Consultoría
Asesoría
Auditoría
Formación

Aseguramiento de la validez de los resultados

Bioq. Roberto Núñez

+595 981 862345
www.wecconsultores.com.py
asistencia@wecconsultores.com.py

Aseguramiento de la validez interna

- El nivel de Control de Calidad adoptado debe ser suficiente para garantizar la validez de los resultados.
    - Muestras de Rutina: 5% (1 cada 20 muestras)
    - Métodos robustos: < 5%
    - Métodos complejos: 20 a 50%
    - Métodos con poca frecuencia: 100%



Aseguramiento de la validez interna

- Herramientas disponibles.
  - Material de Referencia Certificado
  - Material de Referencia
  - Estándar
  - Muestra Blanco
  - Muestra de Ensayo

- Idealmente muestras típicas suficientemente estables y homogéneas
- Disponibles en cantidad suficiente para permitir un análisis repetido a lo largo del tiempo



Material de referencia certificado

- Materiales provistos por un proveedor competente (ISO 17034)
- Características similares a la muestra de análisis
- Permite evaluar el sesgo del método
- Permite evaluar la reproducibilidad de resultados, tras varios análisis
- Buena homogeneidad, no siempre muy deseable
- No siempre está disponible para la matriz necesaria o para el rango de concentración del método



Material de referencia

- Material con caracterización realizada por el laboratorio o un proveedor sin competencia demostrable
- Misma características o altamente similares a la muestra de análisis
- Permite evaluar el sesgo del método, con limitaciones
- Permite evaluar la reproducibilidad de resultados, tras varios análisis
- Homogeneidad limitada, similar a la muestra de análisis
- Casi siempre está disponible para la matriz necesaria y para el rango de concentración del método



Estándar

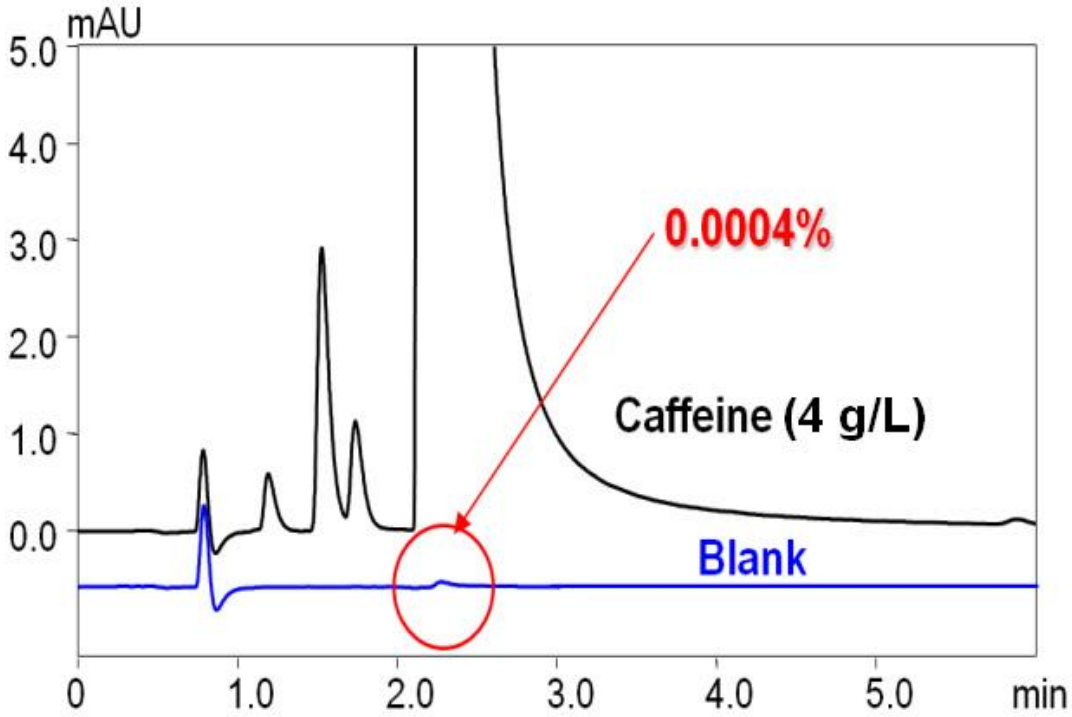
- Materiales provistos por un proveedor competente (ISO 17034)
- Características diferentes a la muestra de análisis, generalmente soluciones
- No se evalúa el efecto de matriz
- De acuerdo al proceso puede no evaluarse la preparación de muestra.
- Permite evaluar el sesgo del método, aunque limitada
- Permite evaluar la reproducibilidad de resultados, tras varios análisis, aunque limitada
- Buena homogeneidad, no siempre muy deseable



Muestra Blanco

- Permite corrección del resultado que elimina aportes no debidas al analito
- Permite el seguimiento del limite de detección
- Detecta contaminantes en el proceso de análisis

  - Blanco de reactivos
  - Blanco de muestras, Matriz



Muestra de Ensayo

- Análisis por duplicado
- Reanálisis de muestras archivadas
- Permite evaluar errores aleatorios
- La magnitud del error depende del nivel del analito en procesos de cuantificación



Criterios de aceptación

- **Basados en**
- Criterios definidos por el método de análisis de referencia
- Criterios definidos en guías de aseguramiento de calidad
- Cálculos estadísticos sobre una serie de mediciones realizadas en condiciones del laboratorio
  - Promedio
  - Desvío estándar
    - Limite de control: X ± 3s
    - Limite de advertencia: X ± 2s

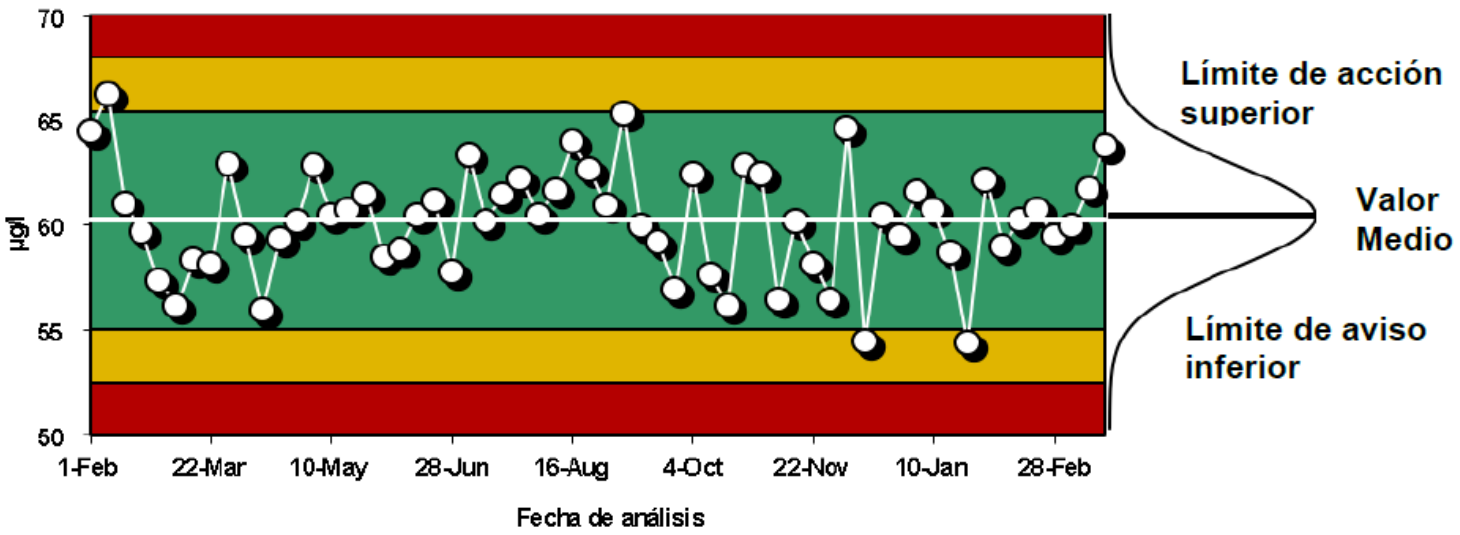
$$R_{lim} = 2^{1-0,5logC}$$

% de ingrediente activo	% de recuperación
> 10	98 a 102
1 – 10	97 a 103
<1	95 a 105

Gráficos de control

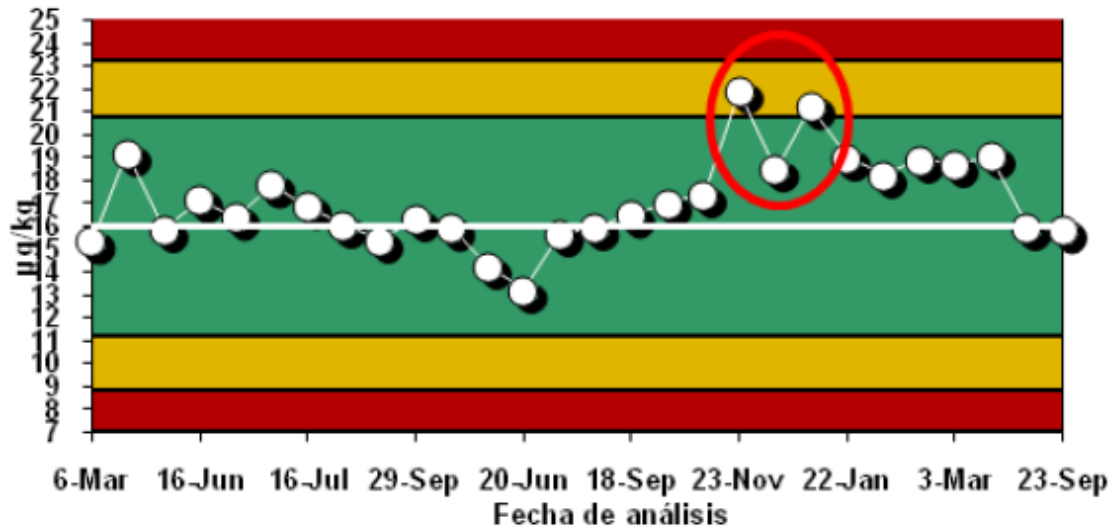
- Representación gráfica que muestra los resultados de mediciones repetidos en un orden cronológico
- Incluyen líneas que indican el valor promedio, límites de control superior e inferior, y otras referencias estadísticas.

- **Permite**
- Evaluar la estabilidad del proceso analítico
- Detectar cambios sistemáticos (deriva) o puntuales (errores)
- Tomar decisiones sobre la necesidad de acciones correctivas o preventivas



Gráficos de control de medias

- **Basados en**
- La distribución de los valores de control alrededor de un valor verdadero o esperado.
- En los resultados individuales o en una media de varios análisis.
- Se puede utilizar para controlar la combinación de errores sistemáticos y aleatorios para los valores de control.



Valor certificado= 16,0 µg/Kg
$s_{objetivo}$= 0,15·16=2,4 µg/Kg

LC: 16,0µg/Kg

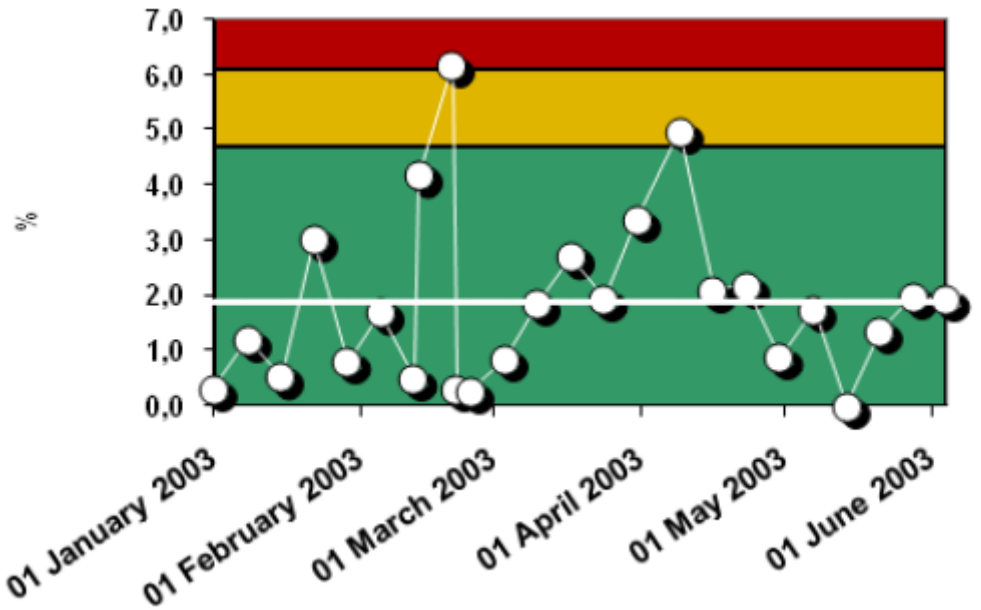
LAV: 16±2·2,4 = 16±4,8µg/Kg
(11,2µg/Kg y 20,8µg/Kg)

LAC: 16±3·2,4 = 16±7,2µg/Kg
(8,8µg/Kg y 23,2µg/Kg)

Gráficos de control de rangos

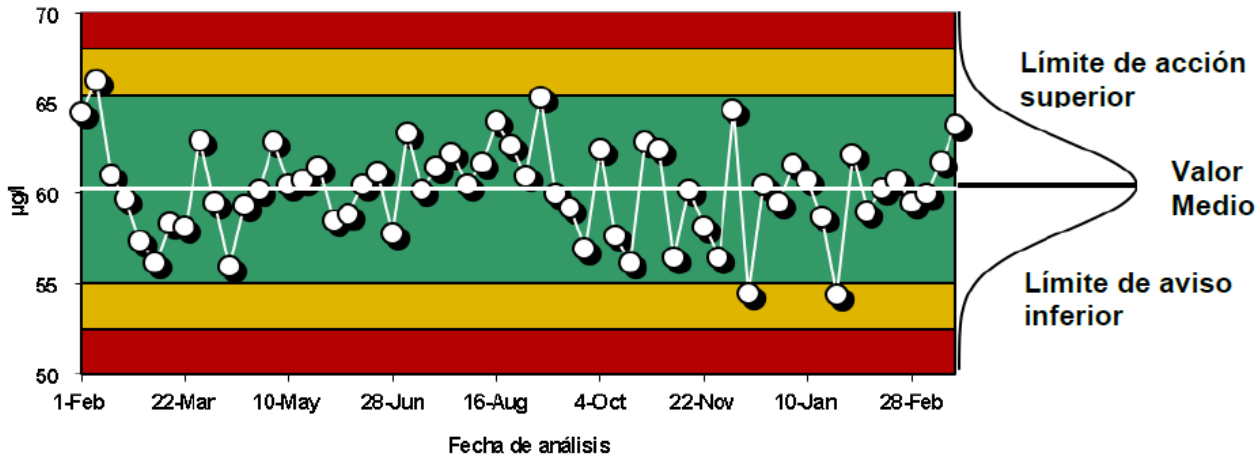
- **Basados en**
- La distribución de los valores de control alrededor del valor 0.
- En los resultados de diferencias porcentuales de varios análisis.
- Se puede utilizar para controlar la combinación de errores aleatorios para cada análisis.

$$R_N = \frac{|X_1 - X_2|}{\bar{X}}.100$$



Interpretación de los gráficos de control

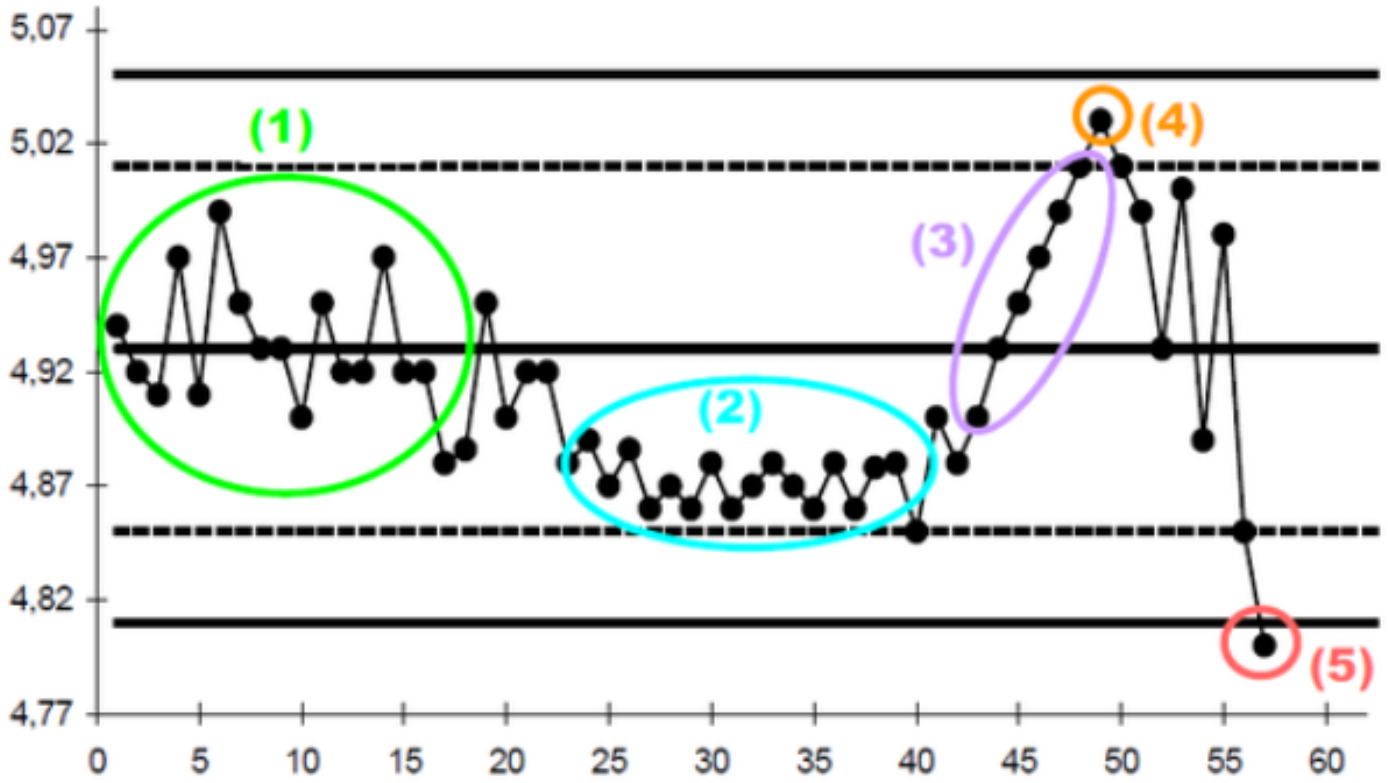
- Para cada serie analítica se dispone normalmente de un valor de control para cada gráfico.
- En el trabajo diario, es esencial
  - Estar atento a si un valor de control se sitúa fuera de los límites de control
  - Si durante un periodo de tiempo se observa un comportamiento sistemático (tendencias) en los valores de control.



Interpretación de los gráficos de control

- **Hay cinco casos posibles**

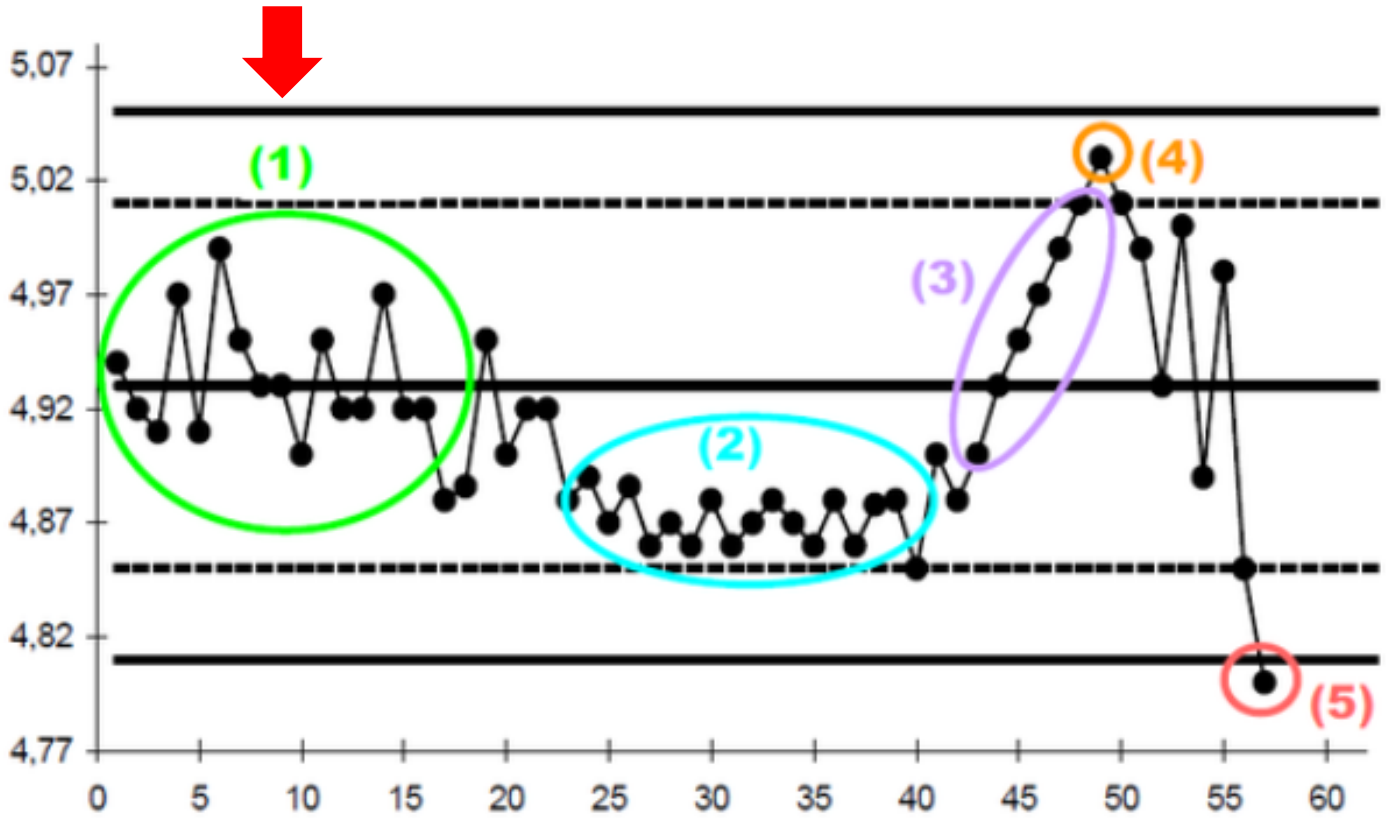
1. Oscilación aleatoria de resultados
2. Una tendencia superior o inferior.
3. Una tendencia creciente o decreciente
4. Un punto entre los límites de los límites de control y advertencia
5. Un punto fuera de los límites de los límites de control



Interpretación de los gráficos de control

1. Oscilación aleatoria de resultados

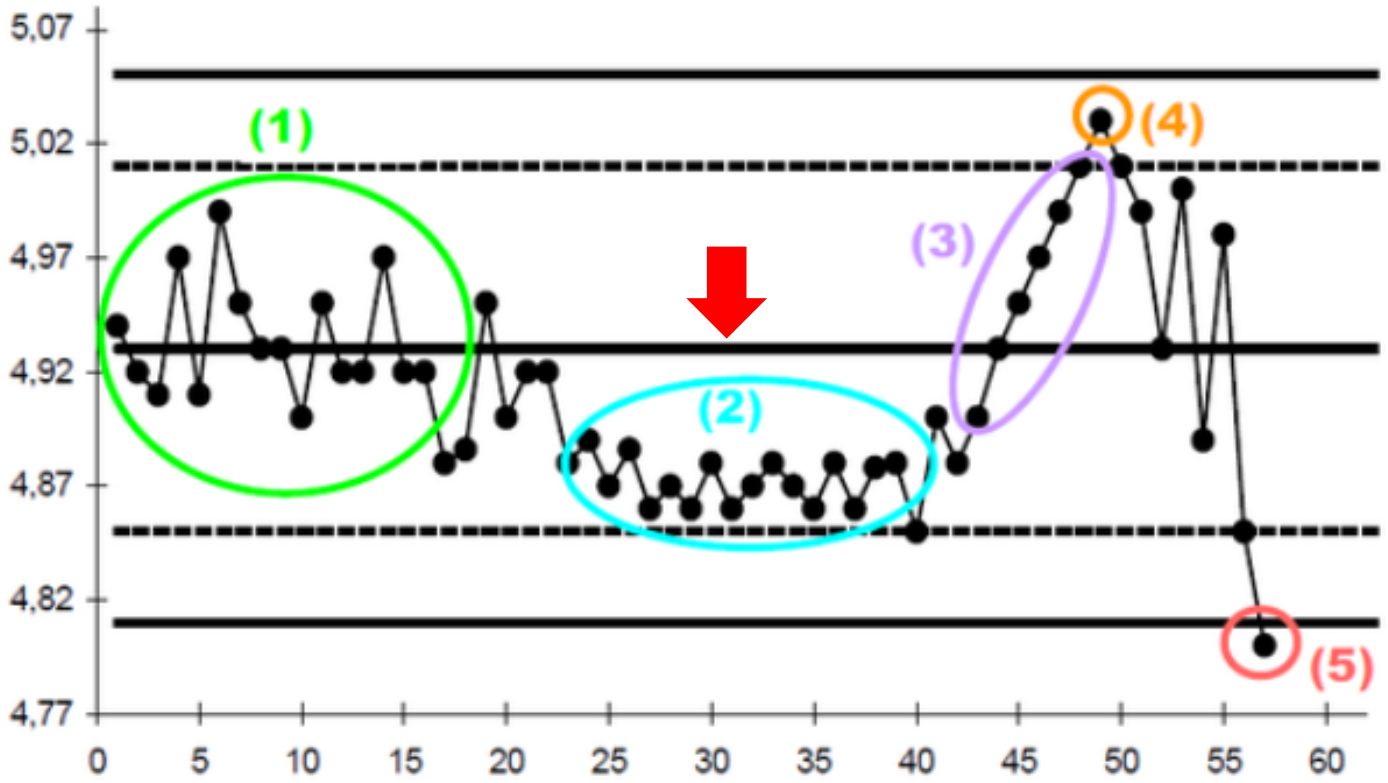
- La curva de los resultados varía de forma aleatoria a cada lado del valor objetivo entre los límites de control.
- Método analítico está bajo control.
- Resultados fiables



Interpretación de los gráficos de control

2. Una tendencia superior o inferior

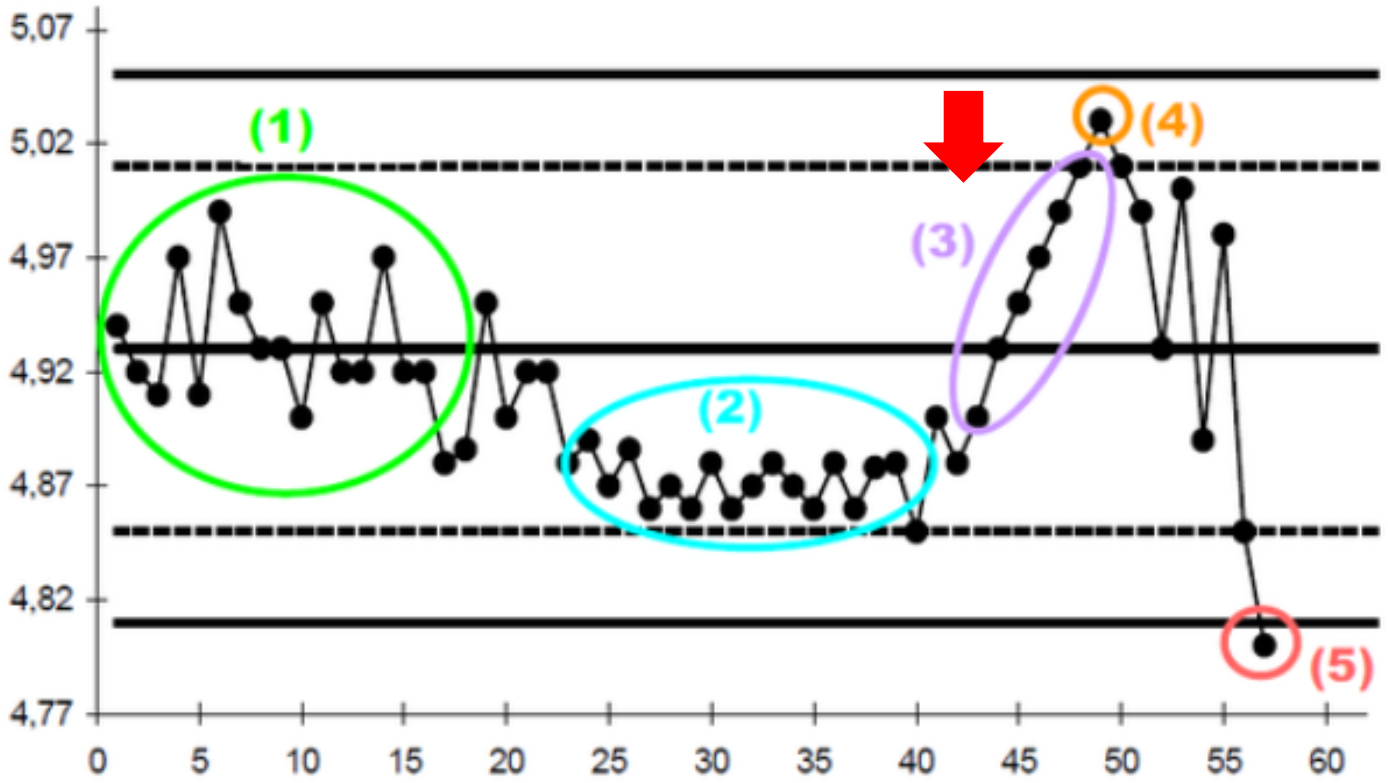
- Varios puntos consecutivos por encima o por debajo de la media.
- Hay un problema de la exactitud de su método de análisis



Interpretación de los gráficos de control

3. Una tendencia creciente o decreciente

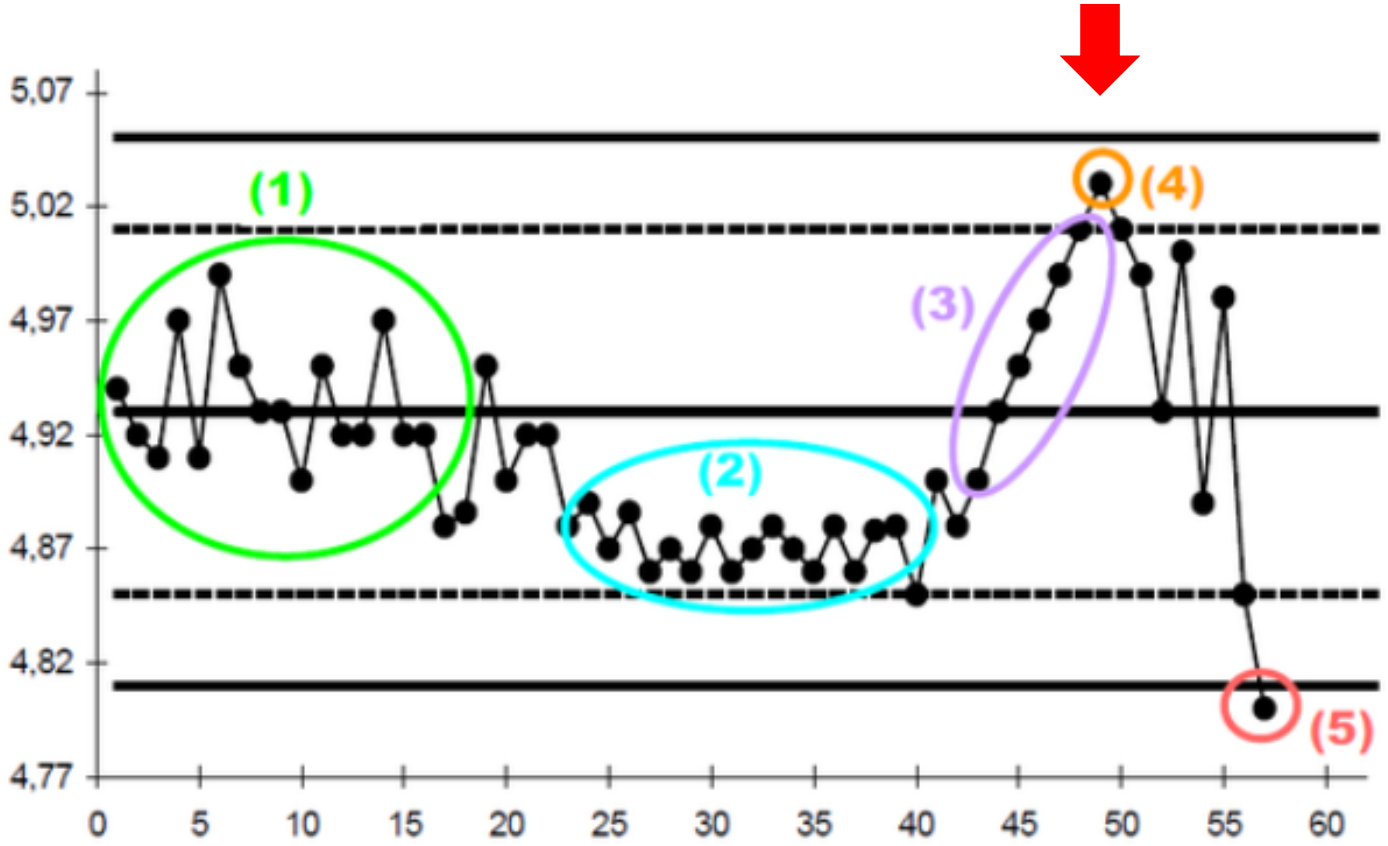
- Los puntos consecutivos aumentando o disminuyendo de manera constante.
- Hay una degradación de la precisión y / o la exactitud de su método de análisis.



Interpretación de los gráficos de control

4. Un punto entre los límites de los límites de control y advertencia

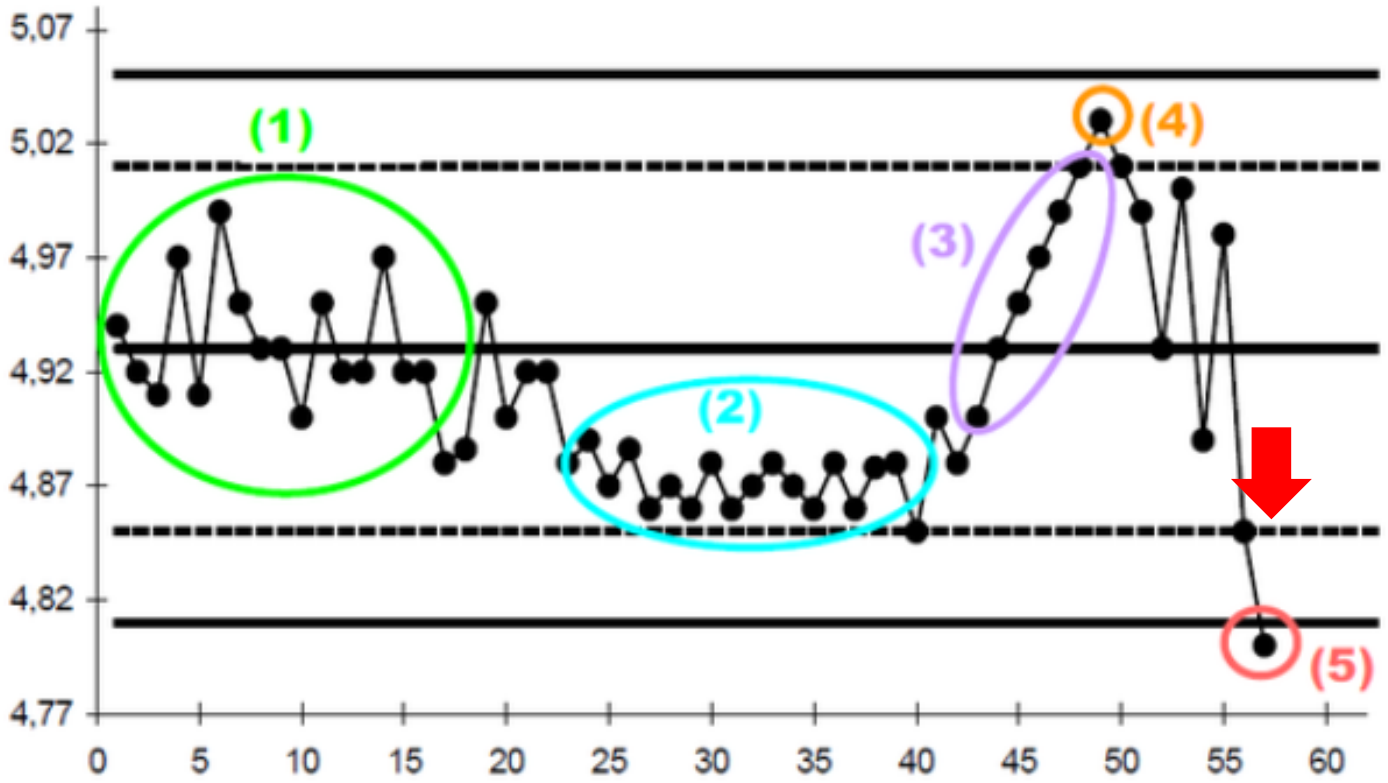
- Se debe tener precaución en el siguiente punto de control.



Interpretación de los gráficos de control

5. Un punto fuera de los límites de los límites de control

- Confirmar este resultado y si es necesario aplicar las medidas correctoras adecuadas.
- Significa que hay un problema.



MUCHAS GRACIAS POR SU ATENCIÓN

+595 981 862345

www.wecconsultores.com.py

asistencia@wecconsultores.com.py



worldwide excellence consulting