



ENSAYOS DE APTITUD

QUALINOVA

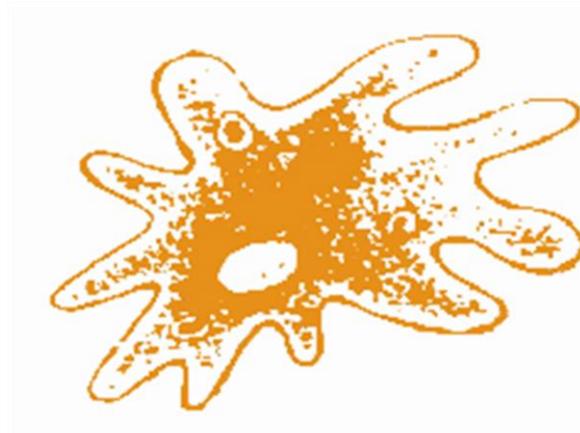
QUALINOVA XXXXXXXX

CIRCUITO XXXXXX

RONDA: XXXXXX

Fecha de emisión: XX-XX-XXXX

Revisión 0



QUALINOVA

LABNOVA DISTRIBUCIONES AGROALIMENTARIAS S.L.

C/ Vitoria 274, nave 138. Complejo Naves Taglosa P.I. Gamonal-Villimar 09007

Tf. 947 040663.- e-mail: qualinova@labnovasl.com

Este informe no deberá reproducirse total o parcialmente sin la aprobación por escrito del proveedor.



Este informe ha sido redactado y aprobado por:

FIRMA – NOMBRE

Fecha de emisión: XXXXXXX

Los Ensayos de Aptitud comercializados bajo la marca QUALINOVA son responsabilidad de Labnova Distribuciones Agroalimentarias S.L.

Toda la información reportada por los participantes e incluida en este informe, es utilizada de manera confidencial por el proveedor de programas de ensayos de aptitud.

Este informe no deberá reproducirse total o parcialmente sin la aprobación por escrito del proveedor.



ÍNDICE

1. ASPECTOS GENERALES.....	3
1.1. Definiciones.....	4
1.2. Desviación estándar para la evaluación de la aptitud.....	5
1.3. Homogeneidad y estabilidad.....	6
1.4. Análisis estadístico.....	7
1.5. Presentación de los resultados.....	9
2. DETALLES DE LA RONDA.....	11
2.1. Características del ítem.....	11
2.2. Método de preparación del ítem de ensayo.....	12
2.3. Parámetros y valores σ_{pt}	12
2.4. Resultados de homogeneidad y estabilidad.....	12
3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS.....	12
4. COMENTARIOS Y RECOMENDACIONES BASADOS EN LOS RESULTADOS Y EL DESEMPEÑO.....	XX



En este informe se presentan los resultados de la ronda **XX XXXXX** del Programa de Ensayos de Aptitud: Qualinova **XXXX** en el que ha participado.

El análisis de resultados y el tratamiento estadístico se han llevado a cabo sobre los datos suministrados por los participantes en soporte informático, sin ninguna otra operación de transcripción o manipulación de los mismos.

Toda la información reportada por los participantes e incluida en este informe, es utilizada de manera confidencial por el proveedor de programas de ensayos de aptitud.

1. ASPECTOS GENERALES

Los Ensayos de Aptitud comercializados bajo la marca QUALINOVA son responsabilidad de Labnova Distribuciones Agroalimentarias S.L.

A continuación, se comentan algunos aspectos generales.

La organización y desarrollo de los Ensayos de Aptitud Qualinova se basa en los siguientes documentos:

- UNE-EN ISO/IEC 17043 *“Evaluación de la conformidad. Requisitos generales para la competencia de los proveedores de ensayos de aptitud”*.
- ISO 13528 *“Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison”*.
- UNE-EN ISO/IEC 17025 *“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”*.
- G-ENAC-14 *“Directrices sobre la participación en programas de ensayos de aptitud”*.
- Eurachem guide of *Selection, use and interpretation of PT schemes*.
- IUPAC 2006 *International harmonized protocol for the proficiency testing*.
- Thomson, Michael: *Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing*. The Analyst communication. Enero 2000.
- Huber, P. J. (1981). *Robust Statistics*, Wiley, N. Y.
- **Normas ISO específicas para los parámetros y matrices a analizar en cada caso.**

Cualquier actividad relacionada con el proceso de preparación de la ronda se puede subcontratar con una empresa que sigue los requisitos del proveedor de los ensayos de aptitud, basados en la Norma ISO 17043. Los análisis de los parámetros son desarrollados por un laboratorio acreditado bajo la Norma ISO 17025.

Cada ronda es independiente uno de otro, no siendo necesario apuntarse a un número mínimo de rondas. La estructura general de cada una de las rondas que componen los programas, es la siguiente:



- La organización de Qualinova se encarga de preparar y distribuir las muestras de forma homogénea conforme a los procedimientos internos. Cada muestra va identificada con una etiqueta en la que se incluye el programa, circuito, código de la ronda y contenido del envase.
- La organización proporciona una hoja con las instrucciones vía email, necesarias para realizar los análisis correspondientes. Es necesario tratar la muestra de acuerdo con las instrucciones que aparezcan en dicha hoja.
- En cada ejercicio se pueden realizar todos los análisis propuestos o únicamente una parte de ellos.
- Los laboratorios participantes dan de alta los resultados obtenidos a través de la página web www.labnovasl.com/qualinova, accediendo al portal de clientes con el nombre de usuario y la contraseña facilitados por la organización.
- Los valores introducidos deben indicarse con punto como separadores de miles (.), y los decimales deben separarse mediante la coma (,). Los resultados de microbiología deben expresarse en las unidades solicitadas, pero sin expresiones tipo 7XE03 o potencias de 10. Las cifras deben ser enteras: 7.000, 1.000.000 etc. El número de cifras significativas dependerá de la sensibilidad del método utilizado.
- Cada participante debe indicar también el método empleado en cada análisis en la casilla correspondiente del formulario de alta de resultados.
- Tras la recepción de todos los resultados, la organización de Qualinova realiza el tratamiento estadístico de los resultados y elabora el informe final para esta ronda, junto con el informe personalizado para cada participante.
- Los laboratorios participantes reciben el informe de los resultados donde se evalúa la calidad de sus resultados. Cada laboratorio es identificado mediante un código que sólo conocerá él, de manera que se asegura la confidencialidad de los resultados. Este número es indicado en el informe personalizado que acompaña al informe general a cada participante.
- En el caso de que algún participante quiera presentar una alegación sobre la evaluación de su desempeño en una ronda, deberá dirigirse a la dirección de correo electrónico qualinova@labnovasl.com, donde se valorará su petición.

1.1. Definiciones.

Proveedor de ensayos de aptitud: Organización que es responsable de todas las actividades relacionadas con el desarrollo y la operación de un programa de ensayos de aptitud.



Comparación interlaboratorios: Diseño, realización y evaluación de mediciones o ensayos sobre el mismo ítem o ítems similares por dos o más laboratorios de acuerdo con condiciones predeterminadas.

Ensayo de aptitud (EA): Evaluación del desempeño de los participantes con respecto a criterios previamente establecidos mediante comparaciones interlaboratorios.

Ítem de ensayos de aptitud: Muestra, producto, artefacto, material de referencia, parte de un equipo, patrón de medición, objeto, imagen, conjunto de datos y otra información utilizada en ensayos de aptitud.

Valor asignado (X_t): Valor atribuido a una propiedad o característica particular de un ítem de ensayos de aptitud.

Valor de consenso: Valor derivado de un conjunto de resultados en una comparación interlaboratorios.

Valor atípico: Elemento de un conjunto de valores que es incoherente con otros elementos de ese conjunto.

Media robusta (\bar{x}^*): Promedio de todos los valores, obtenido mediante la aplicación de técnicas robustas que minimicen el efecto de los valores extremos. En general este valor se obtiene aplicando winsorización mediante el método Huber H15.

Desviación estándar robusta (S^*): Valor de la dispersión de los resultados del ejercicio calculada mediante técnicas robustas, para minimizar el efecto de los valores extremos. Se obtiene así mismo mediante el sistema Huber H15.

Desviación estándar para la evaluación de la aptitud (σ_{pt}): Medida de la dispersión utilizada en la evaluación de los resultados de un ensayo de aptitud, basada en la información disponible. También conocida como desviación “diana” u “objetivo”.

Incertidumbre del valor asignado (μ_x): Incertidumbre asociada al método de cálculo del valor asignado.

Z-score: Medida estandarizada de desempeño, calculada utilizando el resultado del participante, el valor asignado y la desviación estándar para la evaluación de la aptitud.

1.2. Desviación estándar para la evaluación de la aptitud.

Según la norma ISO 13528, estas son las posibles aproximaciones para estimar la (σ_{pt}):



- A. Percepción por expertos. El error máximo permisible de (σ_{pt}) puede ser establecido como el valor que se corresponde con el nivel de performance que una autoridad regulatoria, organismo de acreditación o expertos técnicos del proveedor de Ensayos de Aptitud consideran que es razonable para los participantes.
- B. Por la experiencia adquirida en rondas previas de un ensayo de aptitud.
- C. Uso de un modelo general, habitualmente empleado en el ámbito químico es el descrito por Horwitz y modificado por Thompson. Esta aproximación proporciona un modelo general para la reproducibilidad de los métodos analíticos que puede ser usado para producir unas expresiones matemáticas que permiten calcular la desviación estándar de reproducibilidad.
- D. Empleo de la desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad obtenidas en estudios colaborativos previos de la precisión de un método de medida.
- E. Empleo de los propios datos obtenidos en la propia ronda de Ensayo de Aptitud. Hay que tener en cuenta que el uso de los resultados de los propios participantes puede dar lugar a un criterio para la evaluación del desempeño que puede no ser apropiado. El proveedor del Ensayo de Aptitud debe siempre asegurar que la (σ_{pt}) empleada es adecuada al fin pretendido.

En el caso de parámetros microbiológicos, se seguirá una combinación de las aproximaciones A y B, basadas en la experiencia del Experto del proveedor de Ensayos de Aptitud, en rondas de años anteriores y en el punto 8.3.6.2 de la norma UNE-EN ISO 22117: “El cálculo del índice-z utiliza un valor ideal de desviación estándar (σ_{pt}). Esta desviación estándar ideal define la escala de variación aceptable entre los laboratorios para un ensayo en particular, utilizándose habitualmente unos valores de σ_{pt} de 0,35 o de 0,25 en los esquemas de EA microbiológicos.”.

En el caso de los parámetros físico-químicos siempre que exista una normativa o legislación con datos de tolerancias, incertidumbres o precisión, se tomarán esos datos para fijar los valores de σ_{pt} . Si no existiera legislación, se consultará con el Experto del proveedor de Ensayos de Aptitud y se revisarán los datos históricos. Como siguiente opción se usará el modelo general Horwitz modificado con Thompson.

1.3. Homogeneidad y estabilidad.

A las muestras se las ha sometido a un estudio de homogeneidad y estabilidad, de acuerdo al protocolo establecido en las Normas ISO 17043 e ISO 13528, manteniendo las muestras en las mismas condiciones en las que van a recibirse en los laboratorios destino.

Para realizar el estudio de homogeneidad, de todos los viales preparados se toman **10** muestras de forma aleatoria y se analizan dos porciones de cada uno en condiciones de repetibilidad. Se comprueba



si se cumple el criterio de homogeneidad establecido en la Norma ISO 13528, por el cual la desviación estándar entre muestras (S_s) debe ser inferior o igual a 0,3 veces la desviación "diana" (σ_{pt}).

Si no se cumple esta condición, se verifica el criterio indicado en el apartado B.2.3 de la Norma ISO 13528– *It may be useful to expand the criterion to allow for the actual sampling error and repeatability in the homogeneity check* (puede resultar útil ampliar el criterio para tener en cuenta el error de muestreo real y la repetibilidad en el control de homogeneidad). Se acepta como homogénea la muestra siempre que se cumpla: $s_s < \sqrt{c}$, donde $c = F_1\sigma_{allow}^2 + F_2S_w^2$ y $\sigma_{allow}^2 = (0,3\sigma_{pt})^2$.

Para confirmar la estabilidad de la muestra durante el período de análisis establecido, las muestras se analizan a tiempo 0 y tiempo final. El tiempo 0 coincide con el comienzo de la ronda y con el estudio de homogeneidad, por lo que los resultados de homogeneidad se toman como resultados de estabilidad a tiempo 0. El estudio de estabilidad a tiempo final se realiza en la fecha límite para el envío de resultados. Se analizan tres muestras por duplicado y se estudian los resultados según el criterio establecido en la Norma ISO 13528: la diferencia en valor absoluto entre la media obtenida a tiempo 0 y la media obtenida a tiempo final, debe ser menor o igual a 0,3 veces la desviación "diana" (σ_{pt}).

Si esta condición no se cumple, se comprueba el criterio descrito en el punto B.5.2, apartado c, de la Norma ISO 13528 - *It is likely that the intermediate precision of the measurement methods (or the uncertainty of measurement of the item) contributed to the inability to meet the criterion, then one of the following options should be taken – c) expand de criterion for acceptance by adding the uncertainty of the difference to σ_{pt}* (Es probable que la precisión intermedia de los métodos de medición (o la incertidumbre de la medición del ítem) haya contribuido a la imposibilidad de cumplir el criterio, entonces se debe tomar una de las siguientes opciones: c) ampliar el criterio de aceptación agregando la incertidumbre de la diferencia a σ_{pt}):

$$| \bar{x}_{T0} - \bar{x}_{TF} | \leq 0.3\sigma_{pt} + 2 \sqrt{u^2(\bar{x}_{T0}) + u^2(\bar{x}_{TF})}$$

donde los valores de las incertidumbres $u^2(\bar{x}_{T0})$ y $u^2(\bar{x}_{TF})$ se calculan a partir de la desviación estándar de las réplicas.

Estas pruebas se han realizado por uno o varios proveedores externos de servicios validados y aprobados por el proveedor de ensayos de aptitud, subcontratados a tal efecto por la organización de Qualinova.

1.4. Estudio estadístico.

El valor asignado o de referencia (X_t) para las determinaciones analizadas en los Programas QUALINOVA se establece a partir de la media robusta del conjunto de resultados remitidos por los laboratorios participantes (\bar{x}^*).



El estudio estadístico robusto se realiza con la aplicación informática Robust Statistics Toolkit, de la Royal Society of Chemistry.

Con el fin de minimizar los efectos causados en la estadística robusta por los valores atípicos, no se tienen en cuenta los valores que estén fuera del rango del valor de la mediana $\pm 50\%$. Este tipo de valores quedan resaltados en los cuadros de color azul. Además, se eliminan aquellos valores que no cumplan con el formato solicitado:

- Resultados expresados de manera ambigua o con abreviaturas.
- Resultados expresados en forma exponencial.
- Resultados expresados como Detectado o No Detectado en caso de los parámetros para los que se pide un resultado cuantitativo.
- Resultados expresados numéricamente en caso de los parámetros para los que se pide un resultado cualitativo.
- Resultados expresados como 0 o No Detectado cuando se había inoculado dicho microorganismo.
- Resultados expresados cuantitativamente o como Detectado cuando no se había inoculado dicho microorganismo.
- Espacios o casillas vacías por no haberse realizado el análisis.
- Casillas con líneas horizontales u oblicuas para expresar resultados negativos o que no se han realizado los análisis.

En los casos en los que el participante indique un valor con el formato “inferior a” ($< Y$), siendo Y el límite de cuantificación del laboratorio para esa determinación, se ha seguido la aproximación **XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX** especificada en la **Norma ISO 13528:2022, punto 5.5.3.4 y anexo E.1.**

En los análisis microbiológicos se realiza una conversión logarítmica (\log_{10}) de los resultados, la cual permite obtener una distribución de Gauss (normal) y realizar todos los cálculos estadísticos en formato logarítmico.

Al realizarse un estudio estadístico robusto, la fórmula para el cálculo de la incertidumbre del valor asignado es la siguiente:

$$\mu_x = (1,25 \cdot S^*) / \sqrt{n} \quad (\text{Ref.: Norma ISO 13528:2022, punto 7.7.7})$$

donde n es el número de participantes en la ronda y S* la desviación estándar robusta.

La evaluación de la eficacia de cada participante se realiza empleando el estadístico **Z-score**, el cual es una medida de las desviaciones de los resultados frente al valor asignado (X_t). Dicho **Z-score** se calcula como:



$$Z - score = \frac{(X_i - X_t)}{\sigma_{pt}} \quad (\text{Ref.: Norma ISO 13528:2022, punto 9.4.1})$$

Si $\mu_x > 0,3 \cdot \sigma_{pt}$, entonces el valor calculado para evaluar el resultado de cada laboratorio no será Z-score, sino Z'-score, el cual se calcula de la siguiente manera:

$$Z' - score = \frac{(X_i - X_t)}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + \mu_x^2}} \quad (\text{Ref.: Norma ISO 13528:2022, punto 9.5.1})$$

Siendo σ_{pt} la desviación “diana”, la cual estima la dispersión adecuada de los resultados dentro de cada parámetro, y μ_x la incertidumbre del valor asignado.

NOTA: El uso de z'-score en ejercicios con el valor asignado calculado por consenso puede provocar una infravaloración del mismo en aproximadamente un 10%, aunque es aceptado su uso (Norma ISO 13528:2022, punto 9.5.1.).

Los criterios de aceptación de **Z-score** y de **Z'-score** para la evaluación de la eficacia de los participantes son los siguientes:

Satisfactorio	$ z \leq 2$
Dudoso	$2 < z < 3$
Insatisfactorio	$ z \geq 3$

Para verificar las posibles multimodalidades del ensayo, asimetrías u otras circunstancias que provoquen una distribución no normal, se calcula una estimación de densidad Kernel utilizando como valor $h = \sigma_{pt} \cdot 0.75$.

En caso de aparecer una distribución anómala se valorarán las posibles causas de la misma. Si no se encuentran motivos claros que justifiquen estas anomalías, el valor asignado se obtendrá mediante una técnica de remuestreo o bootstrap.

Se recomienda al laboratorio participante evaluar los resultados obtenidos en el ensayo de aptitud teniendo en cuenta los datos de media robusta, desviación estándar robusta, desviación “diana”, datos de z-score y representaciones gráficos.

Si necesitara alguna explicación más detallada para la comprensión del estudio realizado para la evaluación de la aptitud de los laboratorios participantes, puede ponerse en contacto con nosotros a través de la siguiente dirección de correo electrónico: qualinova@labnovasl.com.

1.5. Presentación de los resultados.

Para cada parámetro solicitado en la ronda, se presentan los resultados siguiendo el siguiente esquema:

Ensayos de Aptitud **Qualinova**



NOMBRE DEL PARÁMETRO

Tabla 1: Datos brutos de los participantes
TABLA CON LOS DATOS BRUTOS DE LOS PARTICIPANTES

Tabla 2: Eliminación previa de los resultados
TABLA CON LOS DATOS ELIMINADOS PREVIO ESTUDIO ESTADÍSTICO
(Tabla 3: criterios de eliminación se ha seguido para cada uno de los participantes eliminados y el porcentaje de datos eliminados)

Tabla 4: Resultados de la evaluación de la eficacia.

Tabla donde se indica:

Laboratorio	Resultado	Unidades	Evaluación de la eficacia (Z-score o Z'-score)	Método
Código de identificación de cada laboratorio	Valor del parámetro para cada laboratorio	Unidades en las que se expresa el resultado	Z o Z' de cada laboratorio	Método empleado

Valor con Z score > |2|

X_t Valor asignado por consenso	H15 Mean	
S^* Desviación estándar robusta	H15 Std Dev	
n Número de resultados participantes en el estudio		
μ_x Incertidumbre del valor asignado		
σ_{pt} Desviación diana		
$0,3 \cdot \sigma_{pt}$	Si $\mu_x > 0,3 \cdot \sigma_{pt}$, se utilizará Z'-score	

Estadístico a usar para evaluar la eficacia: Z-Score o Z'-Score según el criterio $0,3 \cdot \sigma_{pt} > \mu_x$
Resultados dudosos e insatisfactorios.
Porcentaje de resultados satisfactorios.

COMENTARIO DE LOS RESULTADOS DEL PARÁMETRO

HISTOGRAMA DE LOS VALORES Z/Z' – SCORE DE TODOS LOS LABORATORIOS

ESTIMACIÓN KERNEL DEL PARÁMETRO

En el caso de parámetros microbiológicos se debe añadir una columna al lado de la de resultado, para los resultados en unidades logarítmicas.

Para los parámetros cualitativos no se calculan estadísticos para la evaluación de la eficacia por lo que la presentación de los resultados sigue un esquema diferente:



NOMBRE DEL PARÁMETRO

Tabla 1: Datos brutos de los participantes
TABLA CON LOS DATOS BRUTOS DE LOS PARTICIPANTES

Tabla 2: Eliminación previa de los resultados
TABLA CON LOS DATOS ELIMINADOS PREVIO ESTUDIO ESTADÍSTICO
(Tabla 3: criterios de eliminación se ha seguido para cada uno de los participantes eliminados y el porcentaje de datos eliminados)

Tabla 4: Resultados de la evaluación de la eficacia.

Tabla donde se indica:

Laboratorio	Resultado	Unidades	Método	Evaluación
Código de identificación de cada laboratorio	Resultado del parámetro para cada laboratorio	Unidades en las que se expresa el resultado	Método empleado	Correcto = <input checked="" type="checkbox"/> o Incorrecto = <input checked="" type="checkbox"/>

Microorganismo inoculado y concentración inoculada. → Resultado cualitativo esperado.

Resultados insatisfactorios según lo inoculado

Número de **resultados satisfactorios**.

Número de **resultados insatisfactorios**.

Porcentaje de resultados satisfactorios.

COMENTARIO DE LOS RESULTADOS DEL PARÁMETRO

REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LOS PORCENTAJES DE RESULTADOS

2. DETALLES DE LA RONDA

2.1. Características del ítem.

Se proporciona un material homogéneo y estable en forma de **x viales con microorganismos liofilizados** junto con una matriz estéril de **xxxx**.

- Vial A:

- Vial...

X botellas, botella A cantidad... y la B...

Las muestras se preparan con el objetivo de obtener una muestra lo más real posible a las encontradas en la naturaleza o en nuestra vida diaria.



Las muestras del Programa Qualinova ENVIRONMENT/FOOD, para análisis físico-químicos, son muestras reales y por su propia naturaleza la muestra no necesitó ser dopada con reactivos adicionales para llegar a las concentraciones deseadas en el ensayo de aptitud.

El envío se ha realizado a través de agencia de transporte, en un xxxxx (contenedor de envío) como protección contra golpes. La hoja de instrucciones se envió vía correo electrónico, donde se especificaban las fechas marcadas para el análisis y fecha límite para el envío de resultados, y el método a seguir para la correcta preparación de la muestra.

Fecha de envío	XX-XX-XXXX
Fecha de análisis	XX-XX-XXXX
Fecha límite de la ronda	XX-XX-XXXX
Fecha de emisión del informe	XX-XX-XXXX
Número de participantes convocados	XXX

2.2. Método de preparación del ítem de ensayo.

Se sigue el método especificado en la hoja de instrucciones que se les envió vía email.

2.3. Parámetros y valores σ_{pt} .

En la siguiente tabla se recogen los parámetros a analizar, los resultados cualitativos esperados según lo inoculado/presente en la muestra y los valores de desviación “diana” (σ_{pt}) que se han considerado adecuados para el uso (*fit for purpose*) y que se han obtenido empleando el criterio xxxxx.

PARÁMETRO	MICROORGANISMO INOCULADO	VALOR σ_{pt}
Coliformes totales	<i>Escherichia Coli</i>	0,25

2.4. Resultados homogeneidad y estabilidad.

Los estudios de homogeneidad y estabilidad llevados a cabo por proveedores externos de servicio según los criterios de la Norma ISO 17043, han arrojado resultados satisfactorios para el uso de la muestra como ítem de ensayo de aptitud.

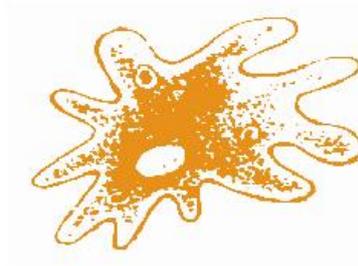
3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

4. COMENTARIOS Y RECOMENDACIONES BASADOS EN LOS RESULTADOS Y EL DESEMPEÑO



FIN DEL INFORME

QUALINOVA XXXXXXX
CIRCUITO XXXXXXX
RONDA XXXXXX
Revisión 0
FECHA EMISIÓN XXXXXX



ELABORADO POR	REVISADO POR
Fecha:	Fecha: