

Profundización de las actividades de intercomparación de la cadena arrocerá

G. Tresso
D. Córdova
N. Martínez
G. Suburú

Departamento de Cereales,
Oleaginosos y Productos Derivados
LATU

S. Fajardo
E. Ferreira
V. Gelabert

Departamento de Metrología Química
LATU

EN ESTA PUBLICACIÓN ENCONTRARÁN INFORMACIÓN ÚTIL ACERCA DE LOS ENSAYOS DE APTITUD/INTERLABORATORIOS, CON ALCANCE A TODA LA CADENA ARROCERA NACIONAL, QUE PROVEE EL LABORATORIO TECNOLÓGICO DEL URUGUAY (LATU). UNA FORMA DE MINIMIZAR LOS RIESGOS INHERENTES A DECISIONES OPERATIVAS O COMERCIALES ES CONOCER EL DESEMPEÑO DE NUESTRO LABORATORIO RESPECTO DE LOS DIFERENTES ACTORES DE LA CADENA.

A continuación se describen algunos de los objetivos que tiene la participación en los Ensayos de Aptitud:

- Determinar la veracidad de los resultados analíticos
- Evaluar la competencia técnica de los laboratorios y de sus analistas
- Unificar los criterios de análisis
- Uniformizar la forma de trabajo
- Generar datos útiles para realizar análisis de brechas
- Contar con información más confiable y de mayor calidad al momento de la toma de decisiones

INTRODUCCIÓN

En nuestro país la actividad comercial de recibo en los molinos arroceros, en la cual se liquida la mercadería a los productores, se realiza bajo el Decreto N° 321/988 del Ministerio de Ganadería, Agricultura y Pesca (MGAP, Uruguay, 1988), en el cual se establecen los métodos de análisis.

No obstante, a pesar de tener los métodos analíticos acordados, se requiere estandarizar las condiciones de los laboratorios para obtener resultados reproducibles y comparables (exactitud entre los diferentes actores de la cadena arrocerá). Es así como en 2008 surge el proyecto “Unificación de criterios analíticos de arroz”, liderado por la profesora de Química Gabriela Dotta. Estas actividades se mantienen hasta la fecha a cargo de los departamentos de Cereales, Oleaginosos y Productos Derivados y de Metrología Química del LATU. En el marco de dicho proyecto se empiezan a organizar rondas de interlaboratorios.

En el año 2010, cuando se publica la primera versión de la norma ISO/IEC 17043 que establece los requisitos para un proveedor de Ensayos de Aptitud, el Departamento de Metrología Química comienza a trabajar en base a la misma.

En el marco de dicho proyecto se generan rondas de Ensayos de Aptitud/Interlaboratorios de Arroz como una herramienta para:

- Evaluar la veracidad del método
- Aumentar la confiabilidad de los resultados

- Evaluar el desempeño de los laboratorios
- Proporcionar herramientas a los laboratorios
- Reconocimiento a nivel nacional e internacional
- Solicitud de la acreditación bajo la Norma ISO/IEC 17025 (International Organization for Standardization, 2017)

En la actualidad, el Departamento de Metrología Química del LATU se encuentra acreditado como Proveedor de Ensayos de Aptitud de Arroz según la Norma ISO/IEC 17043 (International Organization for Standardization, 2010) por el Organismo Uruguayo de Acreditación (OUA), Referencia de acreditación PEA. N° 002. Destacándose en el mundo como único ensayo de aptitud de este tipo acreditado.

Se llevan a cabo tres rondas anuales donde participan más de veinte laboratorios pertenecientes a las industrias arroceras de Uruguay, ACA (Asociación Cultivadores de Arroz) e instituciones como INIA (Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias), INASE (Instituto Nacional de Semillas) y el LATU.

ANÁLISIS DE BRECHAS

Para realizar el análisis de brechas entre los laboratorios de la cadena surgen las reuniones de retroalimentación de las rondas que tienen como objetivos:

- Discusión de los resultados de la ronda
- Unificación de los criterios analíticos
- Transferencia del conocimiento
- Uniformización de la forma de trabajo

En estas reuniones el LATU contribuye con los conocimientos técnicos y la experiencia requerida para la evaluación e interpretación de los resultados de Ensayos de Aptitud y los participantes con la experiencia y conocimiento específicos de las operaciones que hacen a la calidad del arroz.



◀ **Figura 1**
Reunión de retroalimentación de arroz.
Foto tomada en el
LATU en 2018.

¿Cuáles son los pasos que se siguen para ofrecer una ronda de Ensayo de Aptitud/Intercomparación confiable?

Los requisitos para un proveedor de interlaboratorios confiable se encuentran internacionalmente acordados y descritos en la Norma ISO/IEC 17043 (International Organization for Standardization, 2010), lo que asegura una evaluación de los participantes consistente entre los interlaboratorios a nivel mundial. En la figura 2 pueden observarse los más destacados:

1) Planificación: matriz y parámetros a intercomparar

La primera etapa es acordar entre los participantes las matrices y parámetros que se van a intercomparar. En la actualidad se acordó realizar tres rondas anuales en las siguientes fechas:

Febrero-marzo:

Arroz paddy húmedo, análisis de recibo.

Junio-julio:

Arroz parboiled - Arroz paddy seco, análisis de proceso.

Noviembre-diciembre:

Arroz blanco - Arroz paddy seco, análisis de proceso.

2) Adquisición y envío de las muestras

Las muestras de arroz utilizadas en los Ensayos de Aptitud pertenecen a un lote de producción y son preparadas por el Departamento de Cereales, Oleaginosos y Productos Derivados, utilizando los procedimientos adecuados para la obtención de un lote de N unidades de muestras homogéneas entre sí.

2.1 | Evaluación previa al envío del lote: homogeneidad

El estudio de homogeneidad es necesario antes de la distribución de un lote de muestras del Ensayo de Aptitud, para demostrar que las unidades de ese lote son suficientemente homogéneas entre sí.

Tiene como objetivo determinar si la variación en la composición entre las muestras distribuidas es suficientemente pequeña para los objetivos del Ensayo de Aptitud y se realiza siguiendo los criterios estadísticos establecidos en la Norma ISO 13528 (International Organization for Standardization, 2015).

2.2 | Evaluación posterior a la liberación del lote: estabilidad

El estudio de estabilidad es realizado para asegurar que la composición de las muestras utilizadas para el Ensayo de Aptitud permanezca constante durante el período establecido para que los participantes realicen las determinaciones.

Al igual que para el estudio de homogeneidad, se realiza siguiendo los criterios estadísticos establecidos en la Norma ISO 13528 (International Organization for Standardization, 2015).

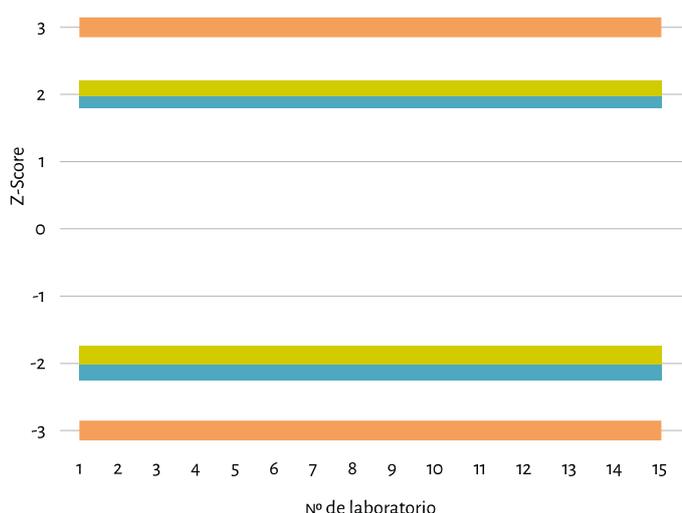
2.3 | Análisis de resultados

Como se mencionó anteriormente, el departamento de Metrología Química realiza el análisis estadístico de homogeneidad y estabilidad del lote de las muestras enviadas a los participantes; así como la evaluación de la adecuación al

Figura 2 ▶ Esquema de parámetros a convenir o controlar para obtener una ronda de Ensayo de Aptitud confiable.



◀ Gráfico 1
Modelo Gráfico
Z-Score



- **Entre 2 y -2:** implica que el valor del laboratorio es estadísticamente comparable con el valor asignado (por consenso o referencia) teniendo en cuenta los supuestos realizados en la evaluación.
- **Entre 2 y 3, y -2 y -3:** significa un estado de alerta sobre el valor obtenido. Amerita un estudio de los resultados en el caso que esta situación se repita.
- **Igual o superior a 3 e igual o superior a -3:** implica que el error en la medición es significativo y hay que estudiar las posibles fuentes de error para corregirlo.

uso de los métodos analíticos utilizados para dichos estudios.

3) Evaluación del desempeño de los laboratorios

La evaluación del desempeño de los laboratorios participantes se realiza a través del “z-score” o “z’-score”.

$$z\text{-score} = E/s \text{ o } z'\text{-score} = E/s$$

E = error

- Si el valor asignado es obtenido por consenso (z-score), E= valor informado por el laboratorio - valor asignado por consenso donde el valor asignado por consenso es igual a la media robusta de los laboratorios calculada mediante el Algoritmo A.
- Si el valor de referencia es asignado por el laboratorio acreditado (LATU) (z’-score), E= valor informado por el laboratorio - valor asignado por LATU. Cuando el valor de referencia del Ensayo de Aptitud es la media robusta que se obtiene del Algoritmo A, se utilizan todos los resultados de los participantes. El Algoritmo A es un método estadístico robusto que elimina los outliers.

Para los parámetros de humedad y granos quebrados, el Departamento de Cereales, Oleaginosos y Productos Derivados del LATU brinda el valor de referencia en el Ensayo de Aptitud.

s = desviación estándar

El desvío estándar del Ensayo de Aptitud se calcula utilizando el Algoritmo A, a partir de los resultados

informados por los participantes. En el caso que haya un incumplimiento de los criterios de homogeneidad, estabilidad o adecuación al uso de los métodos analíticos utilizados para dichos estudios, se agrega una componente adicional de forma de realizar una justa evaluación de la participación del laboratorio.

3.1 | Interpretación de resultados

En el gráfico 1 se representan los límites del Z-Score, para la interpretación de resultados:

Entre 2 y -2: implica que el valor del laboratorio es estadísticamente comparable con el valor asignado (por consenso o referencia) teniendo en cuenta los supuestos realizados en la evaluación.

Entre 2 y 3, y -2 y -3: significa un estado de alerta sobre el valor obtenido. Amerita un estudio de los resultados en el caso que esta situación se repita.

Igual o superior a 3 e igual o superior a -3: implica que el error en la medición es significativo y hay que estudiar las posibles fuentes de error para corregirlo.

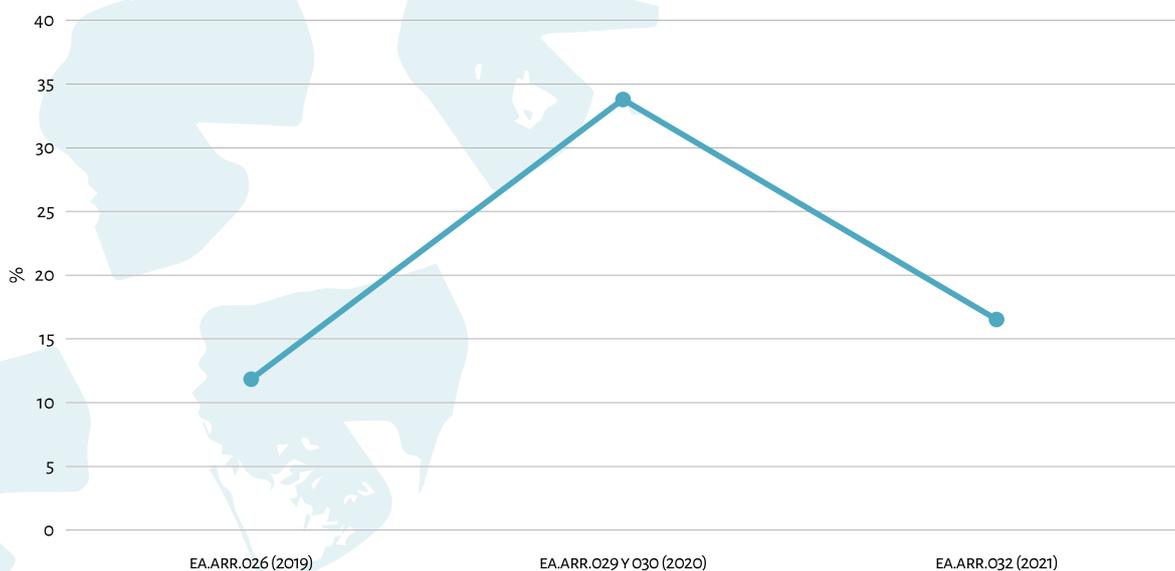
En los siguientes gráficos se muestra la evolución de los Ensayos de Aptitud de humedad en paddy y basura, que son parámetros utilizados en las operaciones de recibo.

INVESTIGACIÓN

Gráfico 2 ▶
Desvío robusto relativo de Humedad en Arroz Paddy.



Gráfico 3 ▶
Desvío robusto relativo de las rondas de Ensayo de Aptitud de basura.



En los últimos años se incluye dentro del Ensayo de Aptitud el parámetro de basura en arroz paddy. Aún queda un camino por recorrer para mejorar la dispersión obtenida entre los resultados de los participantes. También se debe destacar que se trabaja con muestras reales.

REFERENCIAS

International Organization for Standardization, 2010. ISO/IEC 17043: Conformity assessment - General requirements for proficiency testing. Ginebra: ISO.

International Organization for Standardization, 2015. ISO/IEC 13528: Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison. Ginebra: ISO.

International Organization for Standardization, 2017. ISO/IEC 17025: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Ginebra: ISO.

Uruguay. Decreto N° 321/988, de 13 de abril de 1988. Diario Oficial, 01 de julio de 1988, p. 368.