

LACM®/División de Metrología		Página 1 de 2 páginas	
Ficha técnica DM_FT_EA_05 Punto crioscópico en leche cruda		Versión: 10/01/2020	Última revisión: 31/01/2022
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	



Universidad Austral de Chile
 Instituto de Ciencia y Tecnología de los Alimentos
LACM®/División de Metrología

FICHA TECNICA ENSAYO DE APTITUD
Punto crioscópico en leche cruda

Objetivos y alcance	<p>- Permitir a los laboratorios evaluar la exactitud de los resultados, comparándolos con los obtenidos por LACM®/División Analítica mediante el método de referencia de referencia ISO 5764:2009 (IDF 108:2009) y aplicando criterios de precisión derivados del mismo estándar.</p> <p>- Adicionalmente, para facilitar la interpretación de los resultados de un participante, mediante el ensayo de una solución patrón de calibración, permitir la detección de una inadecuada calibración o funcionamiento del instrumento, la que podría afectar todos los resultados de los ensayos con leche.</p>
Naturaleza del material de ensayo	Muestras de leche cruda con diferentes puntos de congelación, obtenidas de distintos predios de la zona sur. Son utilizadas en forma directa o con adición de agua destilada para obtener una variada gama de puntos crioscópicos. Se incluye además un estándar de solución de NaCl.
Métodos de ensayo aplicables	<p>A) Método termistor NCh 1742 Of 1998.</p> <p>B) Método de referencia Norma ISO 5764:2009</p> <p>C) Método Instrumental MIR</p>
Mensurandos	Punto de congelación de la leche cruda en m°C , obtenido por método de crioscopia termistor, aplicándose los requerimientos de la norma ISO 5764:2009 o por métodos de rutina o instrumentales previamente calibrados y compatibles con dicho método.
Contenido o rango de la propiedad a ensayar	-408 m°C a -600 m°C
Número de ítems de ensayo (niveles)	03 muestras de leche + 01 muestra de solución salina estándar
Número de réplicas requerido por cada muestra de laboratorio	02
Cantidad de material y su envase	50 mL en un frasco de polipropileno (para muestras de leche) y 10 ml para solución salina
Plazo límite para informar (enviar) los resultados	Desde el momento que el material es recibido por el participante, 2 días máximo para realizar el análisis y 5 días hábiles para informar los resultados
Método de asignación de	El valor asignado corresponde al valor obtenido por LACM®/División Analítica, mediante el método de referencia ISO 5764:2009. Para este análisis, LACM® cuenta con

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: 95 D7 @7 888

LACM®/División de Metrología		Página 2 de 2 páginas	
Ficha técnica DM_FT_EA_05 Punto crioscópico en leche cruda		Versión: 10/01/2020	Última revisión: 31/01/2022
Preparado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	Revisado por: Andrés Soto Encargado de Análisis de Datos e Informes	Autorizado por: Susan Poo Jefe LACM®/División de Metrología	

valores (valores de referencia) a los ítems de ensayo	<p>un crioscopio que satisface los requisitos de esta norma, el cual ha sido validado mediante material de referencia certificado (DRRR) y a través de la participación en ensayos de aptitud (Cecalait-Francia) con valor asignado por un grupo de laboratorios expertos. Además para el ensayo se corregirá cualquier sesgo a través del análisis en paralelo de una solución patrón de NaCl. Se aplica la norma NCh-ISO 17043, anexo B.2, sección c): “valores de referencia, como los determinados mediante análisis, medición o comparación del ítem de ensayo de aptitud junto con un material de referencia o patrón, trazable a un patrón nacional o internacional”. Esta alternativa también está descrita en el estándar ISO 13528:2015, subcapítulo 7.5.2 “Resultados de un laboratorio”, en el cual se señala que “el laboratorio debe ejecutar una serie de ensayos de ambos, ítems de Ensayo de Aptitud y material de referencia certificado, utilizando el mismo método de medida y bajo condiciones de repetibilidad”.</p> <p>El diseño para asignación de valor de referencia está basado en las recomendaciones de:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Maroto A (2002). Incertidumbre en métodos analíticos de rutina. Tesis Doctoral. Departamento de Química Analítica i Orgánica, Facultad de Química, Universitat Rovira I Virgili. Tarragona. - Schiller S B (1996). Statistical aspects of the certification of chemical batch SRMs. National Institute of Standards and Technology Special Publication 260-125. July 1996.
Prueba de homogeneidad	<p>Punto crioscópico de dos unidades (frascos) de cada nivel. El análisis de las muestras lo realizará LACM®/División Analítica, aplicando método de referencia ISO 5764:2009 (junto con el ensayo para asignación del valor de referencia). El ensayo se realiza en tres sesiones, incorporando esta variable (sesión) en el análisis estadístico como un factor aleatorio, siendo analizados dos frascos de un nivel en una de las sesiones. Para el análisis de los datos se aplica el método de descomposición de varianza a partir de una tabla ANDEVA, siguiendo las recomendaciones del Protocolo IUPAC (“The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories”) y se estima una desviación estándar entre muestras s_{sam} única con base a los resultados de todas las muestras.</p>
Evaluación de los resultados para establecer conformidad	<p>Se asigna un score z o z' (ISO 13528:2015, subcapítulo 9.5) por participante para cada nivel. El score z o z' se interpretan de la siguiente manera: si z o $z' \leq 2$ el resultado del participante es satisfactorio; si $2 < z$ o $z' < 3$ el resultado indica un signo de advertencia sobre su performance; si z o $z' \geq 3$ entonces es un signo de acción para que el laboratorio mejore su performance.</p> <p>La desviación estándar para la evaluación de la aptitud $\hat{\sigma}$ se obtiene a partir de los índices de repetibilidad y reproducibilidad de ISO 5764:2009.</p>
Forma de despacho del material	Refrigerado con agua hielo en doble caja de aislapol.
Preservación	Bronopol 0,02%
Norma general que se aplica	NCh-ISO 17043:2011 Ensayo de aptitud acreditado bajo la norma ISO 17043:2010 por la entidad mexicana de acreditación a.c. (ema) (certificado de acreditación N° PEA-ENS-14)
Subcontratación	<p>Varios aspectos del programa de ensayos de aptitud se pueden eventualmente subcontratar. Cuando se realiza la subcontratación, ésta se adjudica a un subcontratista competente y LACM®/División de Metrología es responsable de este trabajo.</p> <p>La planificación del programa de EA, evaluación del desempeño o autorización de informe final no serán subcontratados.</p>

VÁLIDO PARA USO EN ENSAYO DE APTITUD: 95 D7 @7 888