

BOLETÍN TÉCNICO: DESCRIPCIÓN Y VENTAJAS DE LOS INTERLABORATORIOS



1 Introducción

Los Interlaboratorios son estudios donde participa activamente más de un laboratorio^{6,3} y, en términos generales, son utilizados a través de dos enfoques principales: para valorar los “sistemas de medición” de los laboratorios (ver punto 2), o para evaluar el cumplimiento de la precisión establecida en un método de ensayo. Por esta razón, pueden tener diferentes usos específicos^{6,7}; entre ellos se tiene, la caracterización de un método (**estudio de precisión**), la certificación de un material (**estudio de certificación**) o para evaluar el desempeño de un laboratorio comparado contra otros laboratorios similares (**ensayo de aptitud**). En estos tipos de interlaboratorios, el número de participantes debería ser idealmente mayor a seis (6)^{6,4}.

Paralelamente, se encuentran las comparaciones estadísticas entre dos o más laboratorios, las cuales se basan en pruebas de hipótesis asociadas a la correspondencia de resultados provenientes de un mismo método de ensayo (**Interlaboratorios y Chequeos Cruzados**), los cuales también son llamados Round Robins; estos últimos, resultan sumamente útiles para el seguimiento continuo y periódico del desempeño de un laboratorio (tanto de control de calidad de una planta, como de investigación), donde además se calculan y comparan los intervalos de confianza de los datos, para detectar tendencias que permitan identificar posibles oportunidades de mejora a los participantes. Estos tipos de estudio poseen la ventaja de ser una herramienta eficaz para mantener y mejorar la competencia de un laboratorio. En este boletín, solo se describen los estudios tipo Round Robins.

Un interlaboratorio exitoso está basado en una buena organización, inicialmente escogiendo la propiedad a evaluar (preferiblemente de utilidad en el mercado), seleccionando los participantes, los especímenes, los niveles de ensayo a incluir¹ y el número de réplicas.

¹ Nivel de ensayo: diferentes rangos de respuesta de una misma propiedad.

2 Posibles fuentes de Variabilidad en los Sistemas de medición

Un sistema de medición (analista-equipos-muestra-ambiente) puede ser impactado tanto por errores aleatorios (sobre los que no hay control), como por errores sistemáticos (asociados a fallas que pueden ser corregidas), y estas fuentes de variación ocurren por diversas causas que deben ser tomadas en cuenta antes de realizar cualquier tipo de comparación entre laboratorios. Entre ellas se encuentran:

1. La trazabilidad del equipo de medición a estándares nacionales o internacionales.
2. Las muestras de ensayo.
3. El equipo de medición.
4. El personal analista y procedimiento seguido (ver ejemplo en Figura 1).
5. Las condiciones ambientales.
6. El tiempo de ejecución (necesario en especial para los interlaboratorios asociados a estudios de precisión de métodos).

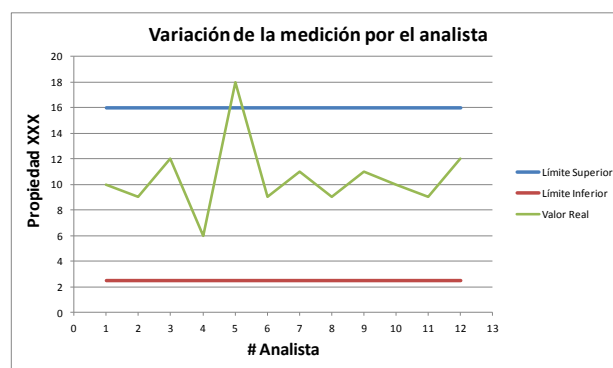


Figura 1 Ejemplo de la posible variabilidad inherente al analista, sobre un mismo método de ensayo.

Un estudio interlaboratorio presenta la ventaja de mostrar a los participantes la influencia que puede tener cada una de estas fuentes, sobre sus datos.

Los datos evaluados estadísticamente en un Interlaboratorio varían en función del tipo de

BOLETÍN TÉCNICO: DESCRIPCIÓN Y VENTAJAS DE LOS INTERLABORATORIOS



estudio; por ejemplo, en los Chequeos Cruzados o Round Robins se trabaja con el número de mediciones o “réplicas de ensayo²” (cada uno de estos ensayos, con las réplicas de muestra³ establecidas en la normativa correspondiente).

3 Ventajas de los estudios Interlaboratorios

Los laboratorios de análisis en una empresa productiva deben suministrar información confiable sobre el estado de materias primas, material en proceso y productos, para permitir a una planta operar dentro de una ventana de capacidad, calidad y costos que mantenga la rentabilidad y competitividad del negocio, así como la confianza de los clientes en los productos y la marca que esta empresa ofrece. En los casos donde se rechaza erróneamente un producto o materia prima, o por el contrario, se utiliza estando defectuoso, se originaría indirectamente una disminución en la capacidad de operación de la planta, y/o aumento en sus costos, ya que habría en algún momento problemas operacionales, generación de desperdicio (de productos y/o de materias primas), devoluciones de material, el cual requiere ser reprocesado, y mayor consumo de materias primas o energía (vapor, electricidad). Adicionalmente, pero no menos importante, los clientes perderán satisfacción y estarán tentados a migrar a otros proveedores de mejor desempeño.

Con las mejoras introducidas por los interlaboratorios, los participantes (que pueden estar aguas arriba o aguas abajo de algún proceso), logran reducir pérdidas (monetarias) en su producción ya que consiguen mayor certeza en sus resultados de ensayo, los cuales son los encargados de aprobar o reprobar un producto o materia prima.

² Réplicas de ensayo: reproducción exacta del ensayo, ejecutado sobre muestras similares y en el menor tiempo posible entre cada una.

³ Réplicas de muestra: representan cierta cantidad de especímenes evaluados en un ensayo, según lo establecido en la normativa.

Los Interlaboratorios, en este aspecto, poseen numerosas ventajas que permiten a los participantes trabajar en pro de la mejora continua de sus procedimientos:

- Son útiles para el seguimiento periódico del desempeño y la autenticidad de un laboratorio de control de calidad de una planta, por lo que representan una herramienta eficaz para mantener y mejorar la competencia del mismo.
- Al estar enfocados al proceso, permiten lograr un dominio total sobre cada uno de los procedimientos que comprenden los ensayos, toda vez que muestran a los participantes la influencia de la mayoría de las fuentes de variabilidad sobre los datos (ver punto 2).
- Mejoran la exigencia en el control de calidad de sus plantas.
- Se comprueba el cumplimiento de las especificaciones del material utilizado, en caso de haberlas.
- Los Chequeos cruzados e Interlaboratorios, generalmente están referenciados a alguna normativa nacional o internacional. Al cumplir con los requisitos de alguna norma (como la ASTM E1601, por ejemplo), los laboratorios cada vez dispondrán de mayor cantidad de operadores competentes y familiarizados con sus métodos de ensayo.
- Tienen la garantía de ser comparaciones imparciales, cuando los participantes siguen lo establecido en el protocolo técnico.
- Comprueban si las muestras provienen de poblaciones (de productos o de materias primas) con la misma varianza, al construir un análisis de variabilidad comparativo.

3.1 Otras Características^{6,13}

Otra importancia principal de un interlaboratorio es que buscan mantener el buen rendimiento del laboratorio por un período de tiempo prolongado, y sus resultados son la referencia del buen desempeño, para posteriores usos.

BOLETÍN TÉCNICO: DESCRIPCIÓN Y VENTAJAS DE LOS INTERLABORATORIOS



Un resultado insatisfactorio de un interlaboratorio, puede ser ocasionado por un simple error, que inevitablemente se produce en todos los laboratorios alguna vez, pero eso no quiere decir que no exista competencia para ejecutar el control de calidad. Justamente, este tipo de ensayos permite identificar errores e introducir las correcciones de rigor.

4 Partes de un Interlaboratorio tipo Round Robin^{6.12}

En un interlaboratorio, el grupo de trabajo o "panel" encargado de la organización del mismo, debe seleccionar el número de laboratorios participantes, el material, la propiedad a evaluar y el tipo de estudio o análisis estadístico que se aplicará. Cada participante a su vez, debe seleccionar el personal experto en los métodos de ensayo y sus aplicaciones, antes de llevar a cabo las determinaciones^{6.8}. A continuación se muestran, en orden cronológico, los pasos a seguir.

4.1 Selección de los laboratorios participantes

Cualquier laboratorio que sea considerado calificado para llevar a cabo el ensayo seleccionado, debería tener la oportunidad de participar en el estudio interlaboratorio, siempre y cuando haya equivalencia en los métodos de ensayo^{6.7}. Existen diferentes opiniones acerca de esta selección:

Según lo establecido en la norma ASTM E691^{6.5}, la cual tiene como objetivo establecer la precisión de un método de ensayo, el personal que organiza el interlaboratorio debería evaluar la posibilidad del laboratorio para participar, en función de la existencia de equipos de ensayo operativos disponibles, la disposición de operadores competentes y familiarizados con el método de ensayo, además de la existencia de tiempo e interés suficiente por parte de los analistas. La Norma recomienda como cifra óptima, la participación de 30 laboratorios, y establece un mínimo de 6 laboratorios para considerar válido el análisis de los resultados.

Según lo establecido en la norma ISO 5725^{6.1}, que tiene como objetivo establecer la veracidad y precisión de un método de ensayo, los laboratorios

participantes no deben consistir exclusivamente en aquellos que han ganado experiencia durante la normalización del método. Por el contrario, deben contener un grupo de laboratorios, donde uno funja como "laboratorio de referencia", para poder demostrar la exactitud para la cual el método puede ser ejecutado, en manos expertas. A fin de minimizar el riesgo de cualquier sesgo, es importante incluir a todo tipo de laboratorios que utilicen el método regularmente. La Norma exige calcular la cifra óptima de laboratorios participantes para minimizar la incertidumbre en la determinación de la precisión, pero indica que el rango más común para interlaboratorios aceptables está entre 8 y 15 laboratorios.

4.2 Selección del método a evaluar^{6.4}

Comprende los siguientes aspectos:

- Detección de la necesidad del estudio interlaboratorio, en función de la utilidad del método para los participantes.
- Disponibilidad del material de ensayo necesario.
- Habilidad, experiencia y disposición por parte del personal analista.
- Revisión de la normativa de análisis por parte de los encargados, para verificar que el método se acople a los requisitos.

El inicio del interlaboratorio se lleva a cabo una vez se llegue a un consenso por parte de todos los participantes.

4.3 Selección de materiales a incluir en el interlaboratorio

Niveles de ensayo

Los materiales que serán utilizados en el estudio interlaboratorio deberían representar aquellos que comúnmente se evalúan con el método de ensayo y, en caso de tener posibilidad de incluir varios, se espera que estos presenten valores extremos de la propiedad a medir (denominados A, B, C, D en la Figura 2). Los niveles a incluir se definen según lo siguiente:

- Los diferentes tipos de materiales a evaluar.

BOLETÍN TÉCNICO: DESCRIPCIÓN Y VENTAJAS DE LOS INTERLABORATORIOS



- La dificultad y costos asociados a la obtención, procesamiento y distribución de las muestras.
- La dificultad y el tiempo invertido para llevar a cabo los ensayos.
- El fin último de los resultados del ensayo, en el caso que sean necesarios como un requerimiento comercial y/o legal, para algún participante.

En los ensayos de interlaboratorio que Polinter organiza para sus clientes, se suele emplear materiales de referencia cuyas propiedades básicas (usualmente índice de fluidez y densidad) han sido determinadas como homogéneas y estables de acuerdo a la norma ISO 5725. Esto permite descartar la variabilidad natural del material como causa de las discrepancias en las mediciones entre los diferentes laboratorios.

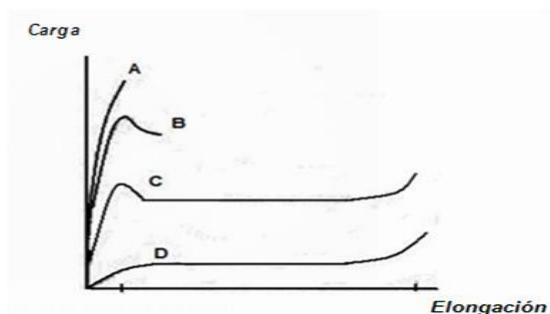


Figura 2 Diferentes niveles de ensayo (en este caso, de resistencia a la tensión).

4.4 Redacción del Protocolo Técnico

Este protocolo es un documento donde el encargado de organizar el interlaboratorio describe las instrucciones claras del experimento que se llevará a cabo. Principalmente consiste de los siguientes puntos:

- Alcance del proyecto: donde se incluye la cantidad de laboratorios que participarán, el número y descripción total de las muestras, y los métodos de ensayo a incluir (con la normativa asociada).
- Tipo de Estudio: en este caso se describe un resumen del interlaboratorio, la forma que tendrá el reporte de resultados de cada

participante y el tipo de análisis estadístico a aplicar (comparación de medias, comparación múltiple de medias, etc).

- Diseño Experimental (DOE - Design Of Experiments)^{6,2}: el diseño de experimentos, que varía en función del tipo de interlaboratorio. En el DOE se incluye el número de réplicas de ensayo que se solicitarán para la comparación (generalmente se espera utilizar mínimo quince (15) datos). También se incluye cualquier otra descripción detallada de las muestras y la forma en que se llevarán a cabo las evaluaciones. Ver ejemplo de un DOE en la Figura 3.

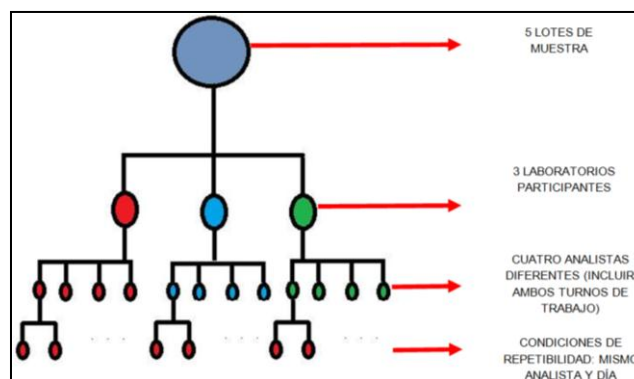


Figura 3 Ejemplo de un DOE.

Se debe mantener el diseño tan simple como sea posible, a fin de obtener estimaciones de la variabilidad entre laboratorios, libres de efectos secundarios.

- Contactos: en este punto se describen los modos de comunicación posibles entre el coordinador y los participantes.
- Reporte de resultados: Este documento se debe adaptar también al tipo de estudio, y a las posibilidades de cada participante.

El protocolo técnico debe someterse a revisión de los participantes, para poder llegar a un consenso sobre las reglas del estudio, antes de iniciar el mismo.

BOLETÍN TÉCNICO: DESCRIPCIÓN Y VENTAJAS DE LOS INTERLABORATORIOS



4.5 Entrega de muestras

Antes del despacho de las muestras, éstas deben ser escogidas al azar, dentro de la población original disponible, utilizando cualquier método de arreglo, como lo indica el esquema de la Figura 4. En algunas ocasiones, una tercera entidad es la responsable de realizar la selección de las muestras.

Los especímenes deben ser apropiadamente embalados, para prevenir cualquier daño, p. ej. Impacto, sobrecarga o calentamiento, y para proteger la estabilidad y características del material durante el transporte, en función del tipo de muestra.

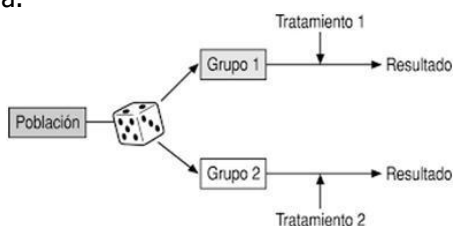


Figura 4 Arreglo de muestras.

4.6 Período de ejecución de los ensayos

En un cronograma de trabajo, debe establecerse la fecha límite de recepción de los datos, de modo de fijar ciertas pautas para los participantes, y garantizar la mayor equivalencia entre los tiempos de ensayo.

4.7 Análisis Estadístico y estudio de variabilidad

En este caso se desglosan las partes que comprenden este análisis, el cual representa el corazón de las comparaciones interlaboratorios, de modo de ofrecer al lector el soporte técnico necesario para identificar las tendencias que presentarían sus resultados.

4.7.1 Comparación gráfica.

Para facilitar la comprensión de todos los participantes, se suelen colocar en primer lugar los promedios de las mediciones, para contrastarlos visualmente, en búsqueda de identificar patrones o tendencias, que puedan incurrir en diferencias estadísticas posteriores (ver ejemplo en Figura 5).

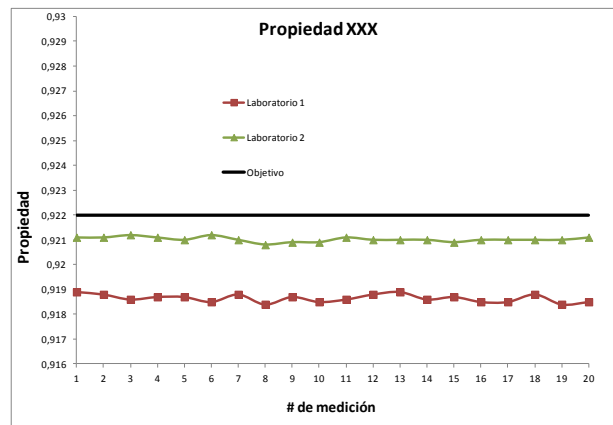


Figura 5 Ejemplo de comparación gráfica.

4.7.2 Análisis de Variabilidad^{6,9} e Intervalos de Confianza.

En este caso, resulta necesario utilizar técnicas estadísticas para comparar los promedios de los resultados de cada laboratorio, tales como el Análisis de Varianza (o ANOVA), las Pruebas de Hipótesis para Medias, la Comparación Múltiple de Medias, la comparación de Intervalos de Confianza y otras herramientas. Este tipo de análisis permite establecer si la variabilidad obtenida se debe únicamente a las mediciones (es decir, el error normal del ensayo o proceso de medición, en cuyo caso se dice que no hay diferencias estadísticamente significativas entre los promedios de los laboratorios participantes), o si, por el contrario, puede atribuirse a variabilidad introducida por la ejecución en uno o más de los laboratorios participantes, lo cual indica que sí hay diferencias estadísticamente significativas entre el conjunto de laboratorios participantes.

Los intervalos de confianza para el promedio, por ejemplo, permiten una comparación visual rápida para verificar equivalencia entre los promedios de los laboratorios participantes, ya que representan el rango de valores entre los que existe una determinada probabilidad (nivel de confianza) de que esté el valor verdadero del promedio (ejemplo en Figura 6).

BOLETÍN TÉCNICO: DESCRIPCIÓN Y VENTAJAS DE LOS INTERLABORATORIOS

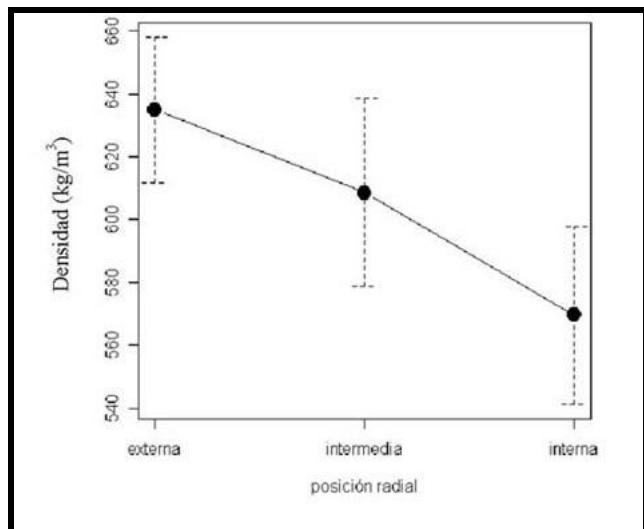


Figura 6 Ejemplo de Intervalos de Confianza para el promedio.

Otra técnica es la Comparación Múltiple de Medias, diseñada para cotejar dos o más muestras reportadas, y verificar si presentan (o no), diferencias estadísticamente significativas, mediante la prueba de LSD (Least Significant Difference o Menor diferencia significativa).

En aquellos casos donde existen más de dos laboratorios, esta técnica permite comparar los diferentes pares de datos, efectuando una permutación automática de los laboratorios participantes y, al identificar aquellos pares que pueden considerarse equivalentes, permite determinar un porcentaje de consistencia de los resultados del interlaboratorio.

$$\% \text{ de consistencia} = \frac{\# \text{ de parejas consistentes}}{\# \text{ total de combinaciones}} \times 100$$

En cada par de laboratorios evaluado es posible aplicar igualmente la prueba de Hipótesis para comprobar estas afirmaciones.

4.8 Entrega de resultados

Una vez concluido el análisis, el organizador entrega los resultados a cada participante de acuerdo a lo estipulado en el protocolo técnico. Usualmente, cada laboratorio recibe información sobre el desempeño particular que se compara contra la totalidad de la información disponible del resto de

los laboratorios, empleando promedios y rangos, a fin de mantener la confidencialidad del mismo.

Estos informes sirven para definir acciones correctivas y preventivas en los casos que se identifiquen desviaciones significativas. Igualmente pueden emplearse para mostrar evidencia de cumplimiento ante clientes y auditores.

5 Conclusiones

Los estudios interlaboratorios son una herramienta eficaz que permite analizar las competencias de laboratorios de análisis, tanto de empresas productivas como de centros de investigación, mediante la evaluación de las propiedades a acordar, efectuadas de modo sistemático y riguroso.

Los resultados sirven para reafirmar la capacidad de ejecutar ensayos y para determinar acciones correctivas y preventivas de ser necesario.

6 Referencias Bibliográficas.

- 6.1 **ISO International Organization for Standardization.** Norma ISO 5725:1994(E), TC69 SC6. "Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results", part 3.
- 6.2 **ISO International Organization for Standardization.** Norma ISO 3534, TC69 SC1 "Vocabulary and Symbols" (parts 1 to 6).
- 6.3 **International union of pure and applied chemistry. IUPAC.** Nomenclature of interlaboratory analytical studies.
- 6.4 **ASTM E1601:98** "Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Evaluate the Performance of an Analytical Method". ASTM International. West Conshohocken, PA, 2003. DOI: 10.1520/E1601-98. www.astm.org.
- 6.5 **ASTM E691:09** "Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method" ASTM International. West Conshohocken, PA, 2003. DOI: 10.1520/E0691-09. www.astm.org
- 6.6 **ISO International Organization for**

BOLETÍN TÉCNICO: DESCRIPCIÓN Y VENTAJAS DE LOS INTERLABORATORIOS



- Standardization.** Norma ISO 9001:2008, TC176 SC2 "Quality management systems-Requirements".
- 6.7 General Motors Corporation. **Measurement System Analysis.** Manual de referencia. Tercera edición, marzo 2002.
- 6.8 Tang Luping and Björn Schouenborg. **Methodology of Inter-comparison Tests and Statistical Analysis of Test Results** - Nordtest project No. 1483-99. Año 2000.
- 6.9 Canavos, George C. Probabilidad y Estadística, aplicaciones y métodos. Mc Graw Hill, 1987. Traducido e impreso en México.
- 6.10 Montgomery, D. and Runger, G. "Applied Statistics and probability for engineers". Third edition.
- 6.11 Suárez, Luisana. Apoyo en la determinación de la incertidumbre en métodos de ensayo, Proyecto PLT-PL-0314-02-03, SS14141. Investigación y Desarrollo, Noviembre 2014.
- 6.12 Instrucción de Trabajo ID-ES-EA-I-997. **Comparaciones Interlaboratorios.** Investigación y Desarrollo, año 2015.
- 6.13 International Trade Center. Export Quality Management. A Guide for Small and Medium-Sized Exporters SECOND EDITION, 2011.

Este Boletín fue elaborado por la Gerencia de Mercadeo de Poliolefinas Internacionales, C.A. (POLINTER), con el apoyo de Investigación y Desarrollo, C.A. (INDESCA), en Caracas- Venezuela, en enero 2016.

Si desea hacer algún comentario o sugerencia, agradecemos nos escriba a la dirección electrónica: info@polinter.com.ve, la cual pueden acceder a través de nuestra página web www.polinter.com.ve o a través de nuestro agente comercial: Corporación Americana de Resinas, CORAMER, C.A. (<http://www.coramer.com>)

La información descrita en esta documento es, según nuestro mejor conocimiento, precisa y veraz. Sin embargo, debido a que los usos particulares y condiciones de transformación están enteramente fuera de nuestro control, el ajuste de los parámetros que permiten alcanzar el máximo desempeño de nuestros productos para una aplicación específica, es potestad y responsabilidad del usuario y confiamos en que la información contenida en el mismo sea de su máximo provecho y utilidad.

Para obtener información más detallada de los aspectos de seguridad relativos al manejo y disposición de nuestros productos, le invitamos a consultar las hojas de seguridad (MSDS) de los Polietilenos Venelene®.