



# Évaluación de la estabilidad de las muestras, para Programas de Ensayos de Aptitud (PEA)

V. Galacho, G. Rodríguez, F. Castro INTI Lácteos - PTM vgalacho@inti.gob.ar

# 1. Objetivo del Proyecto

En este trabajo se describe el procedimiento empleado para comprobar la estabilidad de las muestras de leche en polvo destinadas a los ensayos físico-químicos y enviadas a los participantes de los PEA organizados por el INTI-Lácteos-PTM, cuya evaluación de desempeño se realiza por z-score. Para la elaboración de dicho procedimiento se siguen los lineamientos de las normas ISO 17043: 2010 e ISO 13528: 2005..

## 2. Descripción del Proyecto y Resultados

#### Elección del parámetro crítico

Después de un estudio experimental con el que se controló la variabilidad de los parámetros físico-químicos involucrados en el PEA se estableció que el parámetro crítico es la humedad.

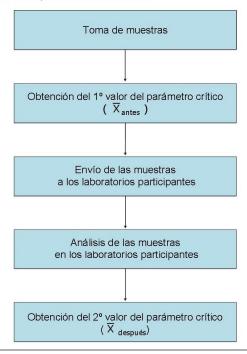
#### Toma de muestra

Para realizar la prueba de estabilidad se toman dos grupos de muestras de manera aleatoria, siendo el número de muestras de cada grupo igual o mayor a 3.

El primer grupo de muestras se destina a obtener un valor del parámetro crítico anterior a enviar las muestras a los participantes. El segundo grupo de muestras se utiliza para obtener el valor del parámetro crítico posterior al tiempo dado a los participantes para realizar el ensayo.

Las muestras para la prueba de estabilidad son tomadas de la totalidad de muestras ya en envasadas en la forma que van a ser enviadas a los participantes.

En el siguiente diagrama se observan el momento clave de la toma de la muestra y análisis de resultados:



#### Obtención de resultados

Se analizan al azar 2 porciones de cada muestra seleccionada y se obtienen los resultados de cada una de las determinaciones realizadas bajo condiciones de repetibilidad. Luego se sigue el esquema de cálculo descripto a continuación:

Muestra №	Contenido de analito		Media dentro de cada muestra	
	Porción 1	Porción 2	Cálculo	$\overline{X}_{0j}$
1	X <sub>11</sub>	X <sub>12</sub>	(X <sub>11</sub> +X <sub>12</sub> )/2	$\overline{X}_{01}$
2	X <sub>21</sub>	X 22	(X <sub>21</sub> +X <sub>22</sub> )/ 2	₹ <sub>02</sub>
3	X <sub>31</sub>	X <sub>32</sub>	(X <sub>31</sub> +X <sub>32</sub> )/2	₹ <sub>03</sub>
Media general				X 00

Se obtiene una media general para las muestras analizadas antes del envío a los participantes ( $\overline{X}$  <sub>antes</sub>) y otra para las muestras analizadas pasado el tiempo límite de análisis en los laboratorios participantes ( $\overline{X}$  <sub>después</sub>).

Las muestras se consideran estables si

$$| \overline{X}_{antes} - \overline{X}_{después} | \le \sigma_R$$

 $\sigma_{\rm R}$ : desvío estándar de reproducibilidad del ensayo, para el parámetro elegido como crítico

#### Nota

Según ISO 13528:2005 la diferencia  $\mid \overline{X} \mid_{antes} - \overline{X} \mid_{después}$  debe ser  $\leq \sigma_R \times 0.3$ . Sin embargo, no resulta factible, considerando las figuras de precisión del método empleado para la determinación del contenido de humedad por desecación y gravimetría.



Muestras pertenecientes al PEA Control Periódico de Laboratorios Lácteos que realizan determinaciones en matriz Leche en Polvo (CPLLP), seleccionadas para la prueba de estabilidad

### 3. Logros y resultados del Proyecto

Se verificó que la metodología previamente detallada resulta adecuada para la comprobación de la estabilidad de las muestras, destinadas a los ensayos físico químicos en leche en polvo, enviadas a los PEA que organiza INTI-Lácteos-PTM. La misma se encuentra sustentada en un Sistema de Gestión de la Calidad acreditado bajo la Norma ISO 17043: 2010.