



Fera Science Ltd (Fera)

Protocolo para los Programas de Ensayos de
Aptitud

Versión 8, Enero 2023

Parte 1 – Principios Comunes

© Copyright Fera 2023. Todos los derechos reservados.

PROLOGO

Este Protocolo se compone de una serie de documentos interrelacionados. La Parte 1, este documento, establece una visión general y los principios comunes a todos los programas de ensayos de aptitud (PT schemes) suministrados por Fera Science Ltd (Fera). Las demás partes dan detalles de los programas específicos. Por lo tanto, ni la Parte 1 ni ninguna de las otras partes pueden ser empleadas de forma aislada. La parte 1 debe ser siempre leída junto con la parte que describe el esquema específico y viceversa.

HISTORICO DE VERSIONES

Este Protocolo se revisó completamente en 2009 sustituyendo a todos los Protocolos de ensayos de aptitud publicados previamente por Fera en cualquiera de sus anteriores denominaciones.

La Versión 8 de Enero de 2023, esta versión, sustituye a la 7 de Enero de 2021. Los cambios son los siguientes:

- 1.1 Referencias actualizadas [5]
- 2.3 actualización de la programación de los ensayos
- 2.5 actualización re servicios subcontratados
- 3.1 aclaración sobre la compra de materiales de ensayo o inscripciones adicionales
- 3.3 actualización re análisis de materiales de ensayo
- 3.4 asesoramiento sobre presentación de resultados múltiples, uso de idioma, símbolos y cifras significativas
- 3.6.1 y 3.6.2, aclaración sobre los analitos de QC y RM
- 3.6.3 nueva sección sobre utilidades adicionales del sitio web
- 4.1.2.1 nota sobre versiones de ISO 13528
- 4.1.4 Ecuación de Horwitz expresada como fórmula logarítmica
- 4.2.1 nueva guía sobre evaluaciones cualitativas del desempeño
- 4.3 plazo para las apelaciones retrospectivas
- 5 Referencias actualizadas [5] y fechas de acceso a la web

CONTENIDO

1. INTRODUCCION	5
1.1. ¿Qué es un Ensayo de Aptitud?	5
1.2. Acreditación y Ensayo de Aptitud	6
1.3. Selección de Ensayos de Aptitud por los usuarios	6
2. ORGANIZACION DE LOS PROGRAMAS	6
2.1. Administración	6
2.2. Confidencialidad	7
2.3. Programación típica	7
2.4. Sistema de gestión	8
2.5. Subcontratistas	8
2.6. Agentes	8
2.7. Programas a medida	8
3. PARTICIPACION en los PROGRAMAS	8
3.1. Inscripción y Tarifas	9
3.2. Envío y recepción de los materiales de ensayo	9
3.2.1. Preparación de los materiales de ensayo y ensayos de homogeneidad	10
3.2.2. Estabilidad de los materiales de ensayo	10
3.2.3. Estabilidad bajo condiciones de transporte	10
3.3. Análisis de los materiales ensayo	10
3.4. Remisión de Resultados y Métodos	11
3.4.1. Connivencia y Falsificación de Resultados	11
3.5. Distribución de informes	11
3.6. Servicios de seguimiento	12
3.6.1. Muestras de Control de Calidad	12
3.6.2. Materiales de Referencia	12
3.6.3. Uso de las utilidades de las páginas seguras en la web	12
4. EVALUACION DEL RENDIMIENTO	13
4.1. Puntuaciones	13
4.1.1. ¿Porqué puntuar?	13
4.1.2. Tipos de puntuaciones	13
4.1.3. Valor asignado por consenso	15
4.1.4. Desviación estandar para la aptitud	15
4.1.5. Política sobre n reducido	17
4.1.6. Política sobre muy bajas concentraciones	17
4.1.7. Provisión de evaluaciones fuera de los informes oficiales	17
4.2. Interpretación de las puntuaciones z (z-scores)	18
4.2.1. Interpretación de evaluaciones cualitativas de desempeño	18

4.2.2 Interpretación de z-scores	18
4.3. Apelaciones	18
5. REFERENCIAS	20
Appendice 1 Glosario DE TERMINOS	22

1. INTRODUCCION

Fera fue adquirida el 1 de abril de 2015. Fera suministra una amplia variedad de Programas de Ensayos de Aptitud (PT) bajo la marca Fapas®. La gestión de estos Programas de Ensayos de Aptitud (PT) es la tarea exclusiva de un equipo dentro de Fera, conocido internamente como el Grupo de Ensayos de Aptitud (Proficiency Testing Group -PTG).

FAPAS fue creada en 1990 y era el acrónimo de Food Analysis Performance Assessment Scheme (Programa de Evaluación del Rendimiento en el Análisis de Alimentos). Históricamente, los otros programas desarrollados por el PTG se conocían por otros acrónimos Food Examination Performance Assessment Scheme (FEPAS® Programa de Evaluación del Rendimiento en el Análisis Microbiológico de Alimentos), Laboratory Environmental Analysis Proficiency scheme (LEAP® Programa de Aptitud del Laboratorio de Análisis de Medio Ambiente) y Genetically Modified Materials Analysis performance scheme (GeMMA Programa de Evaluación del Rendimiento en el análisis de Materiales Modificados Genéticamente). Estas marcas históricas y su relación con los descriptores de programas son: Fapas® Programa de Química de Alimentos (FAPAS), Fapas® Programa de Microbiología de Alimentos (FEPAS), Fapas® Programa GM (GeMMA), and Fapas® Programa de Agua y Medioambiente (LEAP).

Este protocolo, Parte 1, debe leerse junto con las partes específicas de cada programa. Para FAPAS® Programa de Química de Alimentos (FAPAS) en su integridad y ver también la Parte 2 del Protocolo. Para Fapas® Programa de Microbiología de Alimentos (FEPAS), ver también la Parte 3. Para Fapas® Programa GM (GeMMA), ver también la Parte 4. Para Fapas® Programa de Agua y Medioambiente (LEAP), ver también la Parte 5.

Para el propósito de este Protocolo utilizamos Fapas® para indicar el PTG de Fera.

1.1. ¿Qué es un Ensayo de Aptitud?

La norma ISO/IEC 17043:2010 [1] define Ensayo de Aptitud EA-PT como la Evaluación del desempeño (*) de los participantes con respecto a criterios previamente establecidos mediante comparaciones interlaboratorios.

La demanda de los cuerpos legislativos y de los consumidores de la demostración independiente de competencia significa que los Ensayos de Aptitud son importantes para todos los laboratorios que ensayan muestras para la calidad y la seguridad. Por ello, según la norma ISO/IEC 17025 [2] es un requisito de la acreditación que los laboratorios tomen parte en programas de Ensayos de Aptitud si existen programas adecuados. En particular, para los laboratorios involucrados en el control oficial de alimentos y piensos, el Artículo 12 del Reglamento europeo (EC) 882/2004 [3] requiere que estos laboratorios sean evaluados y acreditados de acuerdo con la norma ISO/IEC 17025. Esta exigencia ha sido reforzada internacionalmente por las Guías de Codex [4]. Los Ensayos de aptitud son un requisito importante de la Directiva de la UE 2020/2184 [5] sobre la calidad del agua destinada a consumo humano. Con la demanda creciente de prueba independiente de la competencia por parte de los organismos reguladores y los clientes, los Ensayos de aptitud son fundamentales para los laboratorios de todos los países que analizan la calidad y seguridad del agua. Por ello, para estos laboratorios, los Ensayos de Aptitud son un requisito legal. Así, junto con el uso de métodos validados y el control de calidad interno, los EA son los elementos esenciales del aseguramiento de la calidad en los laboratorios.

El análisis de una muestra externa de comprobación de la calidad como parte de los procedimientos de rutina del laboratorio proporciona a los laboratorios estándares objetivos frente a los que trabajar y les permite comparar sus resultados analíticos con los de otros laboratorios. En resumen los Ensayos de aptitud son una forma de comprobar la exactitud [6] de los resultados de los laboratorios.

(*) NT En la mayoría de los textos publicados en castellano sobre intercomparación (ej.: *Guía sobre la participación en programas de intercomparaciones* G-ENAC-14) se emplea el término “rendimiento” en lugar de “desempeño”. En este caso se ha mantenido en la definición la literalidad de la norma UNE-EN ISO IEC 17043:2010 de Noviembre de 2010 que es la versión oficial, en español, de la Norma Internacional ISO/IEC 17043:2010. Sin embargo, a lo largo de este documento se emplea el término rendimiento por ser el habitual.

1.2. Acreditación y Ensayo de Aptitud

La acreditación es un concepto completamente separado de los Ensayos de Aptitud PT. La acreditación requiere la evaluación formal, externa de los procedimientos documentados de una organización frente a la Norma Internacional aplicable.

La norma de conformidad aplicable a los laboratorios en el ámbito del ensayo es la ISO/IEC 17025: 2017. El cumplimiento de la norma ISO/IEC 17025 no garantiza por sí solo que los procedimientos proporcionen resultados exactos. Solamente la evaluación externa mediante Ensayos de Aptitud puede confirmar que los resultados son exactos, de ahí el requisito dentro de la norma ISO/IEC 17025 de que los laboratorios tomen parte en Programas de Ensayos de Aptitud.

Debe destacarse que tomar parte en un programa de ensayos aptitud **NO** otorga la acreditación a un laboratorio. Esto aplica incluso si el proveedor de los ensayos aptitud, como es el caso de Fapas[®], está acreditado como proveedor de ejercicios de intercomparación (Ensayos de Aptitud-PT).

1.3. Selección de Ensayos de Aptitud por los usuarios

Existen documentos de Guía [7, 8] para la selección de Programas de Ensayos de Aptitud por los usuarios y el nivel y frecuencia de participación. Además, las partes interesadas (como las entidades de acreditación, los clientes, las autoridades reguladoras) pueden establecer sus requisitos específicos para que los laboratorios participen en determinados Programas de Ensayos de Aptitud (PT). Fapas[®] proporciona una amplia gama de combinaciones de analitos/matrices a lo largo de los programas anuales. Algunos PT también variarán en relación con las concentraciones de analitos dentro de la matriz. En general, los PT no son específicos para un método de ensayo. Es responsabilidad del participante asegurarse de que el PT seleccionado es adecuado para su propósito y de ponerse en contacto con Fapas[®] en caso de duda sobre su idoneidad.

2. ORGANIZACION DE LOS PROGRAMAS

2.1. Administración

Todos los programas de Ensayos de Aptitud PT suministrados por Fapas[®] son administrados de acuerdo con principios acordados internacionalmente. En particular aquellos establecidos dentro del Protocolo Armonizado Internacional para los Ensayos de Aptitud en Química Analítica de IUPAC (International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories) [9]. La versión original de éste Protocolo Armonizado Internacional (1994) se derivó del Protocolo original Fapas[®] (1991) mientras que la reciente revisión de 2006 se basó en la amplia experiencia de Fapas[®] en suministrar ejercicios de intercomparación a lo largo de los años siguientes.

Fapas[®] mantiene un Grupo Asesor que se reúne, al menos, anualmente. Los miembros del Grupo Asesor realizan comentarios sobre los programas pertinentes planificados por Fapas[®] para el año siguiente y debaten los temas científicos que surjan a partir de los ensayos aptitud realizados en el año en curso. Los miembros del Comité están disponibles para asesorar al personal de Fapas[®] en cualquier momento durante el año y, para facilitar los debates, habitualmente se usa la correspondencia en grupo por correo electrónico. Una lista de los miembros actuales del Grupo Asesor y los términos de referencia están disponibles bajo petición a Fapas[®].

El seguimiento cotidiano de cada programa de ensayo de aptitud PT es responsabilidad de un miembro designado de la plantilla, un 'Coordinador de Ronda-Round Co-ordinator'. La responsabilidad final de todos los PT de Fapas[®] recae en el Jefe del Grupo. El asesoramiento experto para apoyo de todo el personal en estas obligaciones está fácilmente disponible dentro de Fera y de diversas fuentes externas. Los Asesores externos se seleccionan en base a su experiencia personal y no a su afiliación, no necesitan ser miembros del Grupo Asesor. Cuando se consulta a expertos, Fapas[®] no revela ninguna información del participante, solamente se intercambian información puramente científica, ver a continuación.

2.2. Confidencialidad

Toda la información obtenida por Fapas® sobre los participantes, incluidas sus puntuaciones-z, es confidencial y no se revelará a nadie a menos que sea aceptado explícitamente por el participante para un fin concreto. Para preservar esta confidencialidad los participantes reciben informes que dan los resultados de ese ejercicio PT pero sin identificar los laboratorios individuales. El número de código de los laboratorios usado en los informes se asigna de acuerdo con el orden de recepción de resultados de los participantes. Solamente por azar podrá asignarse el mismo código a un laboratorio en diferentes Ensayos de Aptitud PTs.

Para evitar cualquier conflicto de interés o ruptura de la confidencialidad, si cualquiera de los grupos analíticos dentro de Fera desea participar en un ejercicio PT serán tratados exactamente de la misma forma que los demás participantes. No tendrán acceso a los detalles de cualquiera de los demás participantes. De igual forma cuando Fapas® busca consejo experto en otras partes de Fera (o en cualquier otra fuente externa) no revela ninguna información que pueda romper la confidencialidad de los participantes.

Todos los informes emitidos por Fapas® tienen el Copyright de Fera. Cualquiera que desee utilizar datos de los informes de Fapas® en sus propias publicaciones debe primero solicitar permiso de Fapas®. Debe tenerse en cuenta que esta solicitud de respeto al copyright no puede excluir la distribución de publicaciones explotando datos de Fapas® sin el conocimiento o aprobación previos de Fapas®.

2.3. Programación típica

Fapas® suministra programas de Ensayos de Aptitud - PT de forma continuada, donde los materiales de ensayos se distribuyen cada año de forma regular. Fapas® también provee de ejercicios cerrados diseñados especialmente llamados 'bespoke closed PT schemes', donde los materiales de ensayo se distribuyen en el momento y a solicitud del cliente que realiza el encargo.

Para facilitar la planificación y programación, Fapas® anuncian sus programas en bloques de 15 meses de 1 de Enero a 31 de Marzo del año siguiente. Estos programas anuales de ensayos aptitud son compilados por Fapas® en colaboración con el Grupo Asesor. Se publican generalmente en Septiembre anticipando el siguiente comienzo de Enero. Cuando las fechas se describen de forma abreviada se utiliza el formato DD/MM/AAAA.

El proceso típico de realización de un ensayo de aptitud es el siguiente:

- a) Preparación de los materiales de ensayos incluyendo los ensayos de homogeneidad.
- b) Envío de los materiales de ensayo en la fecha anunciada desde Fapas®, York, Reino Unido.
- c) Los participantes analizan los materiales de ensayo que informan de los resultados en una fecha determinada. Generalmente la fecha de cierre es de seis a ocho semanas a partir de la fecha de envío aunque, aunque para algunos análisis donde la combinación analito/matriz es potencialmente inestable se puede establecer un tiempo de análisis reducido.
- d) Los resultados son sometidos a análisis estadístico por Fapas®.
- e) Distribución del informe final a todos participantes. Generalmente el informe se emite dentro de los 15 días de la fecha de cierre del PT (dentro de los 25 para los PT de microbiología, GM y agua y medio ambiente) pero Fapas® se reserva el derecho a extender este período en casos en los que la evaluación estadística resulta ser atípica.

Si existe un retraso en alguna de estas etapas se informa por correo electrónico a los participantes.

A partir del programa de 2023, la mayoría de los PT con tiempo de análisis reducido ya no tendrán esta reducción de tiempo. Durante los años de la pandemia de coronavirus de 2020-2022 se acumuló evidencia para demostrar que ya no era necesario acortar el tiempo de envío de resultados. Esta decisión fue aprobada en la reunión del Grupo Asesor Fapas® de junio de 2022.

2.4. Sistema de gestión

El sistema de gestión de la calidad para el conjunto de Fera está certificado de acuerdo con la norma ISO 9001 [10]. Además, la mayoría del trabajo de Fapas® está acreditado por UKAS. El certificado formal de acreditación está disponible en la página web de Fapas® [11](formato Adobe PDF), Asimismo, el alcance de acreditación formal detallado puede ser obtenido en la página web de la Entidad de Acreditación Británica United Kingdom Accreditation Service (UKAS) (formato Adobe PDF) [12].

Las partes específicas de cada programa que complementan este documento indican el status de acreditado de cada uno de los programas ensayos aptitud. Donde sea aplicable, Fapas® es un proveedor de ensayos de aptitud acreditado por UKAS con el Numero 0009. Las rondas de PT individuales que no estén dentro del alcance de acreditación se indicarán en el sitio web de Fapas®.

2.5. Subcontratistas

En ciertos casos, se pueden subcontratar varios aspectos del plan de ensayos de aptitud. Cuando se realiza la subcontratación, se hace con un subcontratista competente y el proveedor de ensayos de aptitud es responsable de este trabajo. Los ensayos de homogeneidad pueden realizarse en un laboratorio diferente del que realiza la preparación del material de ensayo. Fapas® mantiene una lista de laboratorios subcontratistas aprobados y revisa regularmente los servicios recibidos. Siempre que sea posible, Fapas® utilizará solamente laboratorios subcontratistas que tengan la acreditación de acuerdo con los estándares reconocidos internacionalmente (por ejemplo ISO/IEC 17025 [2]). Los laboratorios subcontratistas pueden también participar en los Ensayos de Aptitud PTs de Fapas®. En estos casos la participación de laboratorios subcontratistas será tratada de la misma manera que cualquiera de los demás participantes y aplicarán las mismas reglas de confidencialidad.

2.6. Agentes

Los Agentes son designados por Fapas® en algunos países. Las ventajas de los participantes que usan los Agentes son que pueden inscribirse localmente para participar en los Ensayos de Aptitud Fapas® PTs y la facilidad para pagar en moneda local. Los Agentes se comunican con Fapas® en representación de los participantes para cualquier consulta o problema. Los Agentes pueden también ayudar a que las muestras pasen más fácilmente a través de las aduanas. No se facilita a los Agentes detalles de los rendimientos de los participantes en los Ensayos de Aptitud. La lista de los agentes está disponible en el sitio web, www.fapas.com.

2.7. Programas a medida

Existe la posibilidad de producir un PT a medida para clientes para los cuales los PT programados no cumplen adecuadamente su propósito. Los clientes que requieren un servicio a medida deben tener en cuenta las ventajas estadísticas y económicas de incluir al mayor número posible de participantes en un PT. Los PTs a medida utilizan los mismos Términos y condiciones estándar de Fera para los esquemas de pruebas de aptitud como nuestros PTs programados. Los clientes que requieren un servicio a medida deben en tratar detalladamente con Fapas® las especificaciones. Los servicios a medida pueden o no ajustarse al alcance de la acreditación.

3. PARTICIPACION EN LOS PROGRAMAS

Ninguno de los programas de Ensayos de Fapas® estipula un número mínimo o nivel de participación. Los participantes no necesitan necesariamente analizar todos los analitos presentes en una Ronda. Los programas Fapas® están disponibles para los participantes a cambio de una cuota (pagada directamente a Fapas® o a un agente autorizado de Fapas® o pagada en su nombre por un organismo de financiación). No existen criterios técnicos para la elegibilidad de los participantes y es responsabilidad del participante potencial asegurarse de que el PT sea apropiado para sus necesidades.

3.1. Inscripción y Tarifas

Los programas de Ensayos de Aptitud Fapas® están disponibles en el sitio web, www.fapas.com. Los clientes colocan sus solicitudes on-line navegando en estos programas y recopilando su 'lista de intenciones-wish list'. Si el cliente es ya un participante, y tiene acceso a las páginas seguras de nuestro sitio web, puede convertir su 'lista de deseo' en una petición formal on-line. Los clientes nuevos pueden usar su 'lista de intenciones-wish list' para solicitar un presupuesto. Como alternativa están disponibles programas en pdf que pueden obtenerse de Fapas® descargándose en la dirección que se muestra en la página final de este documento.

Los programas contienen información sobre la matriz, analitos y fecha de inicio de los PT. Además, los programas proporcionan el tamaño aproximado de cada unidad del material de ensayo. El tamaño puede expresarse en peso o en volumen, según el tipo de material. Los clientes deben tener en cuenta que el tamaño del material de ensayo es aproximado y puede variar ligeramente. El tamaño del material de ensayo está considerado como suficiente para el análisis en cuestión, incluido el análisis de confirmación, de acuerdo con nuestros asesores técnicos y procedimientos de ensayo sobre métodos conocidos. Si el tamaño del material de ensayo es insuficiente para el método específico que se está empleando, se pueden adquirir materiales de ensayo adicionales. Los materiales de ensayo adicionales comprados no corresponden con inscripciones adicionales. Los tamaños de los materiales de ensayo se revisan periódicamente.

Tenga en cuenta que una inscripción corresponde a una muestra (o conjunto de muestras por Ensayo de Aptitud PT) y el envío de un conjunto de resultados por laboratorio inscriptos. Es posible enviar múltiples resultados, pero solo se puede registrar un conjunto de resultados como representativo del laboratorio inscrito. Si se van a enviar resultados adicionales que también sean representativos del laboratorio inscrito, se deben adquirir inscripciones adicionales.

Las confirmaciones de los pedidos de Ensayos de Aptitud PT se envían automáticamente por correo electrónico a los clientes cuando completan el proceso de solicitud. El correo electrónico de confirmación contiene un enlace a una versión imprimible de la solicitud que se mantiene dentro de las páginas seguras del cliente en nuestro sitio web. Es responsabilidad del cliente comprobar que Fapas® ha procesado sus solicitudes correctamente, ej.: si ha sido inscrita en el Ensayo de Aptitud correcto.

Las tarifas indicadas en las listas de precios se corresponden únicamente con la participación básica en el PT en Libras GBP. Se pueden aplicar costes adicionales (para envío, documentación de aduanas, muestras adicionales) y las tarifas también están disponibles en EUR y USD. Los detalles de todas las tarifas están disponibles bajo solicitud. Fapas® se reserva el derecho a retener los materiales de ensayo y/o los informes de Ensayos de Aptitud PT de los participantes si se retrasan en los pagos.

Los Términos y Condiciones formales para los Programas de Ensayos de Aptitud de Fera están disponibles en la página web (formato PDF) www.fapas.com.

3.2. Envío y recepción de los materiales de ensayo

Todos los materiales de ensayo se distribuyen con una nota genérica adjunta. Esta nota proporciona los detalles sobre cómo acceder a las instrucciones de nuestra página web sobre emisión de resultados y detalles de los métodos. Las instrucciones específicas de un Ensayo de Aptitud en relación con el almacenamiento a la recepción, tipo de análisis requerido, etc. se enviarán por e mail a los participantes. Las instrucciones de almacenamiento de las muestras tras la recepción son sugerencias, no absolutamente fijas. Se puede considerar aceptable un pequeño intervalo de temperatura alrededor de la temperatura de almacenamiento recomendada.

Es responsabilidad de los participantes leer estas instrucciones y seguirlas. Fapas® no puede responsabilizarse de los problemas que surjan por el incumplimiento de estas instrucciones.

Es responsabilidad de los participantes ponerse en contacto con Fapas® si no han recibido los materiales de ensayo dentro de los tiempos esperados tal y como se establece en el documento Términos y Condiciones Estándar para los Programas de Ensayos de Aptitud de Fera (Fera Standard Terms and Conditions for Proficiency Testing Schemes).

Ocasionalmente pueden surgir retrasos en el suministro de los materiales de ensayo. Si por algún motivo debe retrasarse el envío de un material de ensayo, se notificará a los participantes este hecho por correo electrónico antes de la fecha anunciada para el envío. Fapas® no puede hacerse responsable si los participantes pasan por alto este anuncio de retraso.

3.2.1. Preparación de los materiales de ensayo y ensayos de homogeneidad

Los determinandos o analitos en los materiales de ensayo pueden estar a niveles habituales, de forma natural o adicionada a un nivel de formulación particular requerido. Los detalles sobre la preparación de estos materiales se conservan en Fapas® pero no son publicados en los informes de los Ensayos de Aptitud PTs excepto cuando son pertinentes para el análisis estadístico de los resultados.

Los materiales de ensayo de los PTs Fapas® no se distribuirán hasta que las submuestras individuales sean de suficiente homogeneidad. Fapas® utiliza el procedimiento estadístico desarrollado por Fearn y Thompson [13]. Los detalles de los resultados de los ensayos de homogeneidad se conservan en Fapas® pero no son publicados en los informes de los Ensayos de Aptitud PTs.

Los materiales de ensayo líquidos transparentes pueden estudiarse para determinar la homogeneidad de un solo analito como representativo de todos los analitos. Los materiales de PT ambiental y de agua para análisis químico no se evalúan de forma habitual para verificar su homogeneidad (ver el Protocolo específico del esquema, Parte 5).

Los participantes pueden contactar con Fapas® para solicitar detalles de la preparación de los materiales de ensayo y los ensayos de homogeneidad. Estos detalles se enviarán bajo petición, excepto cuando esto comprometa datos que son comercialmente confidenciales o cuando este conocimiento no sea científicamente válido para la interpretación de las evaluaciones.

3.2.2. Estabilidad de los materiales de ensayo

Los materiales de los ensayos de aptitud Fapas® son suficientemente estables durante el desarrollo de la Ronda. Esto incluye el tiempo entre la preparación y el inicio del ensayo, así como durante el transporte de los materiales y el periodo de tiempo establecido para que los participantes realicen los ensayos. Esta estabilidad se ha establecido a través de una combinación de ensayos formales de estabilidad, la experiencia de más de 25 años realizando ensayos de aptitud, el asesoramiento experto y la evaluación de los datos históricos comparando los datos de preparación y de homogeneidad con los valores asignados.

Los materiales de referencia de Fapas® se someten a pruebas formales de estabilidad para el almacenamiento a largo plazo. Los datos generados para materiales de referencia también se usan entonces para apoyar la estabilidad del material de los PTs. Se han publicado por Fapas® otros estudios de estabilidad para materiales de ensayo seleccionados [14].

Algunos ensayos de aptitud tienen un plazo de ejecución reducido cuando la inestabilidad a largo plazo puede afectar a los resultados analíticos.

3.2.3. Estabilidad bajo condiciones de transporte

Algunos materiales de ensayo se transportarán desde su estado de refrigeración en un embalaje aislado con bloques de hielo para asegurar el mantenimiento de su estabilidad. Algunos materiales de ensayo se envían en un embalaje aislante que puede ser diferente de las condiciones de almacenamiento aconsejadas. Es responsabilidad de los participantes el seguir, a la recepción de los materiales, las condiciones de almacenamiento establecidas en la carta de instrucciones, con independencia de las condiciones de transporte.

3.3. Análisis de los materiales ensayo

Para que los Ensayos de Aptitud PT produzcan el máximo beneficio como una comprobación externa del funcionamiento de los métodos de rutina de los participantes, la muestra no debiera ser tratada de manera especial. Los participantes son libres de usar cualquier método de análisis que deseen. En los casos en los que se conoce que el método es empírico (por ejemplo el resultado es dependiente de la técnica empleada) los participantes son también libres de utilizar el método de ensayo que deseen. Sin embargo, al objeto de obtener un conjunto comparable de resultados para realizar el

análisis estadístico, Fapas® puede anunciar a los participantes que solamente los resultados remitidos por un determinado método serán empleados para la obtención de los valores asignados por consenso.

3.4. Remisión de Resultados y Métodos

El informe de los resultados dentro del tiempo establecido y en las unidades especificadas es una parte de la evaluación del rendimiento de los laboratorios.

Se solicita a los participantes que envíen sus resultados y métodos a través de las páginas seguras de nuestro sitio web. A cada participante se le suministrarán unos datos únicos de Identificación de Usuario (UserID) y Contraseña (Password) requeridos para acceder a estas páginas. Mientras que la remisión de un resultado es un requisito previo para la evaluación del rendimiento, los participantes no están obligados a enviar su metodología. Sin embargo, cuando un resultado derivado por consenso es dependiente de un aspecto de metodología particular, puede requerirse responder a preguntas específicas con la remisión de resultados.

Se puede enviar más de un conjunto de resultados a las páginas seguras del sitio web. De forma predeterminada, el primer conjunto de resultados que se ingresan son los que se evaluarán en el informe de PT, pero en su lugar se pueden seleccionar resultados adicionales como representativos de los resultados del laboratorio.

Se aconseja a los participantes que envíen los resultados con número de cifras significativas mayor al que normalmente harían para una solicitud de análisis. Esto se debe a que la mayoría de los valores de Ensayos de Aptitud PT asignados se derivan del consenso de los resultados de los participantes y los resultados truncados pueden comprometer este cálculo. Ocasionalmente, un PT especificará el número de cifras significativas con el que se informarán los resultados cuando esto sea fundamental para diferenciar los datos analíticos.

Cuando los participantes remiten sus resultados, comentarios y métodos, solicitamos que se utilice el inglés, ya que es el idioma internacional predeterminado para la ciencia y Fapas® opera a nivel internacional. Además, les pedimos a los participantes que usen caracteres del teclado occidental; las entradas hechas en otros caracteres serán capturadas como símbolos que no son legibles en la base de datos de Fapas®.

La aceptación o no de resultados remitidos después de la fecha de cierre queda a discreción del Coordinador de la Ronda. Cuando circunstancias atenuantes han impedido la remisión de resultados a tiempo, los participantes deberán contactar con Fapas® para tratar la aceptación de resultados tardíos.

3.4.1. Connivencia y Falsificación de Resultados

La connivencia, tanto entre los participantes o entre participantes individuales y el proveedor del programa es contraria a la conducta científica profesional. Solamente sirve para anular los beneficios de los Ensayos de Aptitud para los clientes, las entidades de acreditación y los propios analistas. Por tanto, la connivencia es rechazada de forma contundente.

Como medida preventiva Fapas® se reserva el derecho a distribuir más de un material ensayo dentro de un Ensayo de Aptitud PT de forma que los participantes no puedan comparar directamente los resultados. En última instancia, sin embargo, es responsabilidad de los laboratorios participantes evitar la colusión o la falsificación de resultados. Los laboratorios que se encuentren falsificando resultados pueden ser rechazados en la participación en los Ensayos de Aptitud posteriores.

3.5. Distribución de informes

En las instrucciones del Ensayo de Aptitud se anuncia a los participantes cuando se espera la publicación del informe. Fapas® trata de emitirlo tan pronto como es posible después de la fecha de cierre del Ensayo de Aptitud. Los participantes deben tener en cuenta que nuestros procedimientos de calidad incluyen múltiples comprobaciones cruzadas y el escrutinio por diferentes personas de Fapas® bajo la supervisión del Coordinador de la Ronda. No existe una forma fija de generar un valor asignado. Por lo tanto, esto significa que el proceso puede requerir varias semanas dependiendo de la complejidad de los datos.

Todos los informes se distribuyen en formato Adobe PDF. Estos informes están protegidos mediante contraseña y firmados digitalmente para garantizar que no pueden ser alterados de ninguna forma. La firma digital se valida automáticamente cuando se abre el archivo PDF usando Adobe Reader versión 7 o superior en un ordenador con acceso a Internet. Los informes están disponibles solamente para su descarga por el/los contacto/s designados para el Ensayo de Aptitud PT en cuestión.

3.6. Servicios de seguimiento

Si un participante desea obtener consejo sobre algún aspecto de su rendimiento deberá, en primer lugar, contactar con Fapas® por correo electrónico. Todas las consultas técnicas serán dirigidas internamente por el Coordinador de la Ronda y/o de científico señor. Los participantes deben tener en cuenta que es probable que Fapas® ofrezca asistencia en forma de servicio de intermediación mediante el cual Fapas® pasará, anónimamente o no en el caso de que las partes acuerden renunciar a la confidencialidad, la pregunta del participante a un laboratorio experto/asesor externo.

3.6.1. Muestras de Control de Calidad

Los materiales de ensayo excedentes del lote utilizado para el Ensayo de Aptitud PT pueden estar disponibles para su compra como Muestras de Control de Calidad (QC). Estas muestras QC pueden ser empleadas para tratar las acciones correctivas ante un resultado no satisfactorio en un PT, el entrenamiento de personal, desarrollo de métodos o para generar tablas de control de calidad. Las muestras QC de Fapas® tienen una hoja de datos que suministra los mismos datos de valor asignado y límites de aceptación que la Ronda en que se obtuvieron (ver evaluación del rendimiento en las secciones siguientes). La evaluación de la estabilidad de las muestras de control de calidad (QC) es la misma que la del PT.

Los Materiales de Referencia Certificados en el sector de análisis de alimentos no son numerosos y, por ello, los materiales de ensayo de Fapas® pueden ser la única fuente para obtener un material apropiado para el control de calidad.

El nivel exacto de stock de un material concreto de control de calidad QC puede comprobarse a través de nuestra página web. Los analitos en una muestra de control de calidad son solo los definidos en la hoja de datos adjunta y no necesariamente los que se enumeran en la página del producto del sitio web. Es posible que algunos analitos que se anunciaron originalmente en el Ensayos de Aptitud PT no se especifiquen en la hoja de datos de control de calidad cuando en el PT de origen no se emitieron o se emitieron solo para información. Los compradores deben verificar antes de la compra que la hoja de datos de control de calidad QC cumpla con sus requisitos.

3.6.2. Materiales de Referencia

Los Materiales de Referencia (MRs) están también disponibles en Fapas® para algunas combinaciones analito/matriz. Los MRs tienen un nivel de caracterización más alto que los materiales de PT o QC con una cadena de trazabilidad definida. Los MRs se someten a pruebas de estabilidad formal tanto para aplicaciones a corto como a largo plazo. Los MRs tienen una hoja de datos asociada que indica los valores de referencia y su incertidumbre expandida U . El valor de U no es un límite de rendimiento sino que es la incertidumbre relativa al valor de referencia. Por lo tanto, Los MRs tienen un mayor grado de confianza en sus valores y pueden utilizarse para fines de calibración de métodos.

Los MRs Fapas® se generan de acuerdo con los principios de ISO 17034:2016 [15] y de las Guías ISO 31 y 35 [16, 17].

El nivel exacto de stock de un MR concreto puede comprobarse a través de nuestra página web. Los analitos en una muestra de MR son únicamente los que se definen en la hoja de datos adjunta y no necesariamente los que se enumeran en la página del producto del sitio web. Los compradores deben verificar antes de la compra que la hoja de datos de RM cumpla con sus requisitos.

3.6.3 Uso de las utilidades de las páginas seguras en la web

Una vez que un participante ha iniciado sesión en las páginas seguras del sitio web, hay una serie de utilidades adicionales disponibles. Incluyen herramientas para generar tendencias en las puntuaciones del desempeño en forma de una interfaz gráfica y una utilidad de descarga que proporciona los

resultados históricos y las evaluaciones de desempeño del participante en forma de un archivo compatible con una hoja de cálculo.

4. EVALUACION DEL RENDIMIENTO

El modelo estadístico utilizado por Fapas® se establece íntegramente dentro del Protocolo Armonizado Internacional de IUPAC [9]. En resumen, tal como se indica en la Introducción, el objetivo de un Ensayo de Aptitud de Fapas® es comprobar la exactitud de los resultados enviados por los laboratorios participantes. Esta comprobación se realiza habitualmente comparando los resultados de los participantes con una estimación del valor “verdadero”.

Si los resultados remitidos son **cuantitativos** esta comparación se realizará en forma de puntuación numérica. Los datos semicuantitativos (< o >) no son evaluados, *excepto* cuando se indique de forma detallada en la parte pertinente del programa específico de apoyo a este Protocolo.

La comparación de los resultados **cualitativos** se realizará frente a la respuesta obtenida anteriormente por formulación, teniendo en cuenta el consenso de los resultados de los participantes.

Los resultados remitidos a un único Ensayo de Aptitud PT representan el producto final de una compleja cadena de acciones llevadas a cabo por los participantes, desde la recepción de la muestra al informe de resultados. Por tanto abarcan todos los aspectos del rendimiento de un laboratorio. Un error en cualquier apartado, aunque sea trivial, tendrá influencia en el resultado final.

Es imprudente observar una evaluación del rendimiento como algo diferente a una instantánea del rendimiento del conjunto de laboratorio en el momento de realizar el Ensayo de Aptitud PT.

4.1. Puntuaciones

4.1.1. ¿Porqué puntuar?

Las ventajas de expresar los resultados de los participantes como puntuaciones *estandarizadas* son que:

- son simples y transparentes,
- presentan los resultados de los participantes en una forma fácilmente comprensible,
- permiten la comparación a lo largo del tiempo,
- cuando son tabuladas y representadas gráficamente, colocan el rendimiento individual en el contexto global del Ensayo de Aptitud PT.

Cuando la puntuación *estandarizada* incorpora un valor prescrito que representa los límites de la variación aceptable para los análisis en cuestión, la puntuación expresa el concepto de aptitud para el fin previsto, por ejemplo el balance entre consumir tiempo y esfuerzo considerable (= gasto) en un análisis para obtener resultados muy exactos frente ejecutar un procedimiento sencillo y rápido que solamente suministra una indicación del nivel presente y, por tanto, es de uso limitado y requiere análisis posteriores..

4.1.2. Tipos de puntuaciones

Están disponibles muchas puntuaciones estandarizadas [22]. Este Protocolo se presenta solamente una de estas puntuaciones pero esto no excluye el que Fapas® adopte otras alternativas si lo aconsejan nuestros expertos en estadística.

4.1.2.1. Puntuaciones – z (z-scores)

Fapas® prefiere el uso de las puntuaciones-z porque cuando la desviación estándar está basada en un criterio de idoneidad para el fin previsto, por ejemplo es una “desviación estándar de rendimiento” prescrita, la significación de la evaluación del rendimiento es evidente de forma inmediata, sin importar la concentración o la identidad del analito, la naturaleza del material de ensayo o el principio físico subyacente a la medición analítica.

La evaluación del rendimiento de un participante mediante puntuaciones-z trata tanto la veracidad como la precisión de su resultado. El uso de una desviación objetiva del rendimiento, adecuada para el

fin previsto requiere que la medida de la incertidumbre del resultado de un participante esté de acuerdo con este nivel.

Una puntuación-z combina una estimación del error de un resultado con una desviación estándar:

$$z = \frac{(x - x_a)}{\sigma_p}$$

donde x = el resultado informado por el participante

x_a = el valor asignado

y σ_p = la desviación estándar para la aptitud

La obtención del valor asignado y la elección de las desviaciones estándar del rendimiento adecuadas para el fin previsto son más complejas (ver las secciones 4.1.3 y 4.1.4 más adelante). El informe de cada Ensayo de Aptitud dará detalles de la elección y cálculo tanto del valor asignado como de la desviación estándar para la evaluación del rendimiento.

Nota. La norma internacional de estadística en ensayos de aptitud, ISO 13528 [22] se revisó en 2015 (la versión anterior era de 2005). En 2022 se publicó una revisión adicional que consistió en gran medida en cambios editoriales, sin cambios relevantes. Este Protocolo sigue haciendo referencia a la versión de 2015, a la espera de una futura revisión completa. La norma revisada adopta una nomenclatura ligeramente diferente para el valor asignado y la desviación estándar para evaluación del rendimiento. Fapas® ha conservado su actual nomenclatura por coherencia histórica [9] las definiciones de los términos se mantienen sin cambios.

4.1.2.2. Otros tipos de Puntuaciones

La norma ISO 13528:2015 revisada describe el uso de puntuaciones alternativas a z-score. Se incluye $D_i\%$ (previamente adoptado por Fapas® como el Q-score, pero ya no en uso habitual), z' score, zeta (ζ) score y E_n score. El $D_i\%$ sólo proporciona el error relativo de un resultado y podría tener un uso cuando no se puede establecer una desviación estándar apropiada para evaluar el rendimiento.

La z' score combina σ_p con la incertidumbre del valor asignado. La zeta score sustituye σ_p con la incertidumbre combinada de los resultados de los participantes y el valor asignado. El número E_n score sustituye σ_p con la incertidumbre combinada expandida de los resultados de los participantes y el valor asignado. Las puntuaciones zeta y E_n scores dependen de que los participantes remitan con sus resultados unas estimaciones exactas de la incertidumbre de la medida, un procedimiento que no es fácil de seguir.

Fapas® no suscribe el uso de z' score. El valor de σ_p se define en sí mismo por la adecuación al uso previsto (véase la sección 4.1.4). Por lo tanto, el uso de z' score se desvía de esa adecuación al uso previsto predefinida y oculta con eficacia la alta incertidumbre del valor asignado. Fapas® prefiere emitir z-scores "*solo para información*" cuando la incertidumbre es mayor que la ideal o no emitir puntuaciones z en absoluto cuando la incertidumbre es inaceptable. Más adelante se proporciona información adicional sobre la incertidumbre del valor asignado (sección 4.1.3). Se proporciona más información sobre el uso de otras puntuaciones en el Resumen Técnico 74 [18].

4.1.2.3. Comparando puntuaciones entre diferentes Programas de Ensayos de Aptitud (PTs)

Las puntuaciones obtenidas en la evaluación del rendimiento de diferentes Programas de Ensayos de Aptitud solo pueden compararse si se aplican las mismas reglas de adecuación al uso previsto. Por lo tanto, se concluye que las puntuaciones z de diferentes proveedores de PT sólo pueden compararse cuando el valor de σ_p se ha obtenido de la misma manera. Igualmente, las puntuaciones z y las puntuaciones z' no pueden compararse en ningún caso.

4.1.2.4. La puntuación a (a-score) para datos cualitativos

4.1.2.4. El a-Score para datos cualitativos

Las evaluaciones cualitativas en los Programas de Fapas® son intrínsecamente binarias y sin tendencias; un resultado de laboratorio es satisfactorio (de acuerdo con el consenso o la formulación) o no satisfactorio (en desacuerdo con el consenso o la formulación). Fapas® publicó un nuevo método de puntuación de datos cualitativos en 2019, [19] que proporciona una evaluación numérica de resultados binarios cualitativos. La puntuación aún no se ha adoptado en todos los PT cualitativos de Fapas®.

4.1.3. Valor asignado por consenso

En todos los Programas de Fapas® PTs, el 'valor asignado', x_a , es la mejor estimación disponible para Fapas® del 'valor verdadero'. El valor asignado puede ser establecido como:

- Valor de consenso
- Nivel de formulación
- Valor de referencia certificado

Están disponibles los algoritmos apropiados para la obtención de un valor de consenso [20, 21, 22]. Casi siempre el valor asignado que Fapas® toma como válido es el valor de consenso. El proceso empleado para obtener el consenso incluirá, como mínimo:

- eliminar de datos no válidos, por ejemplo los informados como aproximadamente 10, 100 o 1000 veces superiores o inferiores a la mayoría de los resultados remitidos (se consideran errores de informe).
- considerar la simetría, u otra forma de distribución de los resultados.
- cuando los resultados forman una distribución aproximadamente simétrica (eliminados los atípicos), minimizar la influencia de los valores atípicos mediante el uso de un procedimiento de estadística robusta para obtener la media [20].
- cuando hay un grado de asimetría, investigar los resultados con un procedimiento que estima la moda o, en algunos casos, ayuda a identificar la multimodalidad (mediante un procedimiento denominado 'bump-hunting' [21]).
- comparar la media robusta, la mediana y la moda (s). La mediana o la moda puede emplearse con el consenso si Fapas® considera que hay suficiente evidencia disponible para justificar esta acción.

Pueden adoptarse procedimientos adicionales para Ensayos de Aptitud particulares cuando los resultados tienen que ser suministrados con información adicional, por ejemplo corrección de recuperación. Esto se detallará en cada informe de Ensayo de Aptitud.

Se requiere también una estimación de la incertidumbre del consenso. Para n resultados, la incertidumbre u de una media robusta se toma como su error estándar,

$$u = \hat{\sigma} / \sqrt{n}$$

donde $\hat{\sigma}$ es la desviación estándar robusta de los resultados. Para una moda, la incertidumbre se toma como el error estándar de la moda (SEM), calculada directamente por el método de remuestreo 'bootstrap' [21]. Para una mediana, la incertidumbre se toma como la desviación estándar de la mediana (sMAD) dividida por \sqrt{n} . Cuando la prueba de u/σ_p es igual o mayor que el valor crítico de 0.35, el efecto de la incertidumbre sobre las puntuaciones-z será tomado en consideración cuando se emitan puntuaciones-z. Cuando la incertidumbre es demasiado alta, las puntuaciones-z pueden ser emitidas *solo para información* y no deben ser empleadas por los participantes como completamente evaluativas de su rendimiento.

La estadística para derivar el valor asignado será resumida en cada informe de Ensayo de aptitud PT. Los informes detallarán, en caso necesario, cualquier complicación detectada.

4.1.4. Desviación estandar para la aptitud

La desviación estandar para la aptitud (informalmente desviación estándar 'diana', σ_p) determina los límites para el rendimiento satisfactorio en un Ensayo de aptitud PT. Se establece como un valor que

refleja la aptitud al fin previsto del análisis en cuestión. Las desviaciones estándar del rendimiento adecuadas para el fin previsto pueden obtenerse a partir de:

- modelos predictivos, por ejemplo la ecuación Horwitz o sus modificaciones [23]
- Estudios colaborativos / Estudios de rendimiento de métodos
- Limite inferior de interés (LLI)
- Definición legal
- Opinión de expertos

La función de Horwitz, que describe la tendencia de la desviación estándar de la reproducibilidad encontrada en los estudios colaborativos, representa la adecuación para el uso previsto en el sector alimentario en un amplio rango de concentraciones. Es por lo tanto utilizada por Fapas® en la mayoría de los casos. Sin embargo en algunos rangos se requiere una precisión más apropiada y, en estos casos, se emplea la estadística de estudios colaborativos relevantes u otras fuentes para obtener la desviación estándar. La ecuación de Horwitz puede aun usarse cuando existen datos de estudios colaborativos si está apoyada por este estudio.

La forma apropiada de la ecuación modificada de Horwitz [23] utilizada por Fapas® requiere que se exprese la concentración del analito c como una fracción de masa, por ejemplo $10^{-6} \equiv 1 \text{ ppm} \equiv 1 \text{ mg kg}^{-1}$, or $10^{-2} \equiv 1\%$. Esta ecuación establece lo siguiente:

Para analitos de concentración menor de 1.2×10^{-7} (120 ppb),

$$\sigma_p = 0.22c$$

Para analitos de concentración entre 1.2×10^{-7} (120 ppb) y 0.138 (13.8%),

$$\sigma_p = 0.02c^{0.8495}$$

Para analitos de concentración superior a 0.138 (13.8%),

$$\sigma_p = 0.01c^{0.5}$$

Fapas® usa el valor asignado x_a como la concentración en estas ecuaciones. Los valores sin tratar σ_p son fracciones de masa y tienen que ser convertidos en las unidades requeridas antes de su empleo en el cálculo de puntuaciones-z. Esto se consigue fácilmente dividiendo el resultado por la fracción de masa apropiada para las unidades utilizadas.

Por ejemplo, sodio en un compuesto de carne enlatada. La media robusta es 0.27 g/100g, donde la fracción de masa es 10^{-2} . Por ello;

$$\sigma_p = 0.02 \times (0.27 \times 10^{-2})^{0.8495} = 0.00013$$

Convirtiendo en unidades de g/100g,

$$\sigma_p = 0.00013 / 10^{-2} = 0.013 \text{ g/100g}$$

Nota: la ecuación de Horwitz también se puede expresar como una fórmula logarítmica en la forma;

$$\log_{10}(\sigma_p) = 0.8495 \times \log_{10}(c) - 1.699$$

que se pueden volver a convertir a las unidades originales como;

$$10^{(\log_{10}(\sigma_p)) / \text{mass fraction}}$$

Alternativamente:

$$\sigma_p \text{ as \%CV} = 2^{(1 - (0.5 \times \log_{10}(c)))}$$

que se puede volver a convertir a unidades originales como;

$$((\sigma_p \text{ as \%CV}) / 100) \times X_a$$

Cuando se emplean estudios de colaboración para determinar σ_p , el valor a la concentración relevante se obtiene por interpolación, empleando un modelo apropiado, usualmente la asunción de una desviación estándar constante. La función aplicada usualmente para derivar esto es σ_p ;

$$\sigma_p = \frac{RSD_R}{100} \times c$$

donde RSD_R es la Desviación Estandar Relativa de la Reproducibilidad de un estudio de colaboración, expresados como %

y c es la concentración, por ejemplo el valor asignado.

El Limite inferior de interés (LLI) se usa cuando otros limites de rendimiento estándar (Horwitz, estudios colaborativos o legislación) se emplean en combinación con la opinión de experto donde no son aplicables otros limites de rendimiento estándar, especialmente a bajas concentraciones. El LLI genera un factor de corrección a partir de nivel bajo de concentración con una estimación del umbral relativo que aplica a este nivel. El factor de corrección puede usarse directamente o aplicarse al estimador estándar del rendimiento aplicado, como la ecuación de Horwitz.

4.1.5. Política sobre n reducido

Un cálculo de consenso para un pequeño conjunto de datos (número reducido de datos, n) se verá comprometido por una gran incertidumbre. En estos casos Fapas[®] adopta una política basada en el documento de la guía EA-4/21 [24]. En resumen, cuando $n < 7$, solo se considerará un valor de consenso derivado de la mediana, junto con otra información para respaldar la decisión. Esto incluye un nivel aceptable de incertidumbre. Si el material de prueba se deriva de un CRM, se utilizará el valor de referencia certificado. Las puntuaciones z no se emiten cuando $n < 2$.

4.1.6. Política sobre muy bajas concentraciones

Para los ensayos de aptitud de contaminantes químicos semi-ciegos (incluidos residuos de plaguicidas y residuos de medicamentos veterinarios, especialmente metabolitos), la presencia accidental de analitos no deseados en concentraciones muy bajas puede detectarse mediante métodos analíticos más sensibles. A medida que mejora la tecnología analítica, algunos participantes en un PT pueden detectar más contaminantes imprevistos en concentraciones más bajas. Es posible que estos analitos de muy baja concentración no se hayan detectado durante la preparación del material de ensayo.

En la situación en la que varios participantes hayan cuantificado estos analitos en concentración baja, se intentará el cálculo de un valor asignado de consenso y se emitirán puntuaciones z cuando exista una confianza suficientemente alta de que la detección es genuina. Sin embargo, no se puede garantizar que sea posible la emisión de puntuaciones z frente a resultados de concentración tan baja. La ausencia de datos de homogeneidad específicos del analito se tendrá en cuenta al decidir sobre la emisión de un valor asignado consensuado y puntuaciones z .

4.1.7. Provisión de evaluaciones fuera de los informes oficiales

Ocasionalmente, es necesario que un participante reciba una evaluación que no forma parte de un informe oficial de PT. En circunstancias excepcionales, Fapas[®] proporcionará evaluaciones ya sea en forma de una letra de puntuación z o evaluación de competencia a demanda (PAD).

Las circunstancias excepcionales para emitir una carta de puntuación z incluyen situaciones en las que el participante no ha podido presentar sus resultados en el PT antes de la fecha de cierre, pero antes de que se haya publicado el informe oficial. No se recomienda la emisión de una carta de puntuación z porque la presentación en plazo de los resultados es parte del PT y esto causa una interrupción adicional en la provisión eficiente y económica de los PT programados. Una carta de puntuación z siempre emitirá la puntuación z solo como información (no para propósitos de evaluación completa) porque los resultados no se habrían incluido en el cálculo de los valores asignados por consenso. Fapas[®] siempre recomienda que los participantes que reciben una carta de puntuación z consulten con su entidad de acreditación para la correcta interpretación y aceptación de las evaluaciones.

La provisión de una carta de puntaje z es generalmente un servicio pago (las tarifas están disponibles a demanda en Fapas[®]).

El servicio PAD se puede utilizar en cualquier momento y está destinado a los participantes que no pudieron enviar los resultados de un PT programado. La disponibilidad de un PAD depende de la

disponibilidad de stock de una muestra adecuada. La muestra se selecciona del stock, se vuelve a etiquetar y el PAD luego funciona como un PT, pero proporciona solo una evaluación sin comparación entre laboratorios. Sobre el modo de operación PAD están disponibles más detalles en el sitio web de Fapas® y un PAD no es un servicio acreditado. PAD es un servicio pago.

4.2. Interpretación de las puntuaciones z (z-scores)

4.2.1 Interpretación de evaluaciones cualitativas de desempeño

Los ensayos de aptitud cualitativos se evalúan formalmente como "satisfactorios" o "no satisfactorios". Cuando la evaluación se proporciona como "de acuerdo" o "en desacuerdo" con el valor de propiedad asignado, estas evaluaciones se proporcionan de manera informal solo para información y no deben tratarse como una evaluación de desempeño formal.

4.2.2 Interpretación de z-scores

El principio que guía las puntuaciones en Fapas® es la adecuación para el fin previsto. Esto significa que el estándar de exactitud requerido está basado en una incertidumbre determinada de forma independiente como apropiada para el análisis en cuestión. Un laboratorio hipotético que trabaje exactamente de acuerdo con este estándar predeterminado obtendrá puntuaciones-z como una selección aleatoria a partir de una distribución normal. Sin embargo, la mayoría de los laboratorios utilizarán métodos con un sesgo y una desviación estándar de repetibilidad que difiere de la incertidumbre apta para su uso previsto. Por consiguiente, puntuaciones-z obtenidas en un Ensayo de Aptitud Fapas® se desvían a menudo de la distribución normal. La desviación puede tomar la forma de colas gruesas, valores atípicos y, en ocasiones, asimetría o multimodalidad. Debido a que las puntuaciones se basan en una incertidumbre prescrita de forma independiente es lógico interpretar las puntuaciones-z en base a la distribución normal.

Las propiedades de la distribución normal son tales que, a lo largo del tiempo, aproximadamente el 95% de las observaciones están entre ± 2 desviaciones estándar. Por tanto, el rendimiento en un Ensayo de Aptitud de Fapas®, se considera apto para su uso previsto si una puntuación-z está en el rango ± 2 . De ello se deduce que las puntuaciones de un participante que esté trabajando exactamente de forma correcta saldrá de esta rango con una probabilidad de 1 en 20. Por tanto, las puntuaciones ocasionales en el rango $2 < |z| < 3$ pueden carecer de importancia. Estas puntuaciones-z requieren una consideración y acción apropiada. Sin embargo, la probabilidad de que la puntuación-z de un participante operando de forma correcta esté fuera del $|z| > 3$ es menor de 1 en 300. Dada su rareza, tales puntuaciones representan, por tanto, resultados que probablemente no son aptos para su uso previsto y deben desencadenar una investigación y una acción de remedio.

La consideración de un conjunto o una secuencia de puntuaciones-z en el tiempo proporciona una información más útil que una puntuación-z única. En el Protocolo Internacional Armonizado [9] se proporcionan ejemplos de métodos de comparación adecuados.

Notas. En el pasado, se han aplicado los términos tales como 'satisfactorio', 'cuestionable' e 'insatisfactorio' a las puntuaciones-z situadas dentro de ciertos rangos. Esta aproximación categoriza las puntuaciones aunque no es apropiado hacerlo y es muy probable que lleve a confusión. Los límites $z = \pm 2$, $z = \pm 3$, no deben ser considerados como fronteras exactas sino que deben de ser tratados como límites de acción. Las puntuaciones-z son estadísticos y DEBEN ser interpretados como tales [25].

Nota sobre homogeneidad y puntuaciones-z: El requisito de que las unidades de material distribuido sean 'suficientemente homogéneas' significa que cualquier variación entre las unidades, detectada por el estudio de homogeneidad, debe ser de una magnitud insignificante en relación con la aptitud para su uso previsto y, por ello, demasiado pequeña para afectar a las puntuaciones-z. Por lo tanto Fapas® no toma en consideración la incertidumbre entre unidades para sus puntuaciones.

4.3. Apelaciones

Fapas® asume la corrección atenta y sin demora de cualquier fallo atribuible a errores suyos. Si un participante tiene alguna preocupación sobre cualquier aspecto del Ensayo de Aptitud PT debe, en primer lugar, ponerse en contacto mediante correo electrónico con Fapas®. De acuerdo con nuestro

sistema de gestión se realizará una investigación y se informará al participante de su resultado. Las reemisiones de informes como consecuencia de una apelación se limitan a una retrospectiva de dos años al momento de recibir la apelación.

5. REFERENCIAS

- 1 ISO/IEC 17043:2010, Conformity assessment – General requirements for proficiency testing.
- 2 ISO/IEC 17025:2017, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
- 3 Regulation (EC) 882/2004 of the European Parliament and of the Council of 29 April 2004 on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules, Official Journal **L165**, 30/04/2004, 0001-0141.
- 4 CAC/GL 27-1997, Guidelines for the assessment of the competence of testing laboratories involved in the import and export control of food, Codex 2006.
- 5 EU Directive 2020/2184 of 16 December 2020 on the quality of water intended for human consumption.
- 6 AMC Technical Brief 13, 2003, Terminology – the key to understanding analytical science. Part 1: Accuracy, precision and uncertainty.
- 7 EA-4/18: 2010, Guidance on the level and frequency of proficiency testing participation.
- 8 Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes, Eurachem, 2011, second Edition
- 9 Thompson, M., Ellison, S.L.R. and Wood, R., 2006, The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, *Pure Appl. Chem.*, **78** (1), 145–196.
- 10 <http://www.fera.co.uk>, accessed 09/12/2022
- 11 <http://www.fapas.com>, accessed 09/12/2022
- 12 <http://www.ukas.com>, accessed 09/12/2022
- 13 Fearn, T. and Thompson, M., 2001, A new test for sufficient homogeneity, *Analyst*, **126**, 1414-1417.
- 14 Sykes, M. and Thompson, M., 2015, Assessing the stability of a proficiency test material by participant-blind re-use after a period of storage, *Anal. Methods*, 2015, **7**, 9753
- 15 ISO 17034:2016, General requirements for the competence of reference material producers
- 16 ISO Guide 31:2000, Guide to the contents of certificates and labels of reference materials
- 17 ISO Guide 35:2006, Reference materials – General and statistical principles for certification
- 18 AMC Technical Brief 74, 2016, z-Scores and other scores in chemical proficiency testing-their meanings, and some common misconceptions, *Anal. Methods*, 2016, **8**, 5553
- 19 Beavis, G., Wilson, J. and Sykes, M., 2019, Quantitative scores for binary qualitative proficiency testing, *Accreditation and Quality Assurance*, **24** (4), 263.
- 20 Analytical Methods Committee, 1989, Robust statistics - how not to reject outliers: Part 1 Basic concepts, *Analyst*, **114**, 1693-1697.
- 21 Lowthian, P.J. and Thompson, M., 2002, Bump-hunting for the proficiency tester-searching for multimodality, *Analyst*, **127**, 1359-1364.
- 22 ISO 13528:2015, Statistical Methods for use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparison.
- 23 Thompson, M., 2000, Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, *Analyst*, **125**, 385-386.

- 24 EA-4/21 (2018) Guidelines for the assessment of the appropriateness of small interlaboratory comparison within the process of laboratory accreditation.
- 25 AMC Technical Brief 11, 2002, Understanding and acting on scores obtained in proficiency testing schemes.

APPENDICE 1 GLOSARIO DE TERMINOS

Este glosario incluye términos no mencionados específicamente en este Protocolo pero que pueden ser usadas en las partes de apoyo del protocolo o en el informe de un Ensayo de Aptitud. Los participantes pueden encontrar útil este glosario en relación con los Ensayos de Aptitud en general.

Exactitud

Grado de concordancia existente entre el resultado del ensayo y un valor aceptado como referencia.

NOTA. El término "exactitud", aplicado a un conjunto de resultados, implica una combinación de componentes aleatorias y una componente de error sistemático o sesgo.

Valor asignado

El valor empleado como el "verdadero" valor por Fapas® en el tratamiento estadístico de los resultados. Es la mejor estimación disponible del valor verdadero de analito en la matriz.

Sesgo

Diferencia entre la esperanza matemática de los resultados y un valor aceptado como referencia.

NOTA. El sesgo es el error sistemático total, por oposición al error aleatorio. Pueden existir uno o más componentes de error sistemático contribuyendo al sesgo. A mayor diferencia sistemática respecto al valor aceptado como referencia, mayor valor de sesgo.

Sesgo del método de medición

Diferencia entre la esperanza matemática de los resultados de ensayo obtenidos por todos los laboratorios que utilizan el mismo método, y un valor aceptado como referencia.

NOTA. Un ejemplo podría ser el siguiente: Un método diseñado para medir el contenido en azufre de un compuesto, que no detectara, habitualmente, todo el contenido en azufre existente, dando un sesgo negativo del método de medición. El sesgo del método de medición vendría medido por el desplazamiento respecto a la media de los resultados de un gran número de laboratorios diferentes, todos ellos utilizando el mismo método. El sesgo de un método de medición puede ser diferente a diferentes niveles.

Material de Referencia Certificado (CRM)

Un material de referencia, una o más de cuyas propiedades se certifican por un procedimiento técnicamente válido, acompañado por, o trazable a, un certificado u otra documentación emitida por un organismo de certificación.

Valor de consenso

El valor asignado que se ha generado a partir de los resultados válidos de los participantes. Algunos resultados de los participantes pueden excluirse de los cálculos de consenso cuando fallen en el cumplimiento de criterios específicos. El valor de consenso puede ser la media robusta, la mediana o la moda.

Unidad de distribución

Una muestra del material de ensayo que se envía a un participante.

Error

La diferencia entre un resultado informado y el valor asignado.

Fapas®

Marca propiedad de Fera Science Ltd proveedora de los programas de ensayos de aptitud Fapas Química de Alimentos (FAPAS), Fapas Microbiología de Alimentos (FEPAS), Fapas GM (GeMMA), Fapas Agua y Medioambiente (LEAP), y otros programas de ensayos de aptitud específicos.

Fera

Fera Science Ltd, organización matriz de Fapas®.

Aptitud para el fin previsto

La precisión y exactitud de los datos analíticos debe ser suficiente para permitir al usuario final de los datos tomar decisiones correctas siempre que los resultados/muestras analizados sean adecuados para el fin previsto.

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.

Control Interno de la Calidad (CIC-IQC)

El conjunto de procedimientos llevados a cabo por la plantilla del laboratorio para la monitorización continua de las operaciones y resultados con el fin de decidir si los resultados son suficientemente fiables para poder ser emitidos. El CIC monitoriza fundamentalmente la veracidad de los resultados de análisis de materiales de control de calidad a lo largo de una serie o tanda analítica y la precisión mediante análisis replicados de materiales de ensayo.

Sesgo de Laboratorio

Diferencia entre la esperanza matemática de los resultados de ensayo de un laboratorio en particular y un valor aceptado como referencia.

Componente del sesgo debida al laboratorio

Diferencia entre el sesgo del laboratorio y el sesgo del método de medición.

NOTAS. (1) La componente del sesgo debida al laboratorio es específica para un laboratorio dado y para las condiciones de medición dentro del laboratorio. También puede variar para diferentes niveles del ensayo.

(2) La componente del sesgo debida al laboratorio es un valor relativo respecto al resultado medio general, no al valor verdadero o de referencia.

Precisión

Grado de coincidencia existente entre los resultados independientes de un ensayo, obtenidos en condiciones estipuladas.

NOTAS. (1) La precisión depende únicamente de la distribución de los errores aleatorios y no está relacionada con el valor verdadero o especificado.

(2) La precisión se expresa generalmente en términos de falta de precisión, calculándose a partir de la desviación típica de los resultados. A mayor desviación típica menor precisión.

(3) "Resultados de ensayo independientes" significa resultados obtenidos sin que exista influencia de un resultado previo sobre el mismo objeto o similar de ensayo. La expresión cuantitativa de la precisión depende en forma crítica de las condiciones estipuladas. Las condiciones de repetibilidad y reproducibilidad son conjuntos particulares de condiciones extremas.

Programa de Ensayos de Aptitud (Programa de Evaluación del Rendimiento)

El sistema para comprobar objetivamente los resultados de un laboratorio mediante un agente externo (ej.: Fapas®). Incluye la comparación a intervalos establecidos de los resultados de un laboratorio con los de otros laboratorios. Su principal objetivo es el establecimiento de la veracidad. Los Ensayos de Aptitud son diseñados para evaluar la exactitud de los resultados de un laboratorio. A veces se hace referencia a los Ensayos de aptitud como "Evaluación Externa de la Calidad" (EQA).

Materiales de Control de calidad

Materiales excedentes de un lote empleado en un Ensayo de Aptitud. Son útiles para el control interno de la calidad (CIC) en un laboratorio pero no son Materiales de Referencia Certificados (CRMs).

Sistema/Programa de Aseguramiento de la Calidad (QAS)

La suma del total de las actividades de un laboratorio dirigidas a conseguir el estándar de análisis requerido. Aunque el CIC y los ensayos de aptitud son componentes muy importantes del programa de aseguramiento de la calidad debe también incluirse el entrenamiento del personal, los procedimientos administrativos, la estructura de gestión, auditorias, etc. Las entidades de acreditación juzgan a los laboratorios en base a su programa de aseguramiento de la calidad junto con la evaluación por expertos de la competencia técnica para una aptitud técnica específica.

Material de Referencia (RM)

Un material o sustancia de la que una o más propiedades son suficientemente homogéneas y bien establecidas como para ser empleadas en la calibración de un instrumento, la evaluación de un método de medida o para asignar valores a otros materiales.

Desviación Estándar Relativa (RSD) / (Coeficiente de Variación)

La desviación estándar expresada como porcentaje de la media:

$$RSD = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100$$

donde σ es la desviación estándar y \bar{x} es la media aritmética

Media robusta

La media de los resultados calculada mediante un método estadístico robusto, por ejemplo el algoritmo de Huber H15 empleado por Fapas®.

Desviación estándar (para la evaluación de la aptitud “sd diana”)

Un valor numérico de la desviación estándar del resultado de una medida que se ha designado como un objetivo para medir la calidad.

Material de ensayo

La combinación de matriz/analito que se distribuye a los participantes en el ensayo de aptitud para ser ensayada.

Método de ensayo

Un procedimiento técnico definido para determinar una o más características específicas de un material o producto.

Laboratorio de Ensayo

Un laboratorio que mide, examina, ensaya, calibra y, por otra parte, determina las características o el rendimiento de los materiales o productos.

Valor verdadero

La concentración real de analito en la matriz. A menudo el valor verdadero es desconocido.

Veracidad

Grado de concordancia existente entre el valor medio obtenido de una gran serie de resultados y un valor aceptado como referencia.

NOTA. La medida de la veracidad viene expresada usualmente en términos de sesgo.

Fapas®
Fera Science Ltd (Fera)
York Biotech Campus
Sand Hutton
York
YO41 1LZ
UK

Tel: +44 (0)1904 462100
e-mail: info@fapas.com
web: www.fapas.com