir), a que laboratorios está dirigido (Ensayo), características de la metodología.

- Nombre del ítem de ensayo
- Una fotografía del ítem de ensayo.
- Etc.

Rango de Medición.

Es importante que se especifique, el número de cifras significativas para informar los resultados y decimales.

Confabulación entre los participantes o la falsificación de resultados.

“La necesidad de confianza es esencial para los laboratorios y sus clientes sino también para otras partes interesadas, tales como las autoridades reguladoras, el organismo de acreditación, y otras organizaciones que especifican requisitos para los laboratorios”. Si se sospecha de confabulación entre los participantes o la falsificación de resultados, se aplicarán los procedimientos. Si los resultados de la investigación confirman que existe confabulación entre los participantes o la falsificación de resultados, se dará aviso de manera inmediata al organismo nacional de acreditación, que radica en el Instituto Nacional de Normalización (INN) y a la autoridad reglamentaria correspondiente, si corresponde y será suspendido del comité.

Recepción del ítem de la comparación interlaboratorios.

Recepción. Se debe describir los cuidados que se deben tener con el ítem de ensayo. Además, hacer algunas recomendaciones de manipulación y uso del ítem de ensayo y solicitar que los Laboratorios completen el formulario de recepción, según lo entregado por el coordinador. El laboratorio que recibe el ítem de ensayo debe informar de su arribo al Coordinador, enviando mediante correo electrónico un acta de recepción, indicando quien recibe (responsable técnico), la hora de llegada, las condiciones del empaque. Será obligación enviar foto a la llegada del ítem de ensayo.

Instrucciones sobre condiciones de almacenamiento y manipulación del ítem de ensayo.

El coordinador debe indicar las condiciones mínimas de seguridad de almacenamiento durante la permanencia del ítem en el Laboratorio participante.

Confidencialidad y Codificación a cada laboratorio participante

Cada comparación interlaboratorios, cuenta con una codificación alfanumérica y a cada laboratorio participante se les entregará un Código asignado Confidencial. Siguiendo requisitos de la norma NCh-ISO17043 vigente.

Ejemplos:

Magnitud Química: Cantidad de Sustancia CI-CS-IA-15-XX,

CI= Comparación Interlaboratorios

CS= Cantidad de Sustancia

IA= Análisis Inorgánico

15= año en el que se desarrolla el EA

XX= Código asignado confidencial de identificación del laboratorio participante

Los resultados propios de cada laboratorio le serán comunicados en forma individual.

Descripción de la metodología a utilizar en las mediciones y/o análisis.

Aquí se debe detallar el procedimiento de las mediciones y/o análisis, apoyados con esquemas, ilustraciones y precisar de acuerdo con las norma o recomendación de alguna

organización se debe basar la medición y que recomendaciones se deben tener en cuenta al momento de medir.

- a) **Preparación de ítem de ensayo.** El procedimiento detallado para preparar y/o acondicionar el ítem de ensayo, antes de realizar el análisis.
- b) **Manipulación del ítem de ensayo.** Toda instrucción apropiada para la manipulación del ítem de ensayo, incluyendo los requisitos de seguridad.
- c) **Condiciones ambientales.** Las condiciones ambientales específicas en las que el participante debe realizar los ensayos de los requisitos para que los participantes informen de las condiciones ambientales pertinentes durante la medida.
- d) **Método de Ensayo.** Especificar si el método a utilizar es único para todos los participantes o el método a utilizar es que el Laboratorio Participante utiliza habitualmente.

Desarrollo (descripción de etapas y coordinación con plazos establecidos previamente).

Cada Comparación Interlaboratorios se desarrolla cumpliendo las siguientes etapas:

- 1) Divulgación dentro del comité del Programa de la Comparación Interlaboratorios.
- 2) Disseminación entre los participantes del Protocolo y Formulario de Inscripción.
- 3) Proceso de inscripción de los laboratorios participantes, mediante envío de formulario.
- 4) Recepción de formularios de inscripción.
- 5) Recepción del ítem de ensayo por cada Laboratorio participante.
- 6) Envío de códigos asignados por correo electrónico a cada Laboratorio participante.
- 7) Elaboración del Programa de mediciones, según corresponda.
- 8) Desarrollo experimental de las mediciones.
- 9) Recepción de los resultados.
- 10) Elaboración, revisión y envío del Informe Preliminar a los participantes.
- 11) Reunión Final (Taller de Cierre), opcional.
- 12) Envío de Informe Final a los participantes.

Recepción de resultados obtenidos.

Determinar cuáles serán las condiciones de envío de los resultados de los laboratorios participantes al coordinador.

- Se pedirá un reporte de resultados, en que se detalla el procesamiento matemático y todas las lecturas obtenidas.
- Descripción de los materiales de referencia usado para el ensayo. (nombre, número de lote, fabricante, valor asignado e incertidumbre).
- Descripción del método de ensayo y equipos utilizados.
- Condiciones ambientales durante la medición, (si aplica)
- El cálculo de la incertidumbre final debe hacerse según los requerimientos de la norma ISO-GUM u otra reconocida internacionalmente.
- El reporte de resultados no debe contener logos, nombres o firmas que pueden identificar el origen de la información, sólo debe identificarse con el Código Asignado.
- El reporte de resultados debe ser enviados únicamente al Coordinador.
- El reporte de resultados enviado fuera de la fecha indicada NO será considerado en el informe final.
- Los valores de las incertidumbres asignadas a sus resultados, por los laboratorios participantes, deben ser consistentes con la capacidad de medición y calibración, declaradas en el certificado de acreditación, si aplica.

Evaluación Estadística.

Para la evaluación del desempeño de los participantes, se procesan sus resultados de las mediciones obtenidas, según los criterios establecidos en la norma NCh-ISO 17043.

El resumen de los criterios de evaluación estadística aplicados se encuentra en el Anexo N°1 del presente documento.

Reposición de ítem de ensayo perdido, dañados y medidas en caso de atraso.

En caso de daño o falla del ítem de ensayo, y no exista disponibilidad para su reposición inmediata, en estas circunstancias el comité evaluará la anulación o la continuación de la comparación interlaboratorios, pudiendo en este último caso dar por terminado el proceso

de medición y realizar el proceso de datos con los resultados disponibles, es decir hasta el último participante que pudo hacer la medición en forma normal.

Recepción del reporte de los Resultados.

No se aceptarán el reporte de resultados fuera de plazo, ni solicitudes de tiempo adicional por parte de los participantes en condiciones normales. Llámese condiciones normales las cuales el país o la región no sea afectado por contingencia tales como: terremotos, inundaciones, protestas sociales y pandemias.

En caso de existir impedimento para el desarrollo normal de la programación el comité evaluará la anulación de la comparación o la continuación de esta, pudiendo en este último caso dar por terminado el proceso de medición y realizar el proceso de datos con los resultados disponibles, es decir hasta el último participante que pudo hacer la medición en forma normal.

Solo serán consideradas los atrasos atribuidos a la empresa encargada del transporte del ítem a ensayar, atrasos no imputables al Laboratorio.

Los laboratorios que no cumplan con los plazos establecidos por el comité, no serán considerados en el Informe Final.

Informe Preliminar (B).

La organización responsable preparará el Informe Preliminar B, el cual se hará llegar a cada laboratorio para su revisión y comentario si procede. Las **apelaciones** de los participantes contra su evaluación, deberán notificarlas por escrito en un plazo máximo de 5 días hábiles, a partir de la fecha de comunicación del Informe Preliminar. Para esto, se deberá enviar carta dirigida al Coordinador, junto con los antecedentes que respalden la apelación, sin perjuicio de lo establecido en el protocolo.

Taller de cierre.

Para finalizar el proceso se contempla una reunión final para revisar y discutir los resultados obtenidos. El coordinador citará a la reunión por correo electrónico oportunamente a los participantes.

Informe Final (A).

En este informe se entregan los resultados de todos los laboratorios participantes identificados con el código asignado a cada laboratorio. El informe describe el listado de participantes, objetivo de la comparación interlaboratorios, el ítem de ensayo y la evaluación estadística realizada. La evaluación de los participantes es representada en tablas y gráficas, según sea necesario. El informe final podrá ser enviado por el coordinador.

Bibliografía.

- NCh-ISO 17043 Evaluación de la conformidad - Requisitos generales para los Ensayos de Aptitud.

Anexos.

ANEXO N°1 “Evaluación Estadística para la Comparación Interlaboratorios”

Error Normalizado

Una manera para evaluar el desempeño de los laboratorios participantes es mediante el uso del error normalizado, cuyo criterio se especifica en la NCh-ISO 17043.

El error normalizado es calculado de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$

Dónde:

E_n : Error Normalizado

x : Resultado del participante.

X : Valor asignado.

U_{lab} : Incertidumbre expandida del resultado de un participante.

Los criterios estadísticos para la evaluación del desempeño son los siguientes:

- $|E_n| \leq 1.0$ = desempeño satisfactorio y no genera señal;
- $|E_n| > 1.0$ = desempeño insatisfactorio y genera una señal de acción.

z-score

El z-score es un puntaje de desempeño el cual compara las diferencias entre los resultados de los participantes y el valor asignado en términos de la dispersión aceptable de los resultados o la desviación estándar establecida.

$$Z = \frac{X - x_a}{\sigma_{pt}}$$

Dónde:

x_a = resultado de los participantes

X = valor asignado

σ_{pt} = Desviación estándar establecida para el ensayo de aptitud.

Se asumirá por tanto una distribución normal, para cualquier grupo de datos con distribución normal los Z-score deberán estar entre el rango de ± 2 a ± 3 .

Los criterios de aceptabilidad se definen por el valor obtenido por cada laboratorio, que son clasificados de la siguiente manera:

$[Z] \leq 2,00$: es decir, entre -2,00 y +2,00 el resultado del laboratorio es satisfactorio.

$2,00 < [Z] < 3,00$: es decir, entre -2,01 y -2,99 y; entre +2,01 y +2,99 el resultado del laboratorio es cuestionable.

$[Z] \geq 3,00$: el resultado del laboratorio es no satisfactorio, es decir, insatisfactorio.

Para fines estadísticos no se considerarán en la evaluación datos informados como “menor que” o bajo el límite de detección reportado por el laboratorio, es decir, ejemplo: <0,01 mg/L o < 5 mg/Kg.

Se realizará el análisis de datos inconsistentes en base al método Test de Grubbs solo si se cuenta con una cantidad suficiente de datos, es decir superior a 6 ($n > 6$), a fin de establecer los valores anómalos.

Una vez establecido los datos anómalos, se procede a realizar el análisis estadístico basado en el Z-Score, sin ser excluidos los valores anómalos.

El establecimiento del valor asignado (μ) podrá ser establecido de una de las siguientes maneras:

- Obtenido del Certificado del Material de Referencia para el caso del ítem de ensayo adquirido.
- Test de Certificación de Material de Referencia elaborado internamente.

Eventualmente, cuando el comportamiento observado entre los datos informados por los participantes lo amerite, se podrá realizar el Test de Kernel, para la obtención de valor de consenso, aplicando un 0,75% de la desviación estándar establecida para el ensayo. Y a través del consenso de expertos, se determinará cual es el valor asignado más adecuado para la ronda en estudio.

El establecimiento de la desviación estándar del ensayo de aptitud se realiza a través del modelo estadístico basado en la ecuación de Horwitz se determina el Coeficiente de variación (σ) para el valor asignado del analito expresada en fracción de masa (c).

$$\sigma = 0,02 c^{0.8495}$$

$$SD_h = \frac{\sigma}{\mu} \times 100$$

μ