



ANEXO III

CONTROLES INTRALABORATORIO E INTERLABORATORIO

1. OBJETO:

Establecer los requisitos que debe cumplir las muestras utilizadas para el control intralaboratorio e interlaboratorio de los métodos analíticos. Será adaptado por cada Laboratorio de la Red, según su organigrama.

2. ALCANCE:

Este procedimiento se aplica a todos los métodos analíticos implementados.

3. ÁREAS AFECTADAS:

Serán adaptadas por cada Laboratorio de la Red, según su organigrama.

4. RESPONSABILIDADES:

Profesionales y técnicos. Serán adaptadas por cada Laboratorio de la Red, según su organigrama.

5. RELACIONES:

Este procedimiento se vincula con Procedimientos de Calibración y Mantenimiento de Equipos, Procedimientos Analíticos. Serán adaptadas por cada Laboratorio de la Red, según su organigrama.

6. DESARROLLO:

6.1 Resumen:

Se establecen los requisitos de preparación y criterios que deben cumplir las muestras utilizadas para el control intralaboratorio e interlaboratorio de métodos analíticos.

6.2 Muestras Fortificadas:

6.2.1 Se define como muestra fortificada a una matriz de la misma naturaleza que las muestras a analizar enriquecida con una mezcla de uno o varios analitos cuya concentración sea mayor o igual que el mínimo nivel cuantificable y que se analiza con la tanda de muestras. Los resultados deben ser registrados y comparados con los valores nominales.

6.2.2 Debe registrarse la cantidad de matriz y solución patrón (identificando su lote y concentración) empleados para prepararla, el nombre del analista y la fecha de preparación. Esto rige tanto para las que se utilicen para la determinación de recuperaciones como para ensayos intralaboratorios y/o interlaboratorios.

6.3 Recuperaciones:

6.3.1 Se define como Recuperación Porcentual el cociente entre el valor obtenido de la concentración y la Concentración Nominal por CIENTO (100), determinada a partir del análisis de una muestra de igual matriz que las muestras a analizar, enriquecida con una mezcla de los analitos en la Concentración Nominal de Referencia (CNR). Los porcentajes obtenidos para cada analito se usarán para corregir las concentraciones halladas de los mismos en las muestras de esa tanda. Para Residuos de Plaguicidas, PCB's y Elementos químicos, cuando el método tenga una recuperación entre OCHENTA (80%) y CIENTO DIEZ (110%) POR CIENTO no debe ser corregido por recuperación.

6.3.2 Las Concentraciones Nominales de Referencia están relacionadas con el Límite Máximo de Residuos (LMR) o el Nivel de Acción (NA) y será tal que el MNC obtenido en la validación sea igual a la mitad o fracción menor del LMR.



6.3.3 Frecuencia de uso: mínimo UN (1) recuperado cada DIEZ (10) muestras o fracción menor. Excepto cuando se realiza de rutina gran cantidad de muestras, en ese caso UNO (1) cada VEINTE (20) muestras o fracción menor.

6.4 Límites de Recuperación:

6.4.1 Plaguicidas Organoclorados, PBC's, Elementos Químicos: 70-110%. Ajustar la metodología para obtener un rango de 80-110%.

6.4.2 Plaguicidas Organofosforados, Antiparasitarios, Nitrofuranos, Sulfonamidas, Cloranfenicol: 60-110%.

6.4.3 Cuando la cuantificación se efectúa utilizando standard interno, la recuperación de los analitos deberá estar comprendida entre OCHENTA (80%) y CIENTO VEINTE (120%) POR CIENTO. Deberá determinarse la recuperación individual del standard interno y los límites de aceptación serán 60-110%. Cuando la recuperación del standard interno para una muestra no cumpla con el intervalo de aceptación deberá repetirse el análisis de la misma.

6.4.4 Para Inmunoanálisis:

6.4.4.1 Recuperación extractiva de 50-100% y recuperación global de 80-120%.

6.4.4.2 Para el caso de la determinación de hormonas en fluidos orgánicos, corregir los resultados si la recuperación de la corrida resulta menor que el 80%.

6.4.5 Cuando la recuperación de una tanda supere el Valor Promedio +/- 3 DS o se encuentre entre el Valor Promedio +/- 2 DS y +/- 3 D S por tercera vez consecutiva, se deberá repetir la corrida completa.

6.5 Gráficos de Control tipo X-R:

6.5.1 Construir los gráficos representando el valor promedio de las recuperaciones porcentuales diarias y estableciendo los Límites de Advertencia y de Control como Valor Promedio +/- 2 DS y Valor Promedio +/- 3 DS, respectivamente, determinados a partir de los valores históricos. Se considerarán como valores históricos los datos correspondientes a las últimas TREINTA (30) recuperaciones [IA últimas VEINTE (20) tandas], siempre que correspondan a un período no inferior a UN (1) mes.

6.5.2 Confeccionar las cartas de control para los Rangos de recuperaciones diarias, representando los Límites de Advertencia y de Control como Valor Promedio + 2 DS y Valor Promedio + 3 D S.

6.5.3 Si algún dato está fuera del límite de control hay que investigar la causa, tomar la acción correctiva correspondiente y documentarla. Los datos deben ser registrados diariamente.

6.5.4 Métodos multiresiduos: efectuar las cartas de control de aquellos analitos (3 ó 4) que sean más críticos (quedan retenidos en columna de purificación, se pierden por evaporación, son de incidencia más frecuente).

6.5.5 Inmunoanálisis: además deben confeccionarse las Cartas de Control para DB 50%, % Inespecífico, Pendiente y Recuperación global.

6.6 Muestras Intralaboratorio:

6.6.1 Muestras fortificadas que no son conocidos por el analista (muestras ciegas) y se utilizan como controles para que el supervisor verifique la calidad de los análisis que se están produciendo.

6.6.2 Frecuencia: Mínimo 1 mensual por analista/matriz/analito.

6.6.3 Planilla de registro. Se debe dejar constancia de fecha de análisis, nombre del analista, identificación del analito, concentración nominal, concentración hallada, porcentaje de recuperación de la tanda, concentración



hallada corregida por recuperación, diferencia porcentual con respecto a la concentración nominal, firma del supervisor, observaciones.

6.6.4 Criterio de aceptación de acuerdo a la concentración de analito.

CNR	Cv%	DIFERENCIA RESPECTO VN
>100ppb	<12%	+/-15%
10 a 100 ppb	<17%	+/-20%
< 10 ppb	<21%	+/-25%
< 1 ppb	<30%	-30% +20%
IA 1 a 3 ppb	<14%	-25%+20%
IA 0.5 a 1 y 3 a 5 ppb	<20%	-30%+20%

(Cuadro sustituido por disposición 1/02 DLyCT)

6.6.5 En "Observaciones" señalar las acciones correctivas implementadas cuando no se cumple el criterio de aceptación.

6.6.6 Cuando se hayan efectuado DIEZ (10) determinaciones se deben promediar los valores obtenidos y hallar CV% que debe cumplir con el criterio antes definido.

6.7 Muestras Interlaboratorio:

Se realizarán en acuerdo con las Normas ISO / IEC 43-1 O IRAM 305-1 e IRAM 305-2:

- Proceso de evaluación, Prueba de aptitud, Programa de ensayos interlaboratorios (Anexo II).



Proceso de evaluación, Prueba de aptitud, Programa con valores conocidos (Anexo III)

6.7.1 Rondas organizadas y evaluadas por DILACOT. Deben conservar ordenados por fecha:

6.7.1.1 Resultados de los análisis de las muestras correctamente identificadas.

6.7.1.2 Información remitida a DILACOT con copia de los registros.

6.7.1.3 Informe final enviado por DILACOT.

6.7.2 Criterio de aceptación: no falsos positivos ni negativos, diferencias:

Concentración de analito	Concentración corregida por recuperación	Concentración sin corregir por recuperación	Confirmación por HPLC-IA
> 100 ppb	+/-20%	Entre - 20% y+ 10%	+/-25%
> 10 y <100 ppb	+/-25%	Entre - 25% y + 20%	+/-30%
<10 ppb	+/-30%	Entre - 30% y +20%	+/-35%
<1 ppb	- 30% y +20%		
> 1 y < 3 ppb (por IA)	- 30%/+20%	Entre - 35% y +20%	-35%/+25%
>0.5 y< 1 ppb, >3 y < 5 (por IA)	- 35%/+20%	Entre - 40% y +20%	- 40%/ + 25%

(Cuadro sustituido por disposición 1/02 DLyCT)

6.7.3 Si la cantidad de Laboratorios participantes lo permite se realizará el análisis estadístico Puntaje Z (Anexo IV, V).



$$Z = (x - X) / DS$$

- x: valor obtenido.
- X: valor asignado o verdadero.
- DS: desvío standard.

Si: $Z < 2$: Satisfactorio. $2 < Z < 3$: Condicional. $Z > 3$: No satisfactorio.

Para mantenerse en la Red de Laboratorios debe obtener como mínimo OCHENTA (80%) POR CIENTO Satisfactorio, VEINTE (20%) POR CIENTO Condicional y ningún No Satisfactorio.

6.7.4 Frecuencia mínima 2 anuales de los cuales uno podrá ser organizado por un organismo internacional reconocido previamente por DILACOT-SENASA.

6.8 Muestras de control tomadas en inspección:

Muestras de control: Muestra de control remitidas a la Dirección de Laboratorio y Control, Técnico o contramuestra que queda en Inspección Veterinaria, y/o aquellas tomadas en los laboratorios durante una inspección de rutina, al ser analizadas en DILACOTE no deben presentar:

a- falsos positivos y falsos negativos.

b- Resultados cuantitativos que difieren: en más de TREINTA POR CIENTO (30%) para valores de concentración mayores que 100 ppb, en más de TREINTA Y CINCO POR CIENTO (35%) para concentraciones entre 10 y 100 ppb y en más de CUARENTA POR CIENTO (40%) para concentraciones menores que 10 ppb.

7. REGISTRO Y ARCHIVO:

Conservar como mínimo durante SEIS (6) años. Interlaboratorios es conveniente conservarlos DIEZ (10) años.

(Ítem 7 sustituido por disposición 6/04 DLyCT).

8. ANEXO:

ANEXO I: Lista de Distribución.

ANEXO II: Proceso de Evaluación, Prueba de Aptitud, Programa de Ensayos Interlaboratorios.

ANEXO III: Proceso de Evaluación, Prueba de Aptitud, Programa con Valores Conocidos.

ANEXO: Normas ISO/IEC 43-1 o IRAM 305-2

9. HISTÓRICO:

No contiene.

10. REFERENCIAS:

AOACI Quality Assurance Principles. F. Garfield 1994, The International Harmonized portocol for Proficiency Testing of Analytical Laboratories, IUPAC 1993, y Directivas de la Coordinación de Residuos Químicos.



ANEXO II

ANEXO III

PROCESO DE EVALUACION, PRUEBA DE APTITUD, PROGRAMA DE ENSAYOS INTERLABORATORIOS

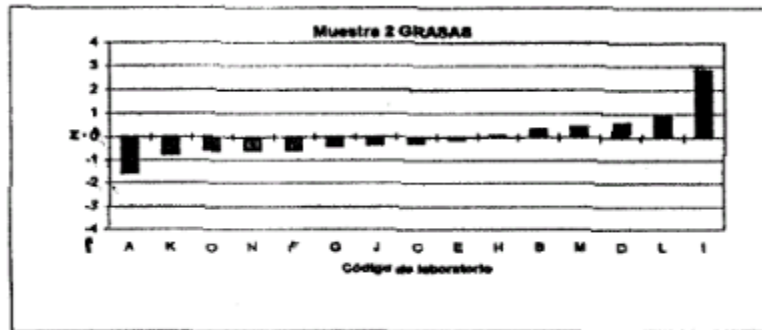
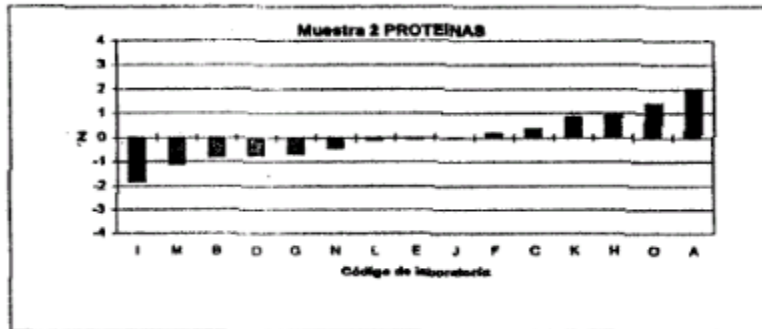
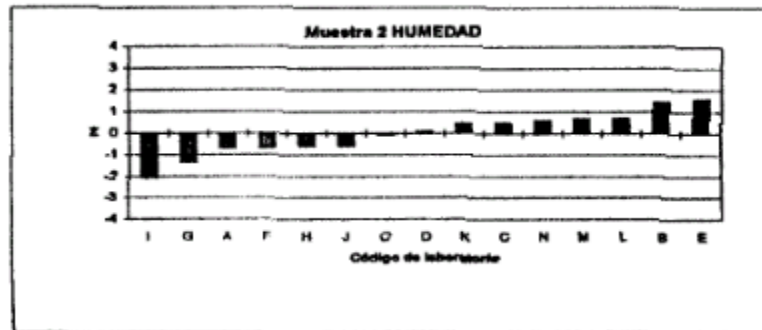
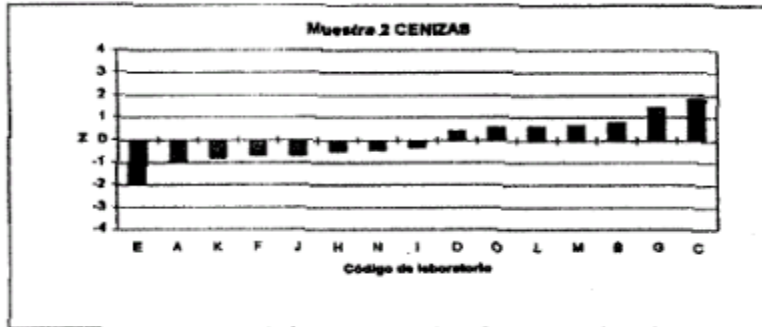
FLUJO DE TRABAJO	OBSERVACION
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;">Asignación de Código a cada laboratorio participante</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;">Datos obtenidos por todos los laboratorios para una determinación. Población A</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;">Ordenar la Población A de menor a mayor</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;">Determinar los Outliers y eliminarlos tanto de la población A como de los series individuales</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;">Establecer la población corregida Población B</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;">Determinar los Estadísticos de: <ul style="list-style-type: none"> • Posición (Media y Mediana) • Dispersión (Rango y Desv. St.) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">Determinar el parámetro Z</div>	<p>Establecer el código e informar su código a cada participante.</p> <p>Reunir los datos sin realizar; discriminación de los mismos.</p> <p>Ordenar los datos de menor a mayor.</p> <p>Test de Grubbs.</p> <p>Usar esta población para el Cálculo de los Estadísticos.</p> <p>Para la población corregida. Instrucción de trabajo. Herramientas Estadísticas.</p> $Z = \frac{X - \bar{X}}{DS}$



FLUJO DE TRABAJO	OBSERVACION
<p>Establecer la Matriz Laboratorio vs Z para cada determinación y su estado de situación específico. Realizar los gráficos correspondientes</p>	<p>Estado de Situación específico:</p> <ul style="list-style-type: none"> • $Z < 2$ Satisfactorio (S) • $2 < Z < 3$ Cuestionable (C)- • $Z > 3$ No Satisfactorio (NS)-
<p>Establecer la Matriz Laboratorio vs Z para todas las determinaciones y el estado de situación general</p>	<p>Estado de Situación General:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Determinar la cantidad de S, C, NS que tiene un laboratorio por tipo de determinación y en forma general.
<p>Evaluar la dispersión de los duplicados o triplicados para cada ensayo y realizar las observaciones correspondientes</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Evaluar si algún Rango correspondiente a los datos informados se encuentra fuera de control.
<p>Clasificar la prueba de Aptitud e informar</p>	<p>Clasificación de la Prueba de aptitud:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Autorización Todas las muestras Satisfactorias • Mantenimiento 80% de las muestras satisfactorias (S), 20% condicionales (C), ninguna no satisfactoria (NS).

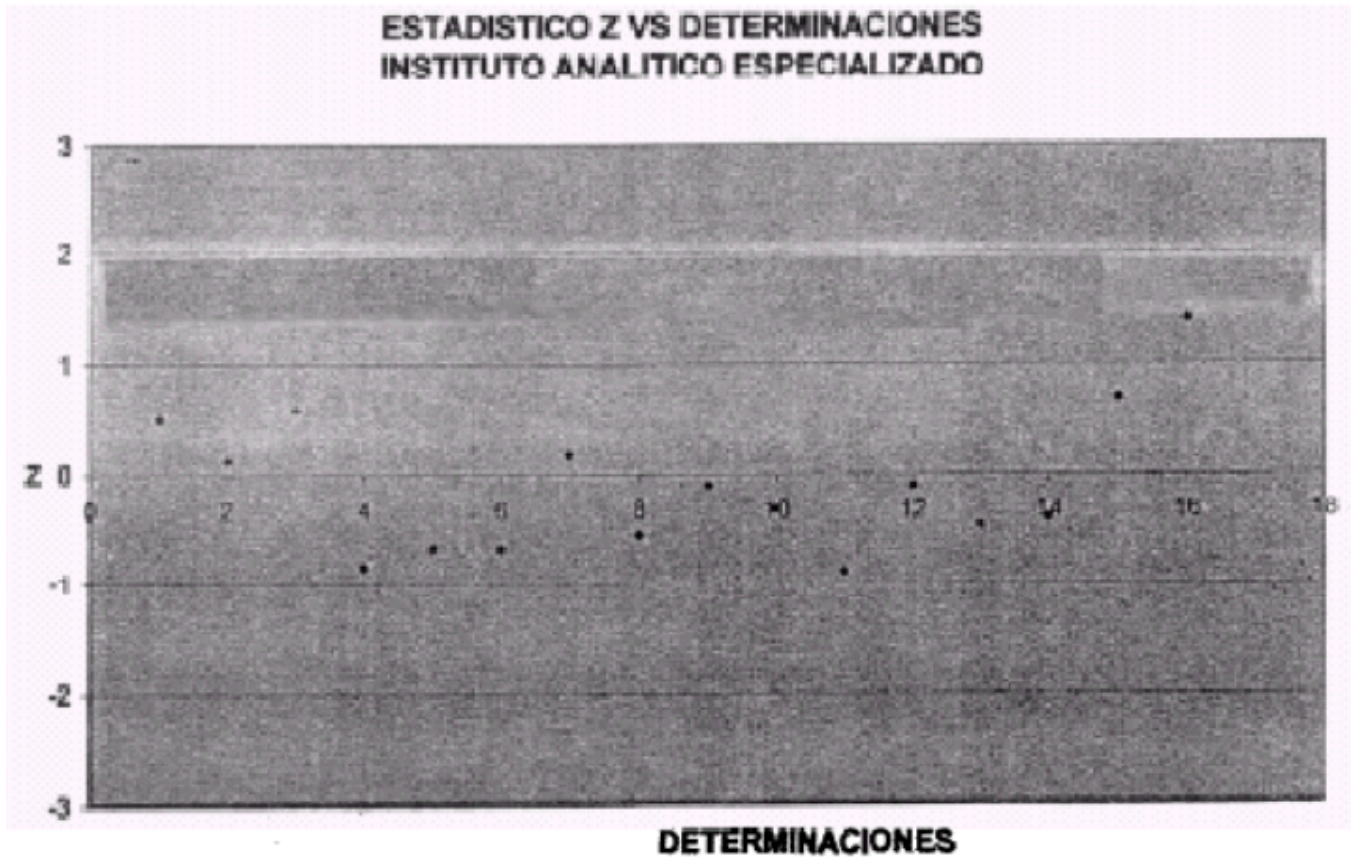


ESTUDIO DEL PARAMETRO ESTADISTICO Z PARA LA MUESTRA 2



1 <math>|z| < 2</math> satisfactorio 2 <math>2 < |z| < 3</math> cuestionable 1 $|z| > 3$ no satisfactorio





1. CENIZAS M1, 2. HUMEDAD M1, 3. PROTEINAS M1, 4. GRASAS M1, 5. CENIZAS M2, 6. HUMEDAD M2, 7. PROTEINAS M2, 8. GRASAS M2, 9. CENIZAS M3, 10. HUMEDAD M3, 11. PROTEINAS M3, 12. GRASAS M3, 13. CENIZAS M4, 14. HUMEDAD M4, 15. PROTEINAS M4, 16. GRASAS M4.

(Anexo sustituido por disposición N° 1/02 DLyCT)

Soporte Legislativo Online



ANEXO III

PROCESO DE EVALUACION PRUEBA DE APTITUD
PROGRAMA CON VALORES CONOCIDOS

FLUJO DE TRABAJO	OBSERVACIONES
Laboratorio participante.	Registro de Laboratorios participantes.
Registrar el valor asignado (Xa) para el contenido del analizado en la muestra y su incertidumbre.	Fundamentar el Origen de los valores asignados para cada parámetro analizado
Determinar los Estadísticos Z para cada parámetro analizado	Prepara cuadro comparativo
Comparar los resultados informados con el valor asignado correspondiente.	Instrucción de Trabajo. Herramientas Estadísticas.
Computar el valor medio y la Desv. Est. (DS) Informadas por el laboratorio para cada analizado en la muestra.	$Z = \frac{X - X_a}{DS}$
Evaluar el parámetro Z	Estado de Situación específico: <ul style="list-style-type: none"> • Z < 2 Satisfactorio (S) • 2 < Z < 3 Cuestionable (C) • Z > 3 No Satisfactorio (NS)
Establecer la Matriz Laboratorio vs Z para cada determinación y su estado de situación específico.	Estado de Situación General:
Evaluar la dispersión de los duplicados o triplicados para cada ensayo y realizar las observaciones correspondientes.	<ul style="list-style-type: none"> • Determinar la calidad de S, C, NS que tiene un laboratorio por tipo de determinación y en forma general. • Evaluar si algún Rango corresponde a los datos informados se encuentra fuera de control.
Clasificar la prueba de Aptitud e informar.	Calcificación de la Prueba de aptitud: Todas las muestras Satisfactorias

(Anexo sustituido por disposición N° 1/02 DLyCT)