



25 años de operación del Programa de Rondas Interlaboratorios de Análisis de Alimentos (PRIDAA): Aportes a la evaluación del desempeño de laboratorios de análisis químico de alimentos de Latinoamérica*

25 years of operation of the Program of Interlaboratory Rounds for Food Analysis (PRIDAA): Contributions to the evaluation of the performance of chemical food analysis laboratories in Latin America

Mónica Lois-Martínez¹, Rebeca López-Calvo¹, Ileana Morales-Herrera¹

* El trabajo fue parte del proyecto ED-285 Programa de Apoyo Tecnológico a la Industria (PATI) inscrito en la Vicerrectoría de Acción Social de la Universidad de Costa Rica.

¹ Universidad de Costa Rica, Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos (CITA), 11501-2060 San Pedro, San José. Costa Rica. monica.lois@ucr.ac.cr (autora para correspondencia, <https://orcid.org/0009-0005-5683-149X>), rebeca.lopez@ucr.ac.cr (<https://orcid.org/0000-0002-0482-2912>), ileana.morales@ucr.ac.cr (<https://orcid.org/0009-0008-0758-0593>).

Resumen

El Programa de Rondas Interlaboratorios de Análisis de Alimentos (PRIDAA) fue diseñado y desarrollado entre los años 1998 y 2023 por el Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos - CITA, de la Universidad de Costa Rica, para ofrecer un programa accesible de ensayos de aptitud en química de alimentos a laboratorios de Latinoamérica. El programa operó en forma regular durante ese tiempo, con entre cuatro y cinco rondas por año correspondientes a cinco grupos de alimentos: cereales y derivados, frutas y derivados, lácteos, productos cármicos o de pescado y café tostado, para evaluar los análisis de componentes nutricionales o parámetros de calidad. El diseño tomó como referencia la Guía ISO/IEC 43:1 y el “International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories” elaborado por IUPAC/ISO/AOAC, y adoptó luego la norma INTE/ISO/IEC 17043:2013, que fue la referencia para la acreditación del programa con el Ente Costarricense de Acreditación, obtenida en el año 2020. Durante los veinticinco años de operación se completaron 108 rondas donde participaron 91 laboratorios de dieciséis países de Latinoamérica. El perfil de participantes fue 54 % laboratorios institucionales, 24 % laboratorios privados de servicio y 22 % laboratorios de control de calidad de industrias de alimentos. Los países con mayor participación fueron Costa Rica, Guatemala y Ecuador, aportando el 56 % de los laboratorios. Los resultados obtenidos en estos años fueron principalmente retroalimentación para los participantes, para la mejora de su desempeño, pero también permitieron identificar los análisis en los que los laboratorios tienen mejor desempeño general y los ensayos más complejos para lograr resultados satisfactorios. El proceso de preparación para la acreditación llevó a mejoras en las metodologías de cálculo empleadas, lo que permitió realizar los cálculos estadísticos y la toma de decisiones con mayor facilidad, y asegurar resultados confiables para los laboratorios participantes.

Palabras clave: ensayos de aptitud, desempeño analítico, componentes nutricionales, análisis proximal, PRIDAA.



Abstract

The Food Analysis Interlaboratory Rounds Program (PRIDAA) was designed and developed between 1998 and 2023 by the National Center for Food Science and Technology (CITA) at the University of Costa Rica to provide an accessible proficiency testing program in food chemistry for Latin American laboratories. The program operated regularly during this period, with four to five rounds per year covering five food groups: cereals and derivatives, fruits and derivatives, dairy, meat or fish products, and roasted coffee, aimed at evaluating analyses of nutritional components or quality parameters. The program's design was based on ISO/IEC Guide 43:1 and the "International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories" developed by IUPAC/ISO/AOAC, later adopting INTE/ISO/IEC 17043:2013 as the reference standard for program accreditation by the Costa Rican Accreditation Entity, obtained in 2020. Over its 25 years of operation, PRIDAA completed 108 rounds with the participation of 91 laboratories across 16 Latin American countries. The participant profile consisted of 54 % institutional laboratories, 24 % private service laboratories, and 22 % quality control laboratories from food industries. The countries with the highest participation were Costa Rica, Guatemala, and Ecuador, accounting for 56 % of the laboratories involved. The results obtained over these years primarily provided feedback to participants for performance improvement, but they also allowed identification of the analyses in which laboratories demonstrated stronger overall performance and the more complex tests to achieve satisfactory results. The preparation process for accreditation led to enhancements in the calculation methodologies used, facilitating statistical analysis and decision-making, and ensuring reliable results for participating laboratories.

Keywords: proficiency testing, analytical performance, nutritional components, proximate analysis, PRIDAA.

Introducción

El Programa de Rondas Interlaboratorios de Análisis de Alimentos (PRIDAA), se diseñó con el objetivo de ofrecer una alternativa de ensayos de aptitud en química de alimentos a laboratorios de Latinoamérica buscando facilitar el acceso a esta herramienta, imprescindible para el aseguramiento de la calidad de los resultados analíticos. La idea surgió de la preocupación del Capítulo para Costa Rica del Sistema Latinoamericano de Composición de Alimentos (CR-LATINFOODS), por contar con datos de composición de alimentos válidos y confiables. El Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos (CITA), de la Universidad de Costa Rica, con cinco años de experiencia en la participación de ensayos de aptitud de este tipo, diseñó y desarrolló un programa regular entre 2018 y 2023.

En cada una de estas rondas, se analizaron componentes nutricionales o de calidad en alimentos de cinco grupos: cereales y derivados, frutas y derivados, lácteos, productos cárnicos o de pescado y café tostado. Se llegaron a completar 108 rondas en los 25 años en que operó, con la participación de 91 laboratorios de dieciséis países. En esta reseña histórica presentamos cuáles fueron los aportes del programa a los laboratorios de la región y la experiencia de implementación de un sistema de gestión de calidad acreditado, así como los beneficios que la acreditación aportó.

Descripción de PRIDAA

PRIDAA fue desarrollado por el CITA entre mayo de 1998 y agosto de 2023. El CITA, fiel a su aspiración de "Ser un centro de investigación de referencia en el ámbito de la ciencia y la tecnología de alimentos, que se anticipa

a las necesidades del sector agroalimentario y de la sociedad en general” (Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos [CITA], s.f.), decidió iniciar el desarrollo de un programa regular de evaluación del desempeño por comparaciones interlaboratorios, cuando aún no existían programas de este tipo en Latinoamérica. El objetivo fue ofrecer una herramienta accesible y confiable, para la mejora de los métodos analíticos y su ejecución en laboratorios de química de alimentos.

Entre los años 2007 y 2010, PRIDAA tuvo el apoyo de la Vicerrectoría de Investigación de la Universidad de Costa Rica a través de una Actividad de Investigación (735-A5-707) para diseñar el programa de acuerdo con los requerimientos técnicos de la Guía ISO/IEC 43:1 y el “International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories” elaborado por IUPAC/ISO/AOAC (Thompson et al., 2006). Estos documentos describen los elementos que debe considerar un programa de este tipo para obtener información confiable. En ese período se desarrolló toda la documentación técnica de operación de PRIDAA, a la vez que se ejecutaban en forma regular entre cuatro y cinco rondas anuales.

La participación en programas de ensayos de aptitud era un requisito para los laboratorios que buscaban y optaban por la acreditación de sus ensayos según la norma ISO/IEC 17025:2005, versión vigente en los años de desarrollo del programa. Para que PRIDAA fuera considerado como una alternativa más accesible y cercana a los laboratorios de Latinoamérica que los programas globales más utilizados (FAPAS Proficiency Testing del Reino Unido o el programa de AOAC International – Proficiency Testing Program, de USA), se debía contar con una acreditación reconocida internacionalmente. La acreditación además sería muy útil para mejorar los procedimientos y asegurar la calidad de la información que se brindaba a los laboratorios.

Entre los años 2011 y 2012 un nuevo proyecto de investigación (proyecto 735-B1-708) dio apoyo económico al Programa para adaptar el sistema de gestión de calidad a los requerimientos de la norma ISO/IEC 17043:2010 Evaluación de la Conformidad – Requisitos generales para los ensayos de aptitud y preparar al programa para optar por la acreditación con el Ente Costarricense de Acreditación – ECA. La acreditación fue obtenida en el año 2020 para el alcance indicado en la página web de ECA (Ente Costarricense de Acreditación [ECA], 2023). En el año 2013 PRIDAA pasó a ser parte del Programa de Apoyo Tecnológico a la Industria – PATI, apoyado por la Vicerrectoría de Acción Social, donde se mantuvo hasta su culminación en 2023.

El equipo de gestión de PRIDAA estuvo constituido por una Coordinadora o Gerente Técnica, que lideraba la planificación y ejecución del programa, un (a) asistente del programa, una asesora estadística y sub-gerente técnica. La gestora de calidad del CITA se integró al equipo en el momento que se desarrolló el sistema de gestión, que se integró al sistema de gestión de calidad de la institución. PRIDAA contó, desde su gestación, con el apoyo en análisis y asesoría técnica del Laboratorio de Química, así como el apoyo administrativo para la logística de envíos de muestras del proceso de apoyo del Centro.

En el año 2023, después de un análisis exhaustivo de costos y la sostenibilidad del programa, el CITA tomó la decisión de cerrarlo. Un incremento significativo del precio de los envíos fuera de Costa Rica, así como el costo de mantenimiento de la acreditación, hicieron que el programa dejara de ser competitivo al compararse con programas de alcance global como FAPAS. Para PRIDAA fue importante, en el momento del cierre, informar a los participantes de al menos una alternativa que supliera el servicio que se ofrecía, que tuviera una amplia oferta de materiales y ensayos, así como trayectoria y reconocimiento internacional.

Planificación y operación de PRIDAA

PRIDAA definía como “ronda interlaboratorios” a la distribución de un material de ensayo homogéneo y estable entre los laboratorios participantes, que debían analizar el material en algunos o todos los análisis indicados y devolver los resultados al organizador de la ronda en un plazo de dos meses. Estos resultados eran sometidos a un

análisis estadístico para determinar un parámetro de desempeño para cada laboratorio y análisis. Esta información se presentaba cinco semanas después en un Informe de la Ronda que incluía los resultados de cada participante, identificados con un código para asegurar la confidencialidad, un resumen de la metodología utilizada, parámetros utilizados en los cálculos y una correlación de los resultados de desempeño con los métodos analíticos empleados.

Planificación

Cada año se realizaba una planificación de tipos de muestras, ensayos a evaluar y cronograma de envíos, para entre cuatro y cinco rondas regulares. Este programa anual de rondas se difundía a bases de datos de PRIDAA y del CITA, y a través del sitio web, buscando la participación de laboratorios de Latinoamérica. Toda la información del programa se mantuvo en idioma español, de acuerdo con el mercado meta que se había propuesto. La divulgación incluía a los organismos de acreditación de los diferentes países de la región, que eran considerados una vía clave para dar a conocer este servicio entre laboratorios acreditados o en vías de acreditación.

Los tipos de alimentos a analizar se seleccionaban teniendo en cuenta la necesidad de que fueran alimentos homogéneos y estables a temperatura ambiente por al menos tres meses. Se buscaron matrices que cumplieran estas características por cada uno de los siguientes grupos de alimentos: cereales y derivados, lácteos, derivados de frutas y vegetales, producto cárnico y café tostado. El café tostado y molido fue el último tipo de alimento que se incorporó, en respuesta a la necesidad identificada en Costa Rica de asegurar la calidad de los análisis que permiten confirmar la clasificación del café, de acuerdo con parámetros químicos.

Los laboratorios se registraban para participar en la o las rondas de su interés, y podían entregar resultados para algunos o todos los análisis propuestos. La participación en PRIDAA tenía un costo por ronda que ayudaba a cubrir gastos de envío, preparación de muestras y acreditación. El CITA aportaba el financiamiento de los profesionales y asistentes involucrados, así como de los análisis químicos que el Laboratorio de Química realizaba para PRIDAA.

Preparación y envío de materiales

PRIDAA no elaboraba los alimentos a distribuir para análisis. La política fue siempre utilizar alimentos tal cual se producen y comercializan, que son los que llegan a los laboratorios para ser analizados, siempre que pudiera asegurarse homogeneidad y estabilidad. Los alimentos eran adquiridos en puntos de venta o aportados por empresas de producción que apoyaron al programa durante gran parte de su operación. En las primeras rondas con cada material se realizaron pruebas para validar que los mismos tenían suficiente homogeneidad entre unidades para asegurar que a cada laboratorio llegaran muestras iguales entre sí, y estables, de acuerdo con las necesidades del programa. Todas las pruebas de homogeneidad y estabilidad fueron realizadas en el Laboratorio de Química del CITA.

Los alimentos seleccionados para ser materiales de ensayo se clasificaban en dos grupos. El primer grupo era de alimentos secos, en polvo, que podían ser homogeneizados en la planta piloto del CITA sin que esto pudiera impactar en sus características y su estabilidad, por ejemplo, harinas, leche en polvo o café tostado y molido. El segundo grupo incluía alimentos húmedos, que habían tenido ya un tratamiento térmico y empaque tal que asegurara su estabilidad, inocuidad y calidad y que, por lo tanto, no eran abiertos sino distribuidos en unidades individuales a las que se comprobaba su homogeneidad, por ejemplo, leche evaporada, colados de frutas o salsas tipo ketchup.

Los materiales para ensayo, luego de adquiridos, se homogeneizaban y fraccionaban, si correspondía, o solo se identificaban, y se almacenaban en forma controlada, a temperatura ambiente, hasta su distribución. Antes del envío se realizaban pruebas de homogeneidad al 100 % de los materiales que consistían en analizar por duplicado diez unidades tomadas en forma aleatoria de las ya fraccionadas e identificadas. Asimismo, se iniciaba la prueba de estabilidad que implicaba el almacenamiento de tres unidades en condiciones aceleradas de cualquier posible

reacción de alteración o deterioro ($T=37\text{ }^{\circ}\text{C}$) y tres unidades que se mantenían como control a temperatura de refrigeración ($T=5\text{ }^{\circ}\text{C}$), por tres meses, para simular el tiempo previo al envío más el que los laboratorios tenían para entregar resultados.

La homogeneidad y estabilidad se confirmaban mediante análisis estadísticos diseñados para esas evaluaciones, tal como los descritos en el Protocolo Armonizado de IUPAC (Thompson et al., 2006) y/o en la Norma INTE/ISO 13528:2016 (Instituto de Normas Técnicas de Costa Rica [INTECO], 2016), esta última utilizada como referencia para los métodos estadísticos a partir de 2020. Si la homogeneidad era confirmada, las muestras eran aprobadas para envío. En caso de que dos o más analitos no resultaran homogéneos entre unidades, el material se consideraba no apto para la ronda, y no era enviado. La estabilidad se podía comprobar una vez recibidos los resultados, por lo que las decisiones en relación con la validez de los resultados se tomaban durante el análisis de datos de los participantes.

Las muestras se enviaban por mensajería subcontratada por PRIDAA a cada laboratorio, que debía hacerse cargo del desalmacenaje en su país. El envío incluía una carta de instrucciones, donde se indicaba todo lo que el laboratorio debía tener en cuenta para el análisis y el reporte de resultados. No se solicitaba el uso de un método de análisis específico ni un tratamiento especial de las muestras sino que las mismas fueran tratadas como una más en la rutina de trabajo. El programa informaba a los participantes del momento del envío y suministraba los formularios para el reporte de resultados en forma impresa y electrónica a través de email o a disposición en el sitio web del CITA.

Análisis de resultados e informes

Los laboratorios tenían dos meses a partir del día del envío para el análisis y la devolución de los resultados analíticos a la coordinación de PRIDAA, en un formato definido. Se solicitaba enviar el resultado de los análisis realizados tal cual los reportaban en su rutina de trabajo en relación con las cifras significativas, pero en las unidades indicadas por el programa. Era opcional el envío de los resultados de las réplicas de ensayo, en caso de que se realizaran. Se solicitaba, además, información clave de los métodos de ensayo utilizados, que era el método que el laboratorio decidía usar para ese tipo de alimento.

Los laboratorios se iban identificando con un número consecutivo en el orden en que se iban recibiendo los resultados. Ese número era la forma de identificar al laboratorio desde ese momento en adelante, de modo que en la comunicación de resultados se mantuviera la confidencialidad de los laboratorios particulares. Una vez recibidos todos los resultados, se comenzaba el análisis estadístico con una evaluación preliminar de datos que podían ser impericias, y que no eran considerados en el cálculo de los parámetros de la ronda.

El Programa calculaba un estadístico de desempeño de laboratorio, para cada analito. Los estadísticos de desempeño utilizados en PRIDAA eran los valores Z o Z' . Las fórmulas de cálculo de Z y Z' provienen del protocolo de IUPAC y la Norma INTE ISO/ IEC 17043:2010 (INTECO, 2010; Thompson et al., 2006).

$$Z = \frac{(x - X)}{\sigma_p} \quad Z' = \frac{(x - X)}{\sqrt{\sigma_p^2 + u(x)^2}}$$

donde:

x es el valor reportado por el laboratorio, para ese analito.

X es el valor asignado, obtenido como una estimación de la concentración “real” del analito.

σ_p es la desviación estándar para el ensayo de aptitud, basada en la “adecuación al propósito”.

$u(x)$ es la incertidumbre estimada para X , que incidía en la definición de usar Z o Z' según el cumplimiento de la desigualdad $u(X) < 0,3 * \sigma_p$.

Los valores asignados (X) para un material de ensayo utilizado en PRIDAA eran estimados a partir de los resultados obtenidos por los propios participantes, de consenso, que es una forma aceptable y muy utilizada en alimentos, luego de la eliminación de impericias que son datos muy diferentes a los demás y alejados de los valores típicos del analito en ese tipo de muestra (INTECO, 2016). El estadístico de localización empleado para cada estimación de X y su incertidumbre ($u(X)$) dependía del número de resultados (n), utilizándose la media robusta cuando $n \geq 12$, la mediana cuando $11 \leq n < 12$ o la media cuando $n < 5$. La incertidumbre se calculaba con la estimación de dispersión de los datos que correspondía al estadístico de localización utilizado.

Para definir el valor “meta” para la desviación estándar (desviación estándar para evaluación de desempeño σ_p), podía recurrirse a diferentes fuentes. La fuente más utilizada en PRIDAA, muy frecuente en programas similares en alimentos, fue el modelo definido en la ecuación de Horwitz (INTECO, 2016). Otras fuentes utilizadas fueron: la información publicada en revistas especializadas sobre estudios colaborativos donde se reportara el valor de la desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad entre laboratorios para un determinado tipo de producto, la experiencia de rondas previas de PRIDAA y la aplicación del criterio experto que considerara la variabilidad de los propios laboratorios.

Los procedimientos de cálculo del valor asignado, su incertidumbre y la desviación estándar del ensayo de aptitud estaban descritos en la documentación del programa. El Protocolo de Operación era el documento más general que describía el programa completo y estaba disponible para los laboratorios a través del sitio web del CITA y/o enviado al laboratorio en su primera participación. Los procedimientos e instructivos, más detallados, eran parte del sistema documental de PRIDAA y de uso interno.

Elaboración y envío de informes

La interpretación de los resultados de los valores Z o Z' se basaba en la consideración de que los resultados de los laboratorios tienen una distribución normal. Esto era confirmado con la prueba no paramétrica del gráfico de densidad de Kernel o la prueba paramétrica Shapiro-Wilk. La clasificación de los resultados se realizaba tomando como base el valor Z (o Z'), con el siguiente criterio:

$ Z \leq 2,0$	Desempeño satisfactorio
$2,0 < Z < 3,0$	Desempeño cuestionable
$ Z \geq 3,0$	Desempeño insatisfactorio

Los participantes recibían un informe con los resultados de la ronda que indicaba, entre otras cosas, los valores Z o Z' obtenidos por los laboratorios participantes, para cada analito. Además, incluía información sobre los métodos empleados por los diferentes laboratorios relacionada con el desempeño obtenido por ellos. También se presentaba un resumen del desempeño de los laboratorios para cada analito en forma de gráfico y comentarios en relación con el desempeño general en la Ronda. El informe presentaba los valores utilizados en el cálculo de Z o Z' tales como X (valor asignado) y σ_p (desviación estándar para evaluación de desempeño), así como la incertidumbre en la estimación de X .

Los informes de PRIDAA, que eran distribuidos a los participantes en forma electrónica protegida de alteraciones, podían ser utilizados por los laboratorios:

- Para identificar errores sistemáticos o aleatorios en la realización de sus ensayos.
- Para mostrar su desempeño a clientes u organismos de acreditación.
- Para evaluación de nuevos métodos, analistas, condiciones de laboratorio, etc.
- Como fuente de información sobre métodos utilizados por otros laboratorios y su desempeño, o de información como la reproducibilidad interlaboratorios aceptable.

Aportes de PRIDAA

Rondas y participación

Durante los veinticinco años de operación de PRIDAA se completaron 108 rondas, en los tipos de muestras indicados en la Figura 1. Los alimentos utilizados como muestra para los diferentes tipos de matriz fueron escogidos de forma de asegurar una fácil homogeneización entre y dentro de cada unidad de análisis y una estabilidad durante tres meses suficiente para que no hubiera variaciones significativas en los parámetros analizados, de acuerdo con el propósito de la prueba. Con ese criterio, se definieron y validaron los alimentos indicados en el Cuadro 1 para ser usados como muestras en las rondas regulares. Se presentan también los análisis evaluados para cada tipo de muestra.

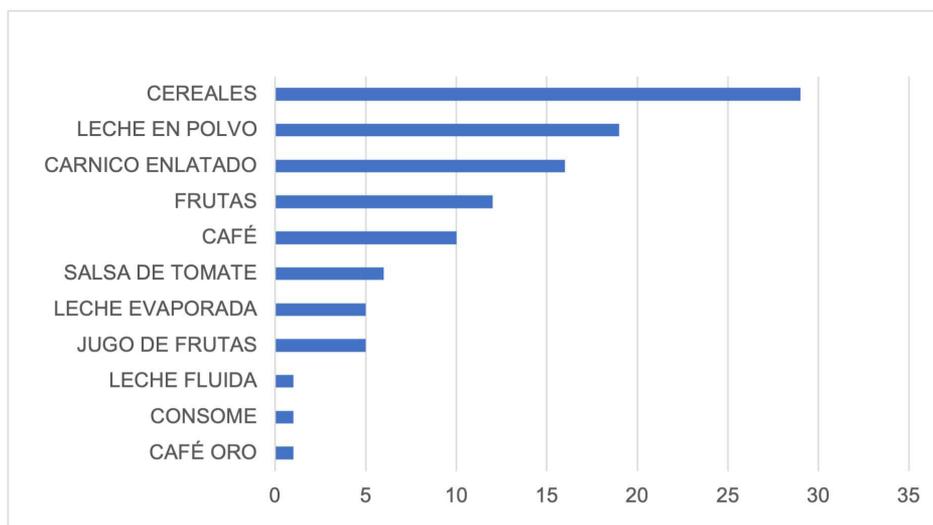


Figura 1. Número de rondas realizadas, por tipo de matriz.

Figure 1. Number of rounds performed, by matrix type.

Los análisis por evaluar en cada ronda fueron definidos en función del interés de los laboratorios y considerando que al determinarse el parámetro de desempeño de consenso entre los participantes, era importante conseguir un número de laboratorios mayor a doce. En muchos casos no fue posible lograr esa participación, pero adaptando la metodología de cálculo estadístico, fue posible calcular el parámetro $Z(Z')$ con confianza (INTECO, 2016). Hubo casos en los que el número de laboratorios reducido sumado a una alta variabilidad entre resultados, no pudo calcularse $Z(Z')$. Eso hizo que se decidiera no continuar con la evaluación de los análisis de fibra cruda, sodio y calcio en cereales y calcio en producto cárnico y paté de atún enlatado.

Para algunos alimentos con los que se realizó solo una ronda (leche fluida, consomé, café oro) se tomó la decisión de no continuar con rondas regulares de estos materiales, por diferentes razones. En leche fluida, hubo problemas de rotura y derrames en el envío, y se contaba con otras muestras como las de leche en polvo o condensada que eran representativas del grupo de alimentos. Los néctares o jugos de frutas también dejaron de utilizarse por problemas de roturas y derrames, por lo que se continuó solo con los colados de frutas.

El consomé se validó como un posible material para evaluación, con la intención de contar con un alimento con alto contenido en sodio. Esta iniciativa fue parte del proyecto “Scaling up and evaluating salt reduction

Cuadro 1. Alimentos usados como muestra para cada grupo de alimentos y análisis evaluados entre 1998 y 2023, preparados en Costa Rica.

Table 1. Food used as sample for each food group and analyses evaluated between 1998 and 2023, prepared in Costa Rica.

Grupo de alimentos	Alimento	Análisis evaluados
Derivados de frutas y vegetales	Salsa de tomate tipo ketchup Colados de frutas	Humedad, pH, °Brix, vitamina C, acidez, azúcares. Para salsa de tomate, además: viscosidad* y consistencia*.
Cereales y derivados	Harina de maíz Harina de trigo Harina de trigo integral Avena*	Humedad, grasa, nitrógeno, cenizas, fibra dietética, fibra cruda*, calcio*, hierro y sodio.
Productos cárnicos	Paté de atún Carne enlatada	Humedad, grasa, nitrógeno, cenizas, sodio, hierro, perfil de ácidos grasos.
Productos lácteos	Leche en polvo Leche condensada	Humedad, grasa, nitrógeno, cenizas, lactosa y calcio.
Café tostado y molido	Café puro Café con azúcar añadido	Humedad, cenizas, cafeína y azúcares (solo en café con azúcar)

* Los análisis indicados con * no fueron parte del alcance de la acreditación. / * The analyses indicated by * were not included in the scope of the accreditation.

policias and programs in Latin American countries”, coordinado por el Instituto Costarricense de Investigación y Enseñanza en Nutrición y Salud (INCIENSA) con el cual PRIDAA contribuyó realizando rondas enfocadas en la determinación del sodio, a diferentes niveles de concentración. La ronda de café oro fue realizada por el interés del Instituto del Café de Costa Rica (ICAFE) de tener una opción de comparación entre las empresas procesadoras de este grano que realizan análisis de humedad por métodos rápidos (balanzas de humedad), pero no se continuó.

El número de laboratorios participantes fue variable, lográndose un máximo de veinticinco en 2015, en la ronda de cereales. La Figura 2 presenta los valores máximos y promedio de participación en los años de operación, el promedio de los últimos cinco años y el del 2022. El año 2020 fue muy desafiante para PRIDAA porque durante la pandemia muchos laboratorios no estuvieron trabajando, las fronteras estaban cerradas y las muestras no pudieron ser enviadas por varios meses, lo que obligó a reprogramar las rondas. Esto tuvo un claro impacto en el número de participantes llegándose a un mínimo de seis laboratorios en la ronda de café tostado y molido de 2020. Las rondas de cereales fueron las de mayor participación.

En los veinticinco años de operación de PRIDAA llegaron a participar 91 laboratorios de dieciséis países de Latinoamérica. El tipo de participantes en estos años incluyó laboratorios de control de calidad de empresas procesadoras de alimentos, laboratorios institucionales o académicos dedicados a brindar servicios analíticos o realizar vigilancia, que son parte de universidades, centros de investigación o ministerios y laboratorios privados de servicios analíticos. El perfil de participantes entre 2005 y 2023 fue en un 54 % laboratorios institucionales, 24 % laboratorios privados de servicio y 22 % laboratorios de control de calidad de industrias de alimentos, tal como se presenta en la Figura 3.

En los últimos cinco años se identificó un aumento de la participación relativa de laboratorios privados de servicios analíticos, que pasaron a ser el 28 % del total de participantes y laboratorios de control de calidad de industrias (24 %), frente a los laboratorios institucionales que disminuyeron al 48 % del total, tal como se visualiza en la Figura 4. Este mayor interés de los laboratorios de servicios y de control de calidad de las industrias de alimentos pudo deberse a los requisitos de participación en ensayos de aptitud incorporados en los esquemas de

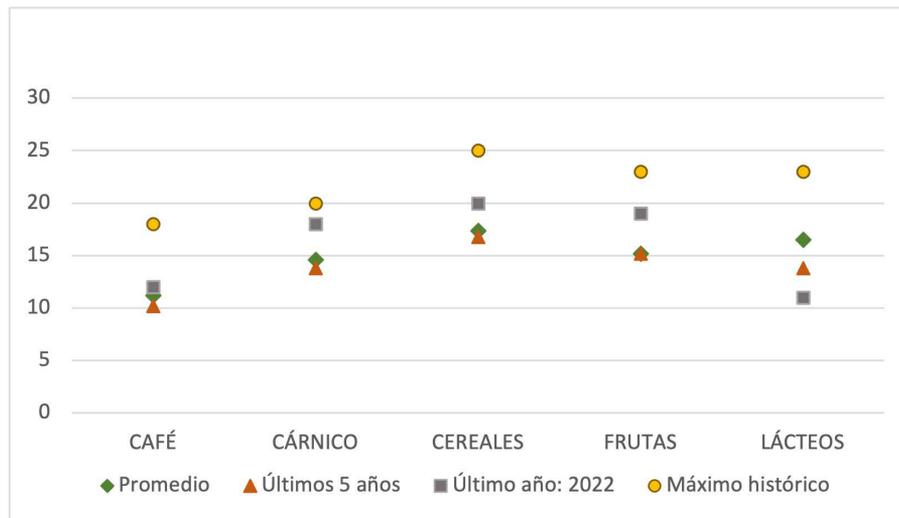


Figura 2. Número de laboratorios participantes máximo, promedio, promedio de los últimos 5 años y último año, en función del grupo de alimento.

Figure 2. Maximum number of participating laboratories, average, last 5 years average and last year, depending on the food group.

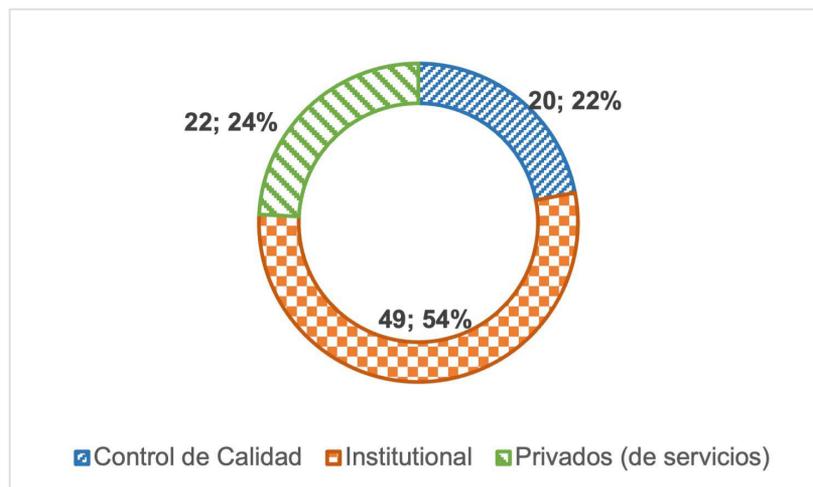


Figura 3. Número de participantes por tipo de laboratorio, entre 2005 y 2023.

Figure 3. Number of participants by type of laboratory, between 2005 and 2023.

certificación de inocuidad, tales como BRCGS, SQF, FSSC 22000 o IFS. El requerimiento fue incluido para los laboratorios que realicen ensayos relevantes o críticos para la inocuidad.

La Figura 5 presenta los países de Latinoamérica de donde se tuvo participación y el número de participantes por país entre 2005 a 2023. Costa Rica es el país con mayor número de participantes, propiciado por el estrecho vínculo del CITA y la UCR con el sector alimentario. Después de Costa Rica, Guatemala y Ecuador fueron los países que aportaron más participantes a PRIDAA, gracias al impulso de la Comisión de Laboratorios de la Asociación Guatemalteca de Exportadores (AGEXPORT) y del Servicio de Acreditación Ecuatoriano.

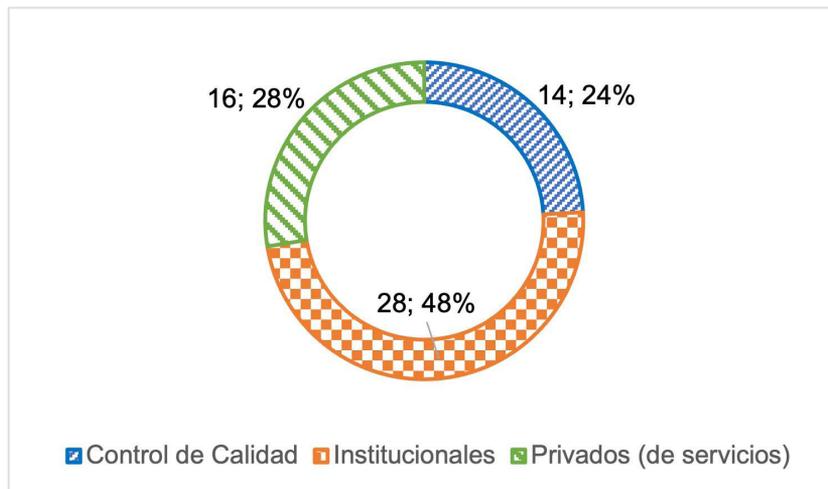


Figura 4. Número de participantes por tipo de laboratorio, entre 2017 y 2023.

Figure 4. Number of participants by type of laboratory, between 2017 and 2023.

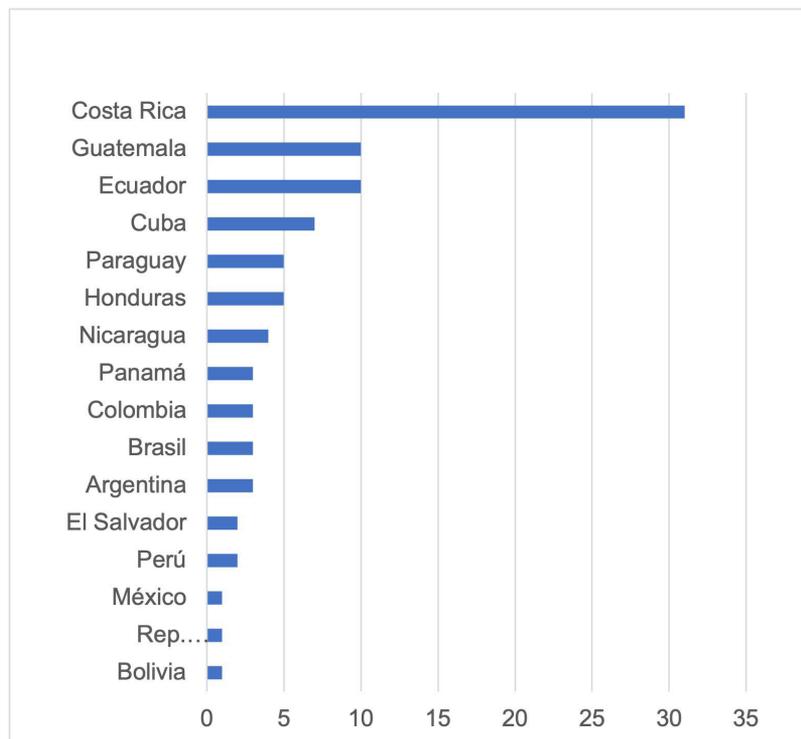


Figura 5. Número de participantes por país de Latinoamérica, entre 2005 y 2023.

Figure 5. Number of participants by Latin American country, between 2005 and 2023.

Información de desempeño

La información de desempeño que PRIDAA aportó fue útil para que cada laboratorio contara con información objetiva y confiable para demostrar la calidad de sus resultados y para que, en caso de desempeño insatisfactorio o cuestionable, pudiera iniciar el análisis de causas e implementar acciones correctivas para mejorar su desempeño. En esto PRIDAA no tenía injerencia. Es importante recalcar que para PRIDAA resultó siempre fundamental poder asegurar la confianza en los resultados de desempeño, lo cual buscó demostrar a través del proceso de acreditación que alcanzó en 2020.

Un ejemplo de cómo se presentaba la información de desempeño en el reporte a los laboratorios se muestra en el Cuadro 2. Allí se incluía el analito, el valor asignado (X), el resultado de los laboratorios (identificados con un número) para cada analito y los valores Z (Z') obtenidos. Se resaltaba en verde el resultado satisfactorio, amarillo el cuestionable y rojo el insatisfactorio. Además, el reporte presentaba una imagen general de los participantes y su desempeño para cada analito, como se muestra en la Figura 6. Allí se graficaban los valores de Z para cada laboratorio y los límites de la zona de Z satisfactorios (2 y -2), cuestionables (3 y -3) e insatisfactorios (fuera del rango entre 3 y -3).

Cuadro 2. Ejemplo de presentación de resultados de desempeño de cada laboratorio (valores Z o Z') en los reportes de cada ronda. El ejemplo corresponde a una ronda de paté de atún.

Cuadro 2. Example of presentation of performance results of each laboratory (Z or Z' values) in the reports of each round. The example is a round of tuna pâté.

Componente	Humedad		Grasa (g/100g)		Nitrógeno (g/100g)		Cenizas (g/100g)		Hierro (mg/100g)		Sodio (mg/100g)		
	$X_{\text{mediana}} = 69,7500$	$X_{\text{mediana}} = 11,2750$	$X_{\text{mediana}} = 2,2800$	$X_{\text{mediana}} = 2,1600$	NSC	$X_{\text{media}} = 600,92560$	Resultado	Z	Resultado	Z'	Resultado	Z'	
Laboratorio	Resultado	Z	Resultado	Z'	Resultado	Z'	Resultado	Z'	Resultado	Z	Resultado	Z'	
1	69,91	0,2	11,31	HA	0,1	2,28	0,0	2,16	0,0	0,76	NSC	663,17	1,5
2	69,05	-0,8	10,15	HA	-1,7	2,25	-0,4	2,02	-1,7	NR	---	NR	---
3	69,78	0,0	11,24	HA	-0,1	2,30	0,2	2,12	-0,5	0,527	NSC	652,464	1,2
4	NR	---	11,70	HA	0,6	2,26	-0,2	2,17	0,1	NR	---	NR	---
5	69,44	-0,4	10,97	ES	-0,5	2,18	-1,2	2,18	0,2	NR	---	NR	---
6	69,72	0,0	11,37	HA	0,1	2,24	-0,5	2,12	-0,5	0,798	NSC	547,07	-1,3
7	70,78	1,2	10,23	HA	-1,6	2,57	3,4	2,05	-1,4	0,832	NSC	282,77	-7,6
8	NR	---	NR	---	---	NR	---	NR	---	NR	---	NR	---
9	69,38	-0,4	11,73	ES	0,7	2,36	0,9	2,21	0,6	NR	---	NR	---
10	70,3	0,7	5,51	ES	-8,8	2,66	4,5	2,17	0,1	0,90	NSC	541	-1,4

La información generada en los veinticinco años de operación de PRIDAA ha permitido identificar para cuáles analitos el desempeño de los laboratorios ha sido mejor o ha ido mejorando en el tiempo. Así, para los diferentes tipos de muestra, se presentan las Figuras 7 a 11 donde, en los gráficos de barras se puede ver el porcentaje de laboratorios con desempeño satisfactorio para los diferentes analitos, a lo largo de las diferentes rondas que se desarrollaban cada año (cada barra es una ronda realizada para ese tipo de muestra, a lo largo del tiempo). El

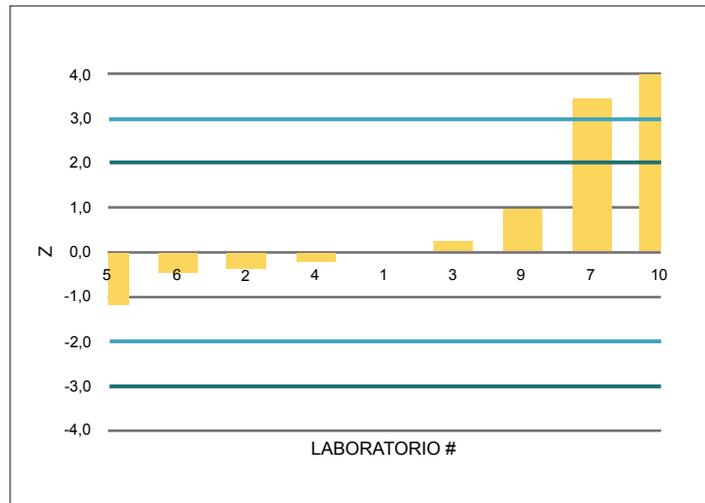


Figura 6. Ejemplo de gráfico presentado en los reportes de PRIDAA, para una ronda de paté de atún, donde se presenta el desempeño general de los laboratorios para la determinación de nitrógeno.

Figure 6. Example of a graph presented in PRIDAA reports, for a round of tuna pâté, showing the overall performance of the laboratories for nitrogen determination.

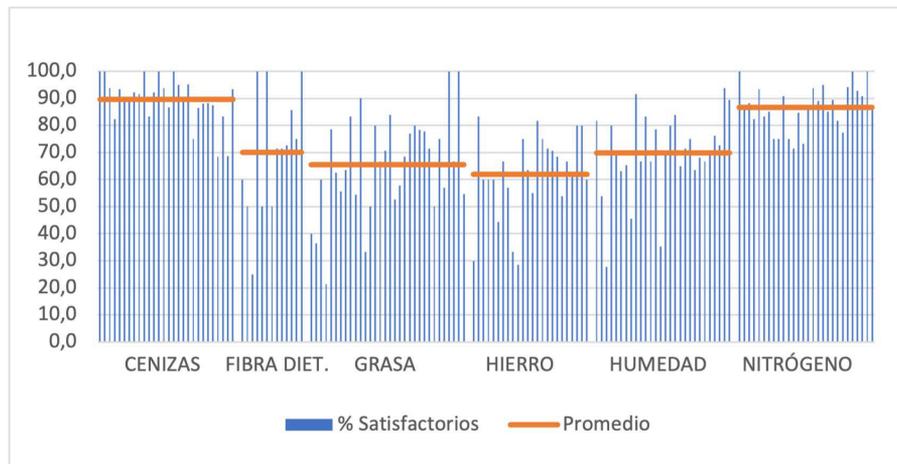


Figura 7. Porcentaje de resultados satisfactorios en cada una de las rondas regulares de cereales, para los diferentes análisis evaluados (gráfico de barras) y porcentaje de satisfactorios promedio para ese ensayo (gráfico de líneas).

Figure 7. Percentage of satisfactory results in each of the regular rounds for cereals for the different tests evaluated (bar graphic) and average of percentage of satisfactory results for the test (lines graphic).

gráfico de líneas que se superpone representa el promedio de esos porcentajes para todas las rondas del mismo tipo de material de ensayo.

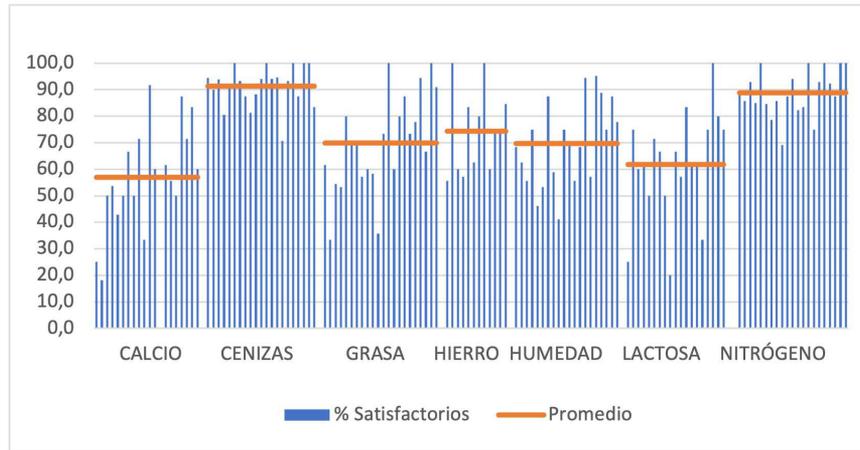


Figura 8. % de resultados satisfactorios en cada una de las rondas regulares de productos lácteos, para los diferentes análisis evaluados (gráfico de barras) y el promedio de los % de resultados satisfactorios para ese ensayo (gráfico de líneas).

Figure 8. Percentage of satisfactory results in each of the regular rounds for dairy products for the different tests evaluated (bar graphic) and average of percentage of satisfactory results for the test (lines graphic).

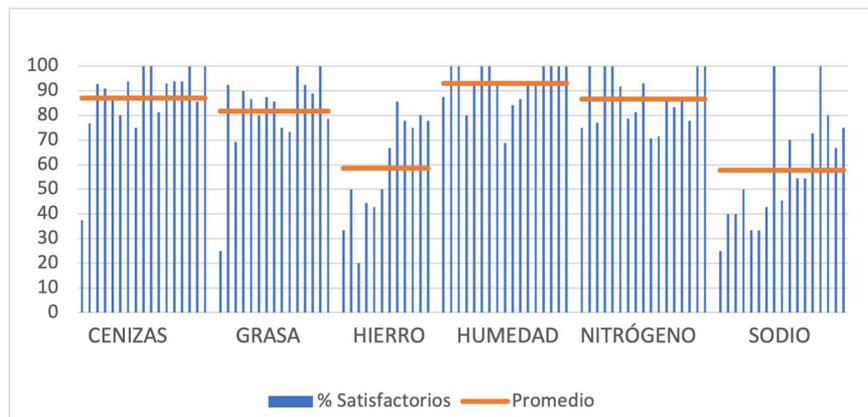


Figura 9. % de resultados satisfactorios en cada una de las rondas regulares de productos cárnicos enlatados, para los diferentes análisis evaluados (gráfico de barras) y el promedio de los % de resultados satisfactorios para ese ensayo (gráfico de líneas).

Figure 9. Percentage of satisfactory results in each of the regular rounds for canned meat products for the different tests evaluated (bar graphic) and average of percentage of satisfactory results for the test (lines graphic).

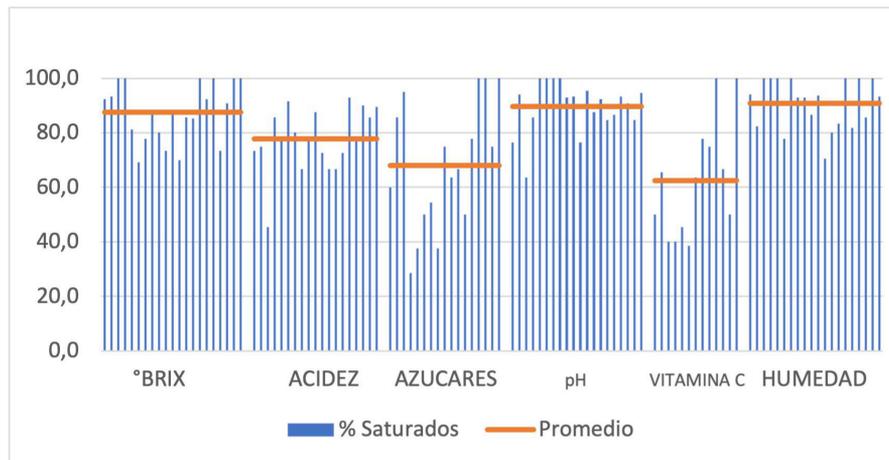


Figura 10. Porcentaje de resultados satisfactorios en cada una de las rondas regulares de derivados de frutas y vegetales, para los diferentes análisis evaluados (gráfico de barras) y el promedio de los % de resultados satisfactorios para ese ensayo (gráfico de líneas).

Figure 10. Percentage of satisfactory results in each of the regular rounds for fruit and vegetables products for the different tests evaluated (bar graphic) and average of percentage of satisfactory results for the test (lines graphic).

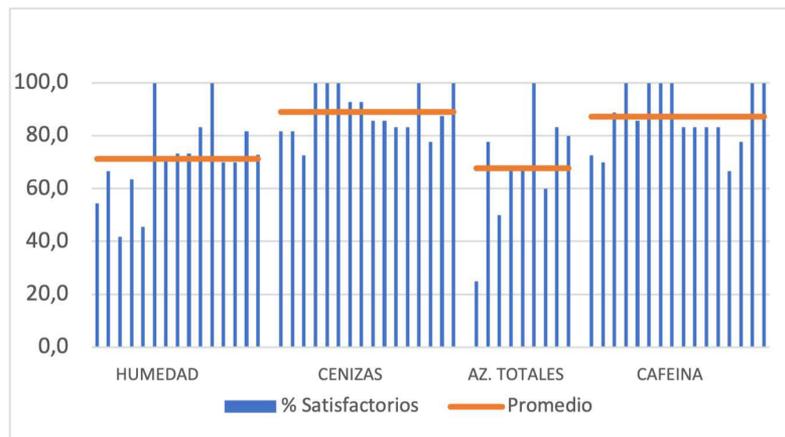


Figura 11. Porcentaje de resultados satisfactorios en cada una de las rondas regulares de café tostado y molido, con y sin azúcar agregado, para los diferentes análisis evaluados (gráfico de barras) y el promedio de los % de resultados satisfactorios para ese ensayo (gráfico de líneas).

Figure 11. Percentage of satisfactory results in each of the regular rounds for ground roasted coffee for the different tests evaluated (bar graphic) and average of percentage of satisfactory results for the test (lines graphic).

El promedio que se presenta en las Figuras 7 a 11 muestra a grandes rasgos, cuáles son los análisis donde el desempeño fue alto, con más del 85 % de laboratorios con resultados satisfactorios. Son ejemplos de ensayos con buen desempeño: cenizas en cereales (Figura 7), productos lácteos (Figura 8) y productos cárnicos (Figura 9) y humedad en productos cárnicos (Figura 9), derivados de frutas y vegetales (Figura 10) y café tostado y molido (Figura 11), También tuvieron buen desempeño: nitrógeno en cereales (Figura 7), productos lácteos (Figura 8) y cárnicos (Figura 9), y °Brix y pH en los derivados de frutas y vegetales (Figura 10).

Los análisis con promedio de % de resultados satisfactorios más bajo, menores a 60 % han sido los minerales individuales. Así se identifica bajo desempeño para hierro (59 %) y sodio (58 %) en productos cárnicos (Figura 9) y calcio en productos lácteos (57 %) (Figura 8). En las Figuras 7 a 11 también pueden observarse tendencias de mejora del % de laboratorios con resultados satisfactorios para algunos análisis, como son los casos de hierro y sodio en los productos cárnicos enlatados (Figura 9), y los azúcares totales tanto en los derivados de frutas (Figura 10) como en el café tostado con azúcar agregado (Figura 11).

Beneficios del proceso de acreditación según ISO 17043

La preparación del sistema de gestión de PRIDAA para obtener la acreditación en marzo de 2020 en el 91 % de las evaluaciones de ensayos que realizaba, generó muchos beneficios al programa, dentro de los cuales cabe resaltar: mayor confianza de los participantes, PRIDAA se potenció como una herramienta válida para los ensayos de aptitud que sus propias acreditaciones exigían, mejoró la reputación y el reconocimiento del programa a nivel latinoamericano, y se mejoraron los procedimientos y las metodologías de control de nuestros procesos.

Uno de los beneficios que impactó en forma directa a los participantes fue la exhaustiva revisión y actualización de las metodologías de cálculo estadístico aplicadas, alineándolas con lo que recomienda la norma INTE/ISO 13528:2016 (INTECO, 2016). Las mejoras en los métodos estadísticos llevaron a que uno de los problemas que ocurría con frecuencia, que era que por el bajo número de participantes y, en consecuencia, una alta incertidumbre en el valor asignado no fuese posible calcular Z, único parámetro que usábamos en ese momento. La incorporación de las nuevas metodologías para rondas con bajo número de participantes, y el uso de Z' como otro estadístico de desempeño redujo las oportunidades en que no se pudo entregar resultados.

Otro beneficio importante fue la modificación del procedimiento a aplicar cuando los laboratorios utilizaban métodos de análisis diferentes en sus principios analíticos. Estos cambios mejoraron los resultados ya que laboratorios que utilizaban métodos diferentes a la mayoría, en lugar de recibir un resultado de desempeño insatisfactorio, obtenían un Z(Z') solo "informativo". Este resultado les indicaba que su método de análisis no permitía obtener resultados equivalentes a los obtenidos por métodos de uso más generalizado. Ejemplos de estas situaciones fueron las evaluaciones de azúcares totales y vitamina C, donde la mayoría de los laboratorios utilizaban métodos por HPLC y pocos, métodos de óxido-reducción, y los minerales, donde la mayoría usaba métodos por absorción o emisión atómica, y pocos, métodos espectrofotométricos.

Comentarios finales

PRIDAA se diseñó y desarrolló siguiendo metodologías con amplio reconocimiento internacional para este tipo de programas, definidas en las correspondientes normas ISO. Se buscó el mayor reconocimiento para ensayos de aptitud, el cual fue la acreditación por parte del Ente Costarricense de Acreditación (ECA), organismo de acreditación que es miembro firmante de varios Acuerdos Multilaterales de Reconocimiento (MLA, por sus siglas en inglés) ante el Foro Internacional de Acreditación (IAF, por sus siglas en inglés). La razón de ser de PRIDAA fue que los laboratorios de Latinoamérica contaran con un programa de ensayos de aptitud confiable y accesible, por la cercanía, idioma y costo.

El objetivo de contar con el programa disponible en forma regular y acreditado para los componentes de alimentos más analizados en la región fue logrado. La situación generada por la mayor complejidad en el envío de muestras de alimentos al exterior y los costos de envío y de mantenimiento de la acreditación hicieron que el programa se volviera no competitivo, en comparación con programas con mayor alcance y participación. PRIDAA dejó de operar en 2023, pero ha dejado para el CITA una valiosa experiencia en el diseño y organización

de programas de ensayos de aptitud, que ponemos a disposición de la comunidad científica y los laboratorios participantes que por tantos años fueron actores principales de nuestro programa.

Agradecimientos

Las autoras agradecen a las Vicerrectorías de Investigación y de Acción Social de la Universidad de Costa Rica, por el apoyo a través de diferentes proyectos y actividades a lo largo de los años de operación, al Laboratorio de Química del Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de los Alimentos (CITA) de la Universidad de Costa Rica, por su dedicado trabajo en la realización de los análisis de homogeneidad y estabilidad en los 25 años de operación de PRIDAA, y al Ente Costarricense de Acreditación (ECA) por el trabajo profesional desarrollado en el proceso de acreditación, lo que impactó en forma positiva en la mejora del programa.

Referencias

- Centro Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos. (s.f.). *Propósito, aspiración y plan estratégico del CITA*. <https://cita.ucr.ac.cr/proposito-aspiracion-y-plan-estrategico>
- Ente Costarricense de Acreditación. (2023, septiembre). *Retiro de la acreditación del proveedor de ensayos de aptitud – N. o PEA-002*. <https://eca.or.cr/oec/centro-nacional-de-ciencia-y-tecnologia-de-alimentos-cita-ucr-ensayos/>
- Instituto de Normas Técnicas de Costa Rica. (2010). *Evaluación de la conformidad–Requisitos generales para los ensayos de aptitud* (Norma INTE/ISO/IEC 17043:2010). Instituto de Normas Técnicas de Costa Rica.
- Instituto de Normas Técnicas de Costa Rica. (2016). *Métodos Estadísticos para utilizar en ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorio* (Norma INTE/ISO 13528:2016). Instituto de Normas Técnicas de Costa Rica.
- Thompson, M., Ellison, S. L. R., & Wood, R. (2006). The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories. *Pure and Applied Chemistry*, 78(1), 145–196. <https://doi.org/10.1351/pac200678010145>