

**INDICE**

1.	INTRODUCCIÓN .....	1
2.	AUTORIA .....	1
3.	OBJETO .....	2
4.	DEFINICIONES .....	2
5.	GENERALIDADES .....	2
6.	UTILIDAD DE LA PARTICIPACIÓN EN EJERCICIOS DE INTERCOMPARACIÓN .....	3
7.	CRITERIOS PARA ESTABLECER UN PROGRAMA DE PARTICIPACIÓN .....	4
8.	ASPECTOS A TENER EN CUENTA PARA LA EVALUACIÓN DE PROVEEDORES .....	5
8.1.	Item .....	5
8.2.	Materiales y transporte .....	6
8.3.	Instrucciones.....	6
8.4.	Estadística.....	6
8.5.	Informe .....	7
9.	BUENAS PRACTICAS DE PARTICIPACIÓN EN PROGRAMAS DE INTERCOMPARACIÓN .....	8
10.	ASPECTOS A EVALUAR EN LA PARTICIPACION EN EJERCICIOS DE INTERCOMPARACION .....	9
10.1.	Item remitido .....	9
10.2.	Informe remitido por el proveedor .....	10
10.2.1.	Datos de los participantes .....	10
10.2.2.	Tratamiento estadístico .....	10
10.2.3.	Evaluación del rendimiento .....	12
10.2.4.	Evaluación realizada por el proveedor.....	12
10.2.4.1.	Proveedor con evaluación objetiva con criterio “adecuado al fin pretendido” para el conjunto de laboratorios .....	13
10.2.4.2.	Proveedor con evaluación descriptiva, sin criterio “adecuado al fin pretendido” .....	13
10.2.4.3.	Proveedor con evaluación objetiva con criterio “no adecuado al fin pretendido” por el laboratorio .....	14
10.2.5.	Gráficos.....	14
10.2.6.	Incidencias .....	14
10.3.	Informe de la evaluación .....	14
11.	ACTUACIONES A LLEVAR A CABO ANTE LA OBTENCIÓN DE RESULTADOS NO SATISFACTORIOS .....	15
12.	ERRORES COMUNES .....	16
13.	BENEFICIOS DE LA PARTICIPACIÓN.....	16
14.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	17

## **1. INTRODUCCIÓN**

La norma UNE-EN ISO 17025 Apartado 5.9 recoge “*El laboratorio debe tener procedimientos de control de la calidad para realizar el seguimiento de la validez de los ensayos y las calibraciones llevados a cabo*” e incluye la participación en programas de intercomparación entre las herramientas básicas de aseguramiento de calidad de los laboratorios. Esta herramienta incide por un lado en la capacidad de los laboratorios para la realización de un ensayo concreto obteniendo información externa con la que el laboratorio asegura, en la medida de lo posible, que la validación de su procedimiento y su estrategia de control interno de calidad son suficientemente eficaces y por tanto puede asegurar con cierto grado de confianza que no tiene un sesgo en sus resultados de rutina. Por otro lado, dicha participación incluye un alto potencial de mejora al obligar al laboratorio, ante resultados no satisfactorios, a poner a prueba su capacidad para detectar la posible fuente del error, que podría ser desde la cualificación inadecuada del personal, la validación incompleta del procedimiento de ensayo o un error puntual en el funcionamiento del equipo, etc.

No obstante, para que un ejercicio de intercomparación rinda todo su potencial de mejora y control para el laboratorio es imprescindible que todo el proceso de gestión del ejercicio desde la preparación del ítem, su envío a los participantes y la explotación e interpretación de los datos se haga con un elevado nivel de competencia técnica. La participación en ejercicios de intercomparación que no garanticen dicho nivel es un gasto de tiempo y dinero para los laboratorios que debe ser evitado a toda costa.

En este sentido, los laboratorios que usan proveedores acreditados no necesitan desarrollar una metodología ni invertir recursos para evaluar a sus proveedores ya que pueden confiar en la evaluación realizada por los organismos de acreditación. Sin olvidarnos de que al llevarse a cabo la evaluación por profesionales expertos se contribuye a aumentar el nivel de calidad de los programas existentes y, por lo tanto, la confianza en los resultados.

Por otra parte, tanto ILAC como EA han establecido políticas específicas relativas a la participación en intercomparaciones, al entender que, desde la óptica de los acreditadores, la participación en este tipo de programas resulta un método adecuado de obtener información sobre el desempeño del laboratorio que puede ser utilizada dentro de las actividades de evaluación establecidas en el proceso de acreditación.

## **2. AUTORIA**

Esta guía ha sido elaborada por un Grupo de Trabajo de ENAC en el que se encontraban representadas todas las partes interesadas: laboratorios participantes en intercomparaciones, expertos en los criterios aplicables, proveedores acreditados y auditores cualificados.

### **3. OBJETO**

El objetivo fundamental de este documento es potenciar un uso profesional y sistemático de la participación en intercomparaciones por parte de los laboratorios acreditados, y ayudar a los laboratorios a que establezcan políticas y procedimientos robustos en relación con la evaluación tanto de la calidad de los ejercicios en los que participan como de la fiabilidad de sus resultados.

Esta guía se aplica en la intercomparaciones desarrolladas al objeto de evaluar la competencia técnica de los laboratorios para realizar un ensayo o calibración.

A efectos de esta guía a menos que se indique lo contrario siempre que se mencione la palabra ensayo incluirá también calibraciones.

### **4. DEFINICIONES**

**Item:** Muestra, material, instrumento, equipo, etc. sobre el que se lleva a cabo el ensayo/calibración objeto del ejercicio de intercomparación.

**Proveedor:** Organización que diseña y organiza un ejercicio de intercomparación.

**Rendimiento:** Expresión de la evaluación de los participantes realizada por el proveedor a partir de los resultados emitidos por el laboratorio en un ejercicio de intercomparación.

**Valor Asignado:** Valor atribuido a una determinada propiedad de un ítem ensayado, en un ejercicio de intercomparación, con el objeto de calcular el rendimiento.

### **5. GENERALIDADES**

Las intercomparaciones consisten en la organización, el desarrollo y la evaluación de ensayos del mismo ítem o ítems similares por varios laboratorios, de acuerdo con condiciones preestablecidas.

Las intercomparaciones pueden cubrir diferentes objetivos, tales como:

- evaluación del desempeño de los laboratorios para ensayos o medidas específicos, incluyendo el seguimiento continuado de su desempeño.
- identificación de problemas en los laboratorios e inicio de acciones correctivas que, por ejemplo, puedan estar relacionadas con procedimientos inadecuados, cualificación del personal o calibración de los equipos.
- establecimiento de eficacia y comparabilidad de ensayos o métodos de medida
- identificación de diferencias entre laboratorios
- caracterización de métodos
- educación de los laboratorios participantes basándose en los resultados de su participación en las intercomparaciones

Por otra parte las intercomparaciones pueden ser, por ejemplo:

- cuantitativas/cualitativas
- de transformación/interpretación de datos
- puntuales o periódicas, normalmente organizados por proveedores comerciales
- con muestras/item homogéneas distribuidas a todos los participantes o circulando la misma muestra/item que se mide por todos los participantes

## **6. UTILIDAD DE LA PARTICIPACIÓN EN EJERCICIOS DE INTERCOMPARACIÓN**

La validación de un método (de ensayo o calibración) implica que se han evaluado sus características básicas (sesgo, precisión, linealidad, etc.) en diferentes condiciones. A partir de los resultados obtenidos en la validación se considera que el método puede ser adecuado al fin pretendido.

La adecuación al fin pretendido implica que la calidad de la medida realizada es adecuada como para que, teniendo en cuenta las necesidades de cada sector, se tomen decisiones correctas basadas en los resultados de ensayo. Es decir, la adecuación al fin pretendido, no representa necesariamente la mejor calidad que pueden dar los métodos de ensayo ya que esta aproximación podría suponer realizar un gasto innecesario en la realización de las medidas (por ejemplo, con un sesgo y precisión demasiado pequeños, que podría carecer de utilidad práctica).

La evaluación del cumplimiento de los requisitos establecidos en la validación del método requiere el uso de diferentes herramientas, tales como: participación en ejercicios de intercomparación, uso regular de materiales de referencia o implantación de otras herramientas de control interno de la calidad, que sirven para evaluar diferentes aspectos del proceso de ensayo (desde la recepción del ítem a la emisión de informes).

Por una parte el uso de materiales de referencia apropiados aporta una información valiosa para la demostración de la validez del método ya que permite establecer la trazabilidad de los valores asignados al mensurando. Sin embargo, en muchos tipos de ensayo o sectores, no es posible utilizar materiales de referencia porque no están disponibles o, si lo están, no cubren todo el intervalo de aplicación del método.

Por otra parte, la implantación en rutina de un control interno de la calidad permite comprobar que los factores que determinan la magnitud de la incertidumbre no se han modificado desde que en el proceso de validación se demostró la adecuación del método. Sin embargo, en un método de ensayo, puede haber influencias desconocidas que interfieran en el proceso de medida y que, según como haya sido el proceso de validación, pueden no haberse puesto de manifiesto (por ejemplo, matrices o interferencias distintas a las evaluadas en la validación...). Por lo que, los laboratorios que no tienen una referencia externa pueden trabajar durante largos periodos con sesgos importantes sin percatarse de este problema.

Por ello las intercomparaciones resultan un medio adecuado para asegurar que las actividades realizadas intralaboratorio (validación, uso de materiales de referencia y control de la calidad) funcionan satisfactoriamente y, en el caso de detectar fuentes de error inesperadas, iniciar acciones correctoras.

La participación regular en ejercicios de intercomparación permite, además, comparar los resultados emitidos a lo largo del tiempo y bajo diversas circunstancias (Ej.: personal, equipos, patrones, etc.).

Las intercomparaciones aportan una evaluación **externa e independiente** que permite estudiar el sesgo y la precisión de los resultados así como su comparabilidad y con ello el laboratorio puede demostrar el mantenimiento de la competencia técnica al enfrentarse a problemas habituales.

## **7. CRITERIOS PARA ESTABLECER UN PROGRAMA DE PARTICIPACIÓN**

Teniendo en cuenta las diferentes combinaciones de método/parámetro/intervalo de trabajo asociados a un producto/equipo que el laboratorio lleve a cabo, se deberá asegurar una participación regular y desarrollar, de antemano, un programa de participación. En el caso de laboratorios acreditados se deberán considerar todos los ensayos incluidos en el alcance de acreditación.

Para elaborar dicho programa, inicialmente, se tendrán en cuenta:

- **Producto/equipo**, debe considerarse si un producto es único o debe clasificarse en distintos subproductos con características diferenciadas
- **Método de medida**
- **Parámetro**
- **Intervalo de trabajo**, que se desea cubrir.

En función del tipo de ensayo y producto, el laboratorio deberá evaluar qué aspectos de los citados anteriormente influyen significativamente en los resultados.

Con la información anteriormente obtenida se establecerán las combinaciones producto/método/parámetro/intervalo apropiadas para cubrir todos los ensayos.

A continuación el laboratorio establecerá una frecuencia de participación teniendo en cuenta, al menos, los siguientes aspectos:

- *Complejidad del método*: en aquellos casos en los que el ensayo suponga un proceso largo, complejo y con un número elevado de etapas intermedias antes de la emisión del resultado final, debería plantearse una mayor frecuencia de participación, ya que suelen ser estos casos, los sujetos a una mayor probabilidad de error.
- *Variabilidad en el tipo de matrices o posibilidad de interferencias de difícil control en la validación*.
- *Volumen de actividad*: debe evitarse el considerar que la realización poco frecuente de un determinado ensayo puede asociarse a una baja/nula frecuencia de participación, pues pueden darse situaciones en las que sea necesario una mayor participación con objeto de evaluar el mantenimiento de requisitos establecidos en la validación.
- *Histórico de intercomparaciones*: en aquellos casos en los que el laboratorio disponga de participaciones anteriores se deberían tener en cuenta los resultados obtenidos para establecer una frecuencia adecuada.

Teniendo en cuenta lo anterior el laboratorio podrá clasificar los ensayos en familias de ensayo. A la hora de establecer dichas familias se deberá tener en cuenta el hecho de que la participación en una intercomparación en una familia debe ser razonablemente válida para evaluar la calidad de los resultados de todos los ensayos incluidos en ella (ver ENAC NT-03).

En cualquier caso, el programa y la frecuencia de participación en intercomparaciones, deberá ser coherente con el empleo de otras herramientas de control implantadas en el laboratorio para asegurar la adecuación al fin pretendido del método de ensayo.

## **8. ASPECTOS A TENER EN CUENTA PARA LA EVALUACIÓN DE PROVEEDORES**

Cuando un laboratorio decide su participación, debe seleccionar las posibles organizaciones capaces de suministrarle los ejercicios de intercomparación que le permiten cubrir los requisitos del programa de participación.

Para ello es posible recopilar información a través de la documentación recibida en el laboratorio de organizaciones que ofrecen sus programas, otros laboratorios del sector, internet o consultando la página [www.eptis.bam.de](http://www.eptis.bam.de), la cual permite llevar a cabo una búsqueda avanzada utilizando distintos criterios.

Para seleccionar los proveedores más adecuados a sus necesidades, el laboratorio deberá disponer de una información suficiente sobre los ejercicios organizados por cada proveedor, que le permita seleccionar aquellos más adecuados a sus necesidades.

A título de ejemplo, esta información consistirá en:

- Descripción de la planificación del trabajo (calendario, plazos...)
- número de rondas
- rango de trabajo
- N° de participantes previstos
- Tipo de ítem
- Materiales y transporte
- Instrucciones
- Estadística utilizada
- Método de evaluación de los participantes
- Contenido del Informe

Con toda la información disponible, suministrada por el proveedor, el laboratorio deberá valorar, al menos, los siguientes aspectos técnicos:

### **8.1. Ítem**

El ítem suministrado debe ser lo más aproximado posible a la que se ensaya en el laboratorio. El participante optará, en la medida de lo posible por ítems reales. Debe evitar si es factible, los patrones, disoluciones puras, fortificados, etc. que no representan las ensayadas habitualmente en el laboratorio.

En el caso de calibración, para poder confirmar la capacidad óptima de medida de un laboratorio, se pueden tener que utilizar equipos con un nivel metrológico mejor que el de los calibrados habitualmente.

Al proveedor se le debe solicitar que garantice que el ítem tiene la suficiente homogeneidad y estabilidad para el fin previsto. Los estudios de homogeneidad y estabilidad son, generalmente, la actividad más costosa de la organización de un ejercicio de intercomparación, el laboratorio debe asegurarse que el proveedor ha evaluado este aspecto de forma adecuada.

La homogeneidad del ítem suministrado debe asegurarse una vez que ha sido envasada en la forma en que se suministrará al laboratorio participante. Su estabilidad debe quedar demostrada, como mínimo, durante el periodo de duración del ejercicio, en las condiciones de transporte y almacenamiento requeridas.

El estudio de la homogeneidad y la estabilidad debe estar perfectamente documentado y realizarse según sistemáticas reconocidas (ISO 13528, IUPAC Technical Report). Para establecer los criterios de aceptación de estabilidad y homogeneidad ha de tenerse en cuenta la influencia que puedan tener sobre la incertidumbre de los resultados de los participantes y por lo tanto en la aceptación de sus resultados. Dichos criterios deben estar previamente establecidos.

En aquellos casos en los que el proveedor establezca la ausencia de un analito u otra sustancia acompañante debe aportar información suficiente sobre los límites de detección de los métodos utilizados (o la sistemática de preparación del ítem que justifique dicha ausencia).

## **8.2. Materiales y transporte**

La organización debe asegurar que el transporte se realiza en las mejores condiciones posibles para evitar la degradación o cambio que puedan afectar a las características del ítem ensayado. Dentro de estas condiciones se encuentran por ejemplo, envases adecuados de forma que no reaccionen o contaminen el ítem ensayado, refrigeración, protección frente a roturas en caso necesario, duración máxima del transporte al laboratorio, etc. Si los ítems del ejercicio deben viajar entre laboratorios deberá establecerse cual es la sistemática en la que debe realizarse (por ejemplo: estrella, círculo, etc.).

## **8.3. Instrucciones**

El proveedor suministrará las instrucciones precisas y adecuadas que ayuden al laboratorio participante en la correcta realización del ejercicio. Por ejemplo:

- Material enviado (número de unidades, tipo de material, accesorios...)
- Origen del ítem a ensayar
- Conservantes o tratamientos previos realizados
- Especificaciones de realización del ensayo (rango de medida, tiempo máximo de análisis, diluciones en caso necesario, tratamientos, acondicionamiento, tiempo de estabilización...). así como cualquier otro factor que pueda afectar a la realización del ensayo.
- Número de repeticiones del ensayo a realizar
- Unidades y forma en las que debe expresarse los resultados
- Fechas de envío de resultados

Se deberá aclarar si se permite la libre elección del método a emplear o si el proveedor lo impone.

## **8.4. Estadística**

El laboratorio deberá evaluar, a partir de la información suministrada por el proveedor, la metodología estadística utilizada para el tratamiento de los datos recibidos, en concreto deberá considerar aspectos tales como:

- *Procedimiento que utilizará para estimar el valor asignado del mesurando y su incertidumbre:* La sistemática establecida para la determinación del valor asignado (valor consenso entre laboratorios expertos, valor de consenso entre laboratorios, valor de referencia, valor de preparación, etc.) y su incertidumbre asociada.

Cuando el valor asignado se obtiene por consenso, la evaluación estadística está altamente influenciada por el número de participantes, por lo que es aconsejable la participación en ejercicios de intercomparación que aseguren un número mínimo de participantes.

- *Procedimiento utilizado para identificar los valores estadísticos atípicos:* Existen multitud de métodos para tratar los resultados considerados atípicos (intra e interlaboratorio) y que en un momento dado, pueden desvirtuar los resultados generales. Por lo que se recomienda el uso de estadísticas robustas que minimiza la influencia de resultados extremos en los cálculos realizados.
- *Procedimiento empleado para la evaluación del rendimiento:* Se recomienda la participación en ejercicios que determinaran la evaluación del objetivo de precisión mediante fuentes externas (por ejemplo: a partir de documentos normativos, legislación...), es decir, fuentes que no dependen de los resultados obtenidos por los participantes, para que la participación de laboratorios con poca experiencia, o un mal tratamiento estadístico no desvirtuara el resultado final. Así mismo se debería evaluar la justificación del criterio aplicado por el proveedor y su adecuación al fin pretendido (ver apartado 10.2.4).

## 8.5. Informe

Los informes deberán ser claros y comprensibles y deberán incluir, normalmente, la siguiente información:

### A Datos proporcionados por el proveedor:

- Nombre y dirección de la organización que gestiona el programa.
- Identificación del informe
- Codificación de cada participante
- Detalle de las pruebas de homogeneidad y estabilidad y sus resultados
- Desarrollo y comentario de los criterios estadísticos utilizados
- Parámetros determinados en el ejercicio y características del ítem
- Calendario de actuaciones
- Exactitudes y precisiones asignadas por el organizador

### B Datos proporcionados por los laboratorios participantes:

- Métodos de ensayo empleados e información complementaria.
- Valores de las medidas individuales, centrales e intervalos, incertidumbres, etc.

### C Resultados del ejercicio:

- Identificación de laboratorios cuyos resultados se consideran aberrantes
- Número de laboratorios aceptados para el cálculo estadístico de cada parámetro
- Valor asignado e incertidumbre
- Desviación estándar del ejercicio
- Estadística por métodos, si procede
- Valor del rendimiento (z score, número E, etc...)

**En el caso de que no existan ejercicios suministrados por un proveedor, el laboratorio deberá promover iniciativas (ejercicios) que cubran su programa.** En la medida de lo posible, dichos ejercicios, deberán desarrollarse de acuerdo con los aspectos anteriormente citados.

En cualquier caso, dichos ejercicios deberán cumplir con unos requisitos mínimos para asegurar su eficacia:

- *Número de laboratorios participantes:* Dada la influencia que el número de participantes tiene en el cálculo del valor asignado por consenso, debería tenerse en cuenta que un número bajo de participantes puede tener una validez estadística limitada (DIN 38402 Parte 41 y 42, IUPAC Technical Report, AQA 2007). En el caso de que no se pueda asegurar un número de participantes adecuado, sería recomendable obtener el valor asignado a través de patrones, materiales de referencia, ítems preparados, laboratorios de referencia en calibración, etc.
- *Homogeneidad y estabilidad de los ítems:* Si no se puede realizar un estudio de estabilidad y homogeneidad, deberán seleccionarse aquellos ítems que “a priori” ofrezcan mayor seguridad. En cuanto a la estabilidad se deberán respetar los periodos de seguridad referenciados en la literatura. Será imprescindible justificar documentalmente los motivos técnicos que lleven a la elección de un ítem determinado.
- *Estadística:* Con carácter general, no se justifica, la aplicación de criterios estadísticos, diferentes a los indicados en esta guía, para evaluar los resultados de los participantes.
- *Informe:* Deberá realizarse un informe detallado, que incluya todos los apartados descritos anteriormente.

La documentación final, disponible para todos los participantes, debe asegurar que se conserva toda la información necesaria que permita evaluar la eficacia y validez del ejercicio.

## 9. BUENAS PRACTICAS DE PARTICIPACIÓN EN PROGRAMAS DE INTERCOMPARACIÓN

La participación en un ejercicio de intercomparación no se debe entender como un examen, por lo tanto los ítems se tratarán de forma habitual.

En primer lugar se deberán leer con detalle las instrucciones de realización del ejercicio, con el fin de considerar aquellas condiciones de conservación, preparación, estabilización, tiempo de realización máximo del ensayo, etc. que de no cumplirse afectarían a la comparabilidad de los resultados.

Al recibir el ítem se comprobará que las condiciones de recepción son las adecuadas (ausencia de roturas, refrigeración, envases, accesorios, documentación de equipos, etc.). En el caso de ejercicios internacionales, es habitual la apertura en la aduana, por lo que se deberá verificar que no se haya visto afectada la integridad del ítem.

En el caso que las instrucciones no sean claras deberán consultarse con el organizador aquellos aspectos dudosos.

También se deberá comprobar si es obligado la realización de un método o se da plena libertad al laboratorio en la metodología a realizar. En algunos casos, si bien el procedimiento es libre, pueden existir condicionantes impuestos por el organizador (para la preparación del ítem, relativos a la expresión de los resultados, etc.) que podrían afectar a la forma habitual de realizar los ensayos.

En caso de tener que realizar preparaciones previas no habituales (diluciones, tratamientos térmicos, rehidrataciones, adiciones, ataques metalográficos, etc.), se deberá seguir las instrucciones indicadas al pie de la letra, evitando en lo posible que dichas preparaciones y las medidas siguientes sean ejecutadas por la misma persona para impedir que se identifique el ítem como perteneciente a un ejercicio de intercomparación.

Se deberá poner especial cuidado en informar de los resultados de acuerdo con las instrucciones recibidas por parte del organizador (código del laboratorio, unidades, cifras significativas, expresión de resultados, incertidumbre, etc.).

Se deberá facilitar al proveedor toda la información solicitada (métodos, variables, información adicional, etc.) que ayude a llevar a cabo una evaluación de resultados adecuada por parte de éste. También es importante cumplir los plazos establecidos de envío de resultados y que éste se lleve a cabo por los medios solicitados por el proveedor.

## **10. ASPECTOS A EVALUAR EN LA PARTICIPACION EN EJERCICIOS DE INTERCOMPARACION**

La participación en ejercicios de intercomparación resulta poco eficaz si el participante no hace un uso completo de los resultados de cada ejercicio. Por este motivo, la evaluación que el laboratorio haga de su participación no debe limitarse al estudio del rendimiento (por ejemplo: valor de z-score, índices de compatibilidad...) realizado por el proveedor.

Por el contrario siempre se debe realizar un estudio en detalle del informe de un ejercicio y no solamente cuando se obtenga un resultado que no sea satisfactorio. Así, resultados aparentemente satisfactorios pueden demostrarse no satisfactorios tras una correcta evaluación que ponga de manifiesto, por ejemplo: criterios de evaluación no adecuados para el laboratorio, problemas en la organización del ejercicio o en la evaluación llevada a cabo por el organizador, etc.

A continuación se desarrollan aspectos a evaluar tras la participación en un ejercicio de intercomparación y una vez que se ha recibido el informe de resultados.

### **10.1. Ítem remitido**

La calidad del ítem que es analizado por todos los laboratorios es, sin duda, un aspecto fundamental de un ejercicio intercomparación.

Debe comprobarse si el ítem remitido finalmente fue adecuado en cuanto a sus características. En concreto, cuando sean de aplicación, se evaluará:

- que el nivel de concentración o magnitud del parámetro a evaluar fue acorde con el fin pretendido (también en las pruebas cualitativas debe incluirse información relevante sobre el orden de magnitud del parámetro).
- la presencia de interferencias.

- que cuando el proveedor ha establecido la ausencia del analito objeto de evaluación u otras sustancias, sus límites de detección declarados son adecuados y consistentes con los resultados obtenidos.
- si los datos obtenidos de homogeneidad/estabilidad evitan que el ítem contribuya sustancialmente a la dispersión de resultados o pueda, incluso, hacer ineficaz la evaluación realizada.

## **10.2. Informe remitido por el proveedor**

### **10.2.1. Datos de los participantes**

Es importante que en el informe se recoja toda la información remitida por los participantes, ya que esta información es necesaria para poder llevar a cabo una adecuada evaluación de la participación (resultados excluidos, número de laboratorios con resultados inferiores al límite de cuantificación, capacidades óptimas de medida de los participantes, etc). Además, permite obtener otra información relevante sobre los métodos de medida prevalentes, aspectos concretos de metodología que ofrece mejores resultados, etc.

### **10.2.2. Tratamiento estadístico**

- **Valor asignado**

En el caso de que se obtenga el valor asignado por consenso, debe señalarse la importancia del uso de métodos estadísticos robustos que, además de evaluar adecuadamente el tipo de distribución de resultados, eviten la influencia de valores extremos. Otro aspecto importante a considerar es si el organizador tiene en cuenta más de un resultado por cada laboratorio para obtener el valor asignado. Esta práctica se utiliza, en algún caso, como una forma de aumentar artificialmente el número de resultados a evaluar al objeto de incrementar la significación estadística. Esta evaluación no es recomendable ya que entremezcla la evaluación inter e intra laboratorios por lo que puede distorsionar de manera sustancial el valor asignado y por lo tanto la evaluación realizada.

Al determinar el valor asignado por consenso, puede darse el caso de que entre un grupo de laboratorios mayoritario, que utilizan un método con sesgo, coexista una minoría de participantes que utilizan un método sin sesgo, como consecuencia este conjunto minoritario producirá resultados que se desvían del consenso y por tanto pueden obtener evaluaciones no satisfactorias.

En este sentido el método estadístico aplicado debe permitir la detección de diferentes poblaciones (distribuciones bi o multimodales) que distorsionen significativamente el valor asignado. Asimismo, en casos como el señalado, resulta fundamental que los laboratorios participantes aporten, y se reflejen en el informe, los datos sobre la metodología utilizada ya que ésta será la única forma de detectar y tratar problemas de este tipo.

En los casos en los que el valor asignado se ha obtenido a partir de datos ajenos a los participantes (ejemplo: mediante formulación, material de referencia, proporcionado por el laboratorio de referencia, etc.) debe comprobarse que la incertidumbre de este valor es suficientemente pequeña, para realizar una adecuada evaluación de los resultados de los laboratorios.

- **Dispersión de los resultados del conjunto de los participantes**

El valor de la dispersión de los resultados obtenidos por el conjunto de los participantes en un ejercicio de intercomparación es un excelente indicador de la calidad del ejercicio.

En el caso en que el valor asignado se haya obtenido mediante consenso de los participantes, un valor elevado de dispersión puede influir significativamente en la incertidumbre del valor asignado y por tanto en la eficacia del ejercicio.

Por lo que se debe evaluar la relación entre la dispersión obtenida en el ejercicio y la considerada como adecuada al fin pretendido. De una manera general puede decirse que en los casos en que

$$\hat{\sigma}_{ejercicio} > 1.2\sigma_p$$

$\hat{\sigma}_{ejercicio}$  es la desviación estándar que describe la dispersión de resultados de los participantes.

$\sigma_p$  es la desviación estándar diana u objetivo establecida como adecuada al fin pretendido.

puede suceder que o bien el conjunto de los laboratorios tiene dificultades para obtener la precisión requerida o que los resultados aportados no se corresponden con una distribución normal sino que representan dos o más poblaciones. En estos casos debe comprobarse que la distribución es unimodal y que, por tanto, la moda y la mediana no tienen diferencias significativas.

- **Incetidumbre del valor asignado**

El valor de la incetidumbre del valor asignado deberá ser aportado por el proveedor.

En aquellos casos en que la incetidumbre del valor asignado obtenida por consenso  $u_x$ , en el que participan  $n$  laboratorios y obtienen una dispersión de resultados que puede describirse mediante la Desviación Estándar  $\hat{\sigma}_{ejercicio}$ , podría aproximarse al valor del error estándar definido como:

$$u_x = \hat{\sigma}_{ejercicio} / \sqrt{n}$$

Debe tenerse en cuenta que esta estimación de la incetidumbre del valor asignado es una aproximación, que evita la realización de un cálculo exhaustivo, y tiene utilidad exclusivamente para evaluar la calidad de un ejercicio de intercomparación.

Una relación adecuada entre la incetidumbre del valor asignado ( $u_{x_a}^2$ ) y la desviación estándar diana u objetivo establecida como adecuada al fin previsto ( $\sigma_p$ ) sería:

$$u_{x_a}^2 / \sigma_p^2 \leq 0.1$$

Cuando esta relación supere el valor de 0,5, la evaluación realizada debe considerarse solamente a título informativo.

### 10.2.3. Evaluación del rendimiento

En general la evaluación del rendimiento se realiza mediante la relación entre dos aspectos diferentes. Por una parte la diferencia entre los resultados ofrecidos por el laboratorio frente al valor asignado considerado como verdadero y por otra un valor de referencia o diana de incertidumbre (habitualmente expresada como desviación estándar) y que utiliza el organizador para considerar que los resultados son adecuados.

A continuación se hace referencia a los dos sistemas de cálculo del rendimiento más extendidos por su aplicabilidad general y amplia aceptación:

“**z-score**” Se define de acuerdo con la ecuación:

$$z = (x - x_a) / \sigma_p$$

$x_a$  es el valor asignado por consenso (la media robusta de los resultados remitidos por los laboratorios)

$\sigma_p$  es la desviación estándar diana o adecuada al fin pretendido

$x$  es la medida del laboratorio participante

“**Número E**” Se define como:

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

$X$  es el valor asignado

$U_{ref}$  es la incertidumbre expandida de  $X$

$U_{lab}$  es la incertidumbre expandida del participante para la medida  $x$

$x$  es la medida del laboratorio participante

Para llevar a cabo una adecuada evaluación del rendimiento, la incertidumbre de valor asignado no debe distorsionar la evaluación de los resultados.

Es importante destacar que la evaluación del rendimiento no debe quedarse única y exclusivamente en comprobar los valores generalmente aceptados como satisfactorios para estos parámetros ( $|z| < 2$  y  $E_n < 1$ ), debiendo evaluarse además la adecuación de otros aspectos del ejercicio comentados anteriormente.

### 10.2.4. Evaluación realizada por el proveedor

Durante años, y en la mayoría de los ámbitos, la evaluación de la participación en ejercicios de intercomparación se ha fundamentado en realizar una simple descripción de los resultados ofrecidos por los laboratorios. Para ello se empleaban los estadísticos más comunes (media aritmética o mediana como descriptor de tendencia central y desviación estándar como indicador de dispersión) considerando, o evaluando, que los resultados cumplieran los requisitos de una distribución normal. Este tipo de evaluación, que suele denominarse “evaluación descriptiva”, al ser dependiente de los resultados aportados por los propios laboratorios participantes, impide disponer de una correcta herramienta para la mejora.

En contraposición a esta evaluación “descriptiva”, debe realizarse una evaluación frente a objetivos de calidad, que no provienen de los laboratorios participantes, sino de fuentes externas. Este tipo de evaluación, denominada “objetiva” o “adecuada al fin pretendido”, permite demostrar la competencia técnica de los laboratorios en su ámbito de actuación.

Por tanto el laboratorio debe tener en cuenta qué tipo de evaluación se ha llevado a cabo.

Por otra parte, el laboratorio debe asegurarse que los criterios utilizados, por el proveedor, para realizar dicha evaluación “objetiva” sean coherentes con los requisitos u objetivos de calidad que el laboratorio utilizó en la validación del método.

#### **10.2.4.1. Proveedor con evaluación objetiva con criterio “adecuado al fin pretendido” para el conjunto de laboratorios**

Si el proveedor del ejercicio utiliza un criterio de precisión adecuado al fin pretendido  $\sigma_p$  para la evaluación de los resultados de los participantes, se podrá emplear directamente esta evaluación.

Es importante resaltar que este criterio está establecido antes de la realización del ejercicio y que, en ningún caso, depende de los resultados obtenidos por los participantes.

#### **10.2.4.2. Proveedor con evaluación descriptiva, sin criterio “adecuado al fin pretendido”**

Existen algunos proveedores de ejercicios de intercomparación que no operan mediante criterios objetivos de calidad. En estos casos se calculan los rendimientos únicamente a partir de los resultados de los participantes sin ninguna referencia a requisitos externos.

Si el objetivo de precisión se obtiene a partir de la desviación estándar estimada de los resultados de los participantes (excluyendo los valores aberrantes) aproximadamente, un 95% los participantes pueden siempre tener una evaluación aparentemente satisfactoria.

Esta situación puede resultar cómoda, tanto para los participantes como para el proveedor del ejercicio, pero no indica si los resultados son adecuados al fin pretendido y por lo tanto, no sirve para la mejora.

No obstante el laboratorio podría realizar la evaluación de forma “objetiva” tal y como se indica en el apartado siguiente, teniendo en cuenta que los resultados obtenidos pueden verse desvirtuados por la carencia de criterios adecuados para el estudio de la homogeneidad y estabilidad del ítem.

#### **10.2.4.3. Proveedor con evaluación objetiva con criterio “no adecuado al fin pretendido” por el laboratorio**

Puede suceder que un participante encuentre que el criterio utilizado por el proveedor del ejercicio de intercomparación es inadecuado para algunos tipos de trabajo que realiza el laboratorio.

En este caso los participantes deben calcular su propio objetivo de precisión, basándose en criterios adecuados a su fin pretendido.

#### **10.2.5. Gráficos**

Existen multitud de formas de expresar gráficamente un ejercicio intercomparación. La representación gráfica de los datos o parámetros de evaluación del rendimiento ayuda a visualizar la distribución de los resultados obtenidos, facilitando la interpretación de algunos aspectos difícilmente evaluables sólo mediante datos numéricos (normalidad de la distribución, tendencias, sesgos, multimodalidad...).

#### **10.2.6. Incidencias**

Si el proveedor informa de cualquier incidencia o comentario en el desarrollo del ejercicio de intercomparación, esta deberá ser tenida en cuenta a la hora de evaluar los resultados.

### **10.3. Informe de la evaluación**

El laboratorio deberá elaborar un informe que incluya la evaluación de los aspectos relevantes descritos anteriormente y las conclusiones obtenidas.

El empleo de un único resultado de evaluación del rendimiento supone una indicación valiosa para el laboratorio pero, sin duda, el seguimiento de un conjunto de resultados aporta una visión de mayor interés para evaluar la robustez del método y su evolución a lo largo del tiempo.

En este contexto resultan útiles tanto las herramientas estadísticas como las gráficas.

Debe señalarse que, en general, no se recomienda el uso de puntuaciones combinadas a partir de parámetros de evaluación del rendimiento que provengan de diferentes analitos o parámetros. Asimismo en la interpretación de los resúmenes estadísticos que empleen puntuaciones combinadas debe tenerse precaución para evitar conclusiones incorrectas.

Por ello los cálculos estadísticos que puedan utilizarse (sumatorios cuadráticos, ponderados, etc.) deben tratarse con precaución para evitar la influencia de los valores extremos.

## **11. ACTUACIONES A LLEVAR A CABO ANTE LA OBTENCIÓN DE RESULTADOS NO SATISFATORIOS**

Si, tras llevar a cabo la evaluación de acuerdo con el apartado anterior (prestando especial atención a que la evaluación realizada haya sido adecuada al fin pretendido), el laboratorio llega a la conclusión de que el ejercicio de intercomparación es correcto y aún así ha obtenido resultados no satisfactorios, debe realizar una investigación que identifique y explique las causas, para poder así establecer las acciones que eviten la repetición de los problemas encontrados.

La investigación ante un resultado no satisfactorio debería incluir distintas etapas como:

- Comprobar que no se produjeron errores en la expresión de resultados (unidades, adiciones, diluciones...), transcripción de los datos, etc.
- Comprobar que se siguieron las instrucciones del organizador relativas a conservación y manipulación del ítem.
- Verificar que las medidas se realizaron siguiendo el procedimiento que se pretende evaluar.
- Comprobar que el instrumento con el que se realizó la medida funcionó correctamente (Ej.: a partir de una comparación de datos como la sensibilidad con respecto a otros días).
- Comprobar que no se produjeron contaminaciones provenientes del material utilizado, del ambiente, etc.
- Comprobar los resultados de los controles de calidad internos del método de medida (material de referencia, muestra duplicada, controles entre calibraciones...) y su evolución.
- Comprobar resultados de otros ítems similares ensayados el mismo día que permita descartar, por ejemplo, falsos negativos/positivos, problemas de contaminación, etc.
- Comprobar otros parámetros ensayados por el mismo método, día, operador (Ej.: Si se trata de un ensayo multiparamétrico y únicamente existe un resultado no satisfactorio en uno de ellos, las causas pueden ser diferentes que si todos los resultados son no satisfactorios).
- Verificar si pueden haber afectado al resultado del laboratorio las incidencias o particularidades señaladas por organizador en el informe.
- Comprobar los resultados obtenidos en anteriores ejercicios de intercomparación.

Si a pesar de realizar las comprobaciones anteriores el laboratorio, no encuentra el origen del problema, se deberán llevar a cabo estudios más exhaustivos, siempre que sea posible sobre el mismo ítem, que pueden consistir en:

- Si es posible, repetir el ensayo. Si en este segundo ensayo, el resultado es satisfactorio, se podría considerar un error puntual, que el control de calidad interno no hubiera detectado. No obstante, en estos casos, el laboratorio deberá verificar que no se han producido cambios en las condiciones de ensayo (equipos, reparaciones, personal, etc.) que pudieran haber causado el problema. Además será necesario realizar un seguimiento de resultados posteriores para asegurar que el problema no se vuelva a repetir.
- Realizar modificaciones sobre el método de ensayo o algunas de la etapas claves del mismo (Ej.: digestión, mecanización, tratamiento térmico, extracción, etc).

Una vez considerados todos los aspectos y etapas anteriores, el laboratorio debe establecer acciones correctoras, para solucionar el problema y evitar que se repita en el futuro. Así mismo se deberá valorar la eficacia de dicha acciones correctoras, por ejemplo mediante la participación en otro ejercicio de intercomparación.

Igualmente es crucial que el laboratorio tenga en cuenta y resuelva las consecuencias del problema detectado, puesto que durante el periodo transcurrido entre el envío de resultados y la recepción del informe por parte del organizador el laboratorio habrá emitido resultados que podrían haber sido incorrectos.

## **12. ERRORES COMUNES**

Entre los errores más comunes que se pueden cometer y que deben evitarse, durante la participación en una intercomparación, figuran los siguientes:

- No seguir las instrucciones del organizador.
- No realizar el ensayo de la forma habitual sino como un ítem especial.
- Modificar las indicaciones del ejercicio con el fin de realizar el ensayo en condiciones más favorables (diluciones, límites de detección, etc.).
- No respetar las condiciones de repetibilidad, mezclando metodologías, personal, equipos, etc.
- Realizar un mayor número de medidas del requerido por el organizador o el método de medida, seleccionándolas o promediándolas en virtud de los resultados obtenidos.
- Cometer errores en la transcripción de resultados.
- Comentar resultados con otros participantes del ejercicio.
- Presentar como propios resultados de medidas subcontratadas a otros laboratorios.
- Cometer errores en la identificación del ítem cuando en una ronda el proveedor envía varias ítems/envases simultáneamente.
- Cometer errores en la transmisión de resultados (unidades, cifras significativas, decimales, etc.), codificación del laboratorio, etc.

Por otra parte, se deben evitar algunos planteamientos erróneos, con respecto a la utilidad de la participación en intercomparaciones, tales como:

- Considerar el ejercicio de intercomparación como un concurso, por ejemplo estableciendo como objetivo de rendimiento z-score igual a cero.
- Sobrevalorar los resultados satisfactorios o no satisfactorios, llegando incluso a ser usados como medios sustitutivos del control de calidad interno.
- Tomar acciones frente a resultados no satisfactorios no basadas en un análisis riguroso de los resultados, lo cual lleva a conclusiones del tipo “problema puntual por lo que no se toman acciones”, “esperaremos al siguiente ejercicio”, “se comenta con el analista que tenga más cuidado la próxima vez”, “no sabemos que ha pasado”, etc.

## **13. BENEFICIOS DE LA PARTICIPACIÓN**

Entre los beneficios que los laboratorios pueden obtener de la participación sistemática en ejercicios de intercomparación, pueden destacarse los siguientes:

- Permite confirmar la correcta validación inicial de un método por medio de la comparación de los resultados de exactitud y precisión con los obtenidos en la validación. La participación en intercomparaciones nos permite poder evaluar si la incertidumbre estimada por el laboratorio es realista .
- Así mismo los datos obtenidos de la participación en intercomparaciones pueden ser utilizados para la validación de métodos de medida, siempre y cuando los tipos de ítems y los intervalos de trabajo sean coherentes con el objetivo de la validación.

- Se pueden determinar errores sistemáticos que se producen en el método de medida, por ejemplo, analizando la tendencia de los resultados del rendimiento, se puede identificar la existencia de algún sesgo en el método.
- Permite llevar a cabo mejoras en el método por comparación con otros laboratorios.
- Obtener información de los métodos aplicados por otros participantes, nuevas metodologías, uso de nuevos materiales de referencia, comparación de métodos disponibles en el mercado, etc...
- Permite realizar un seguimiento del comportamiento del método, respecto a la exactitud y precisión del mismo.
- Fomentar la colaboración e intercambio de experiencias entre laboratorios.
- Demostración de competencia técnica frente a terceros.

#### **14. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

NT-03 “Política de ENAC sobre Intercomparaciones”

Guía ILAC G-13 “ILAC Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes”

UNE- EN ISO/IEC 17025 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”

ISO 13528:2005 “Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons”

IUPAC Informe Técnico “Protocolo armonizado internacional para programas de intercomparación de laboratorios de química analítica”

DIN 38402 “German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; general information (group A); recording of analysis results (A 1).”

Belli M, Ellison S, Fajgelj A, Kuselman I, Sansone U, Wegscheider W (2007) Accred Qual Assur 12:391-398. Implementation of proficiency testing schemes for a limited number of participants.

**“El presente documento se distribuye como copia no controlada. Puede consultar su revisión en la página web de ENAC, en el apartado “documentos” o internamente en red”.**

