



PROTOCOLO DE ENSAYO DE APTITUD

SP1: ANÁLISIS DE METALES EN PRODUCTOS HIDROBIOLÓGICOS

Este programa es desarrollado con aportes del Fondo de Innovación para la Competitividad, del Ministerio de Economía, Fomento y Turismo.

Coordinado por la División Metrología del Instituto Nacional de Normalización, INN

**DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL
SUBDEPARTAMENTO DE METROLOGÍA Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
SECCIÓN METROLOGIA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS**

Esta ronda ha sido desarrollada por el Laboratorio Candidato de Química y la Unidad de Coordinación de Ensayos de Aptitud pertenecientes a la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos Subdepartamento de Metrología y Desarrollo Tecnológico
Departamento Salud Ambiental
Instituto de Salud Pública de Chile
Marathon 1000, Ñuñoa

Coordinadores Ensayos de Aptitud RNM:

Leonor Esquivel M.-ISP
Oscar Garrido G.-INN

Contacto: oscar.garrido@inn.cl

Laboratorio Candidato de Metrología:

Rodrigo Barriga
Soraya Sandoval R.

SP1- Versión Marzo 2015

metrologia@ispch.cl

Teléfono: (56) (2) 25755475

CONTENIDO

I.	Introducción.....	3
II.	Descripción del ítem de ensayo- material de ensayo.....	3
III.	Desarrollo - Cronograma.....	3
IV.	Condiciones de transporte, manipulación y almacenamiento del material de ensayo.....	4
V.	Métodos de ensayo.....	4
VI.	Instrucciones sobre el informe de resultados.....	5
VII.	Códigos del participante.....	5
VIII.	Valor Asignado y evaluación de desempeño.....	6
IX.	Informe final.....	7
X.	Confidencialidad y codificación del participante.....	7
XI.	Requisitos de participación.....	7
XII.	Reunión final.....	7
XIII.	Comentarios.....	7
XIV.	Anexos.....	8

I. INTRODUCCIÓN

Desde el año 2010, la Red Nacional de Metrología (RNM) ofrece programas de Ensayos de Aptitud, siendo parte del "Programa de Fortalecimiento y Reconocimiento de las mejores capacidades de medición en la Red Nacional de Metrología", programa desarrollado con aportes del Fondo de Innovación para la competitividad, del Ministerio de Economía, Fomento y Turismo.

La división de Metrología del INN, coordina en conjunto con el Instituto de Salud Pública las actividades de distribución y recepción de resultados, involucradas en la operación de éste programa de Ensayo de Aptitud, con la finalidad de situar esta actividad al servicio de los laboratorios de ensayo y calibración del país.

Esta Intercomparación fue diseñada de acuerdo a los lineamientos de la norma NCh-ISO 17043, dirigida al análisis de "Metales en Productos Hidrobiológicos". La importancia de metales como contaminantes en los alimentos es un tema de interés desde el punto de vista sanitario y comercial, esta ronda tiene como objetivo cubrir las necesidades presentadas por el Servicio nacional de pesca (SERNAPESCA) en productos hidrobiológicos y piensos.

Con esta ronda, cada participante recibirá una encomienda, conteniendo lo siguiente:

1. Carta cronograma
2. Material de Ensayo: Un ítem de ensayo

II. DESCRIPCIÓN DEL ÍTEM DE ENSAYO- MATERIAL DE ENSAYO

El material de ensayo consiste en una porción homogénea de aproximadamente 35 g de muestra para la determinación de metales en una matriz de Harina de Pescado. Esta dispuesto en envases de vidrio color ámbar, sellados, etiquetados y codificados. Las muestras se mantuvieron almacenadas a temperatura ambiente y protegido de la humedad.

Se debe someter al análisis cuantitativo de Arsénico (As), Cadmio (Cd), Mercurio (Hg) en laboratorios de química de alimentos y/o laboratorios del área de análisis de productos hidrobiológicos.

En caso de no recibir el material de ensayo dentro de 5 días hábiles desde la fecha establecida como fecha de envío en el cronograma por favor contactarse con el Coordinador de ensayos de aptitud INN al correo oscar.garrido@inn.cl.

III. DESARROLLO – CRONOGRAMA

El cronograma y fechas plazo del ensayo aptitud se indican a continuación:

Fecha envío encomienda	Fecha plazo envío resultados	Fecha de informe final
30 Junio	29 Julio	26 Agosto

IV. CONDICIONES DE TRANSPORTE, MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO DEL MATERIAL DE ENSAYO

Transporte:

Los *ítems* de ensayo están contenidos en un envase terciario de poliestireno expandido (EPS) con la finalidad de proteger su integridad hasta la recepción en el laboratorio de destino. Este transporte es realizado a temperatura ambiente.

Manipulación y Almacenamiento del material de Ensayo:

Al recepcionar la muestra:

1. El participante deberá revisar si la muestra se encuentra sin daños físicos en cuanto a su embalaje (en buen estado, etiqueta legible, sin roturas y cerrado), almacenar a temperatura ambiente en un lugar fresco y protegido de la humedad. Tomar nota del estado, fecha de recepción y hora.
2. Verificar el código de la muestra.
3. Utilice elementos de protección personal adecuados para la manipulación del material.
4. Al manipular los *ítems* durante su análisis, asegurarse que las paredes externas del envase se encuentren limpias antes de proceder a abrir el material para evitar riesgos de contacto con la piel.
5. Homogenice la muestra, previo al análisis.

Es importante señalar que si no va a realizar el análisis inmediatamente mantenga el material de ensayo almacenado a temperatura ambiente hasta su análisis, en un lugar fresco y seco.

Cabe destacar que los *ítems* de ensayo no presentan riesgo para la salud de las personas. Sin embargo, cada laboratorio debe cumplir con las prácticas estándares de seguridad para su manipulación.

V. MÉTODOS DE ENSAYO

Indicaciones:

Los participantes, deben utilizar los métodos rutinarios de análisis de laboratorio para procesar las muestras.

Se recomienda tener un buen manejo sobre la cantidad de muestra utilizada para analizar, con la finalidad de repetir el ensayo en caso que sea requerido.

VI. INSTRUCCIONES SOBRE EL INFORME DE RESULTADOS

Para reportar resultados deberá ingresar al sitio: <http://peec.ispch.gov.cl> utilizando su código y contraseña de acceso al portal PEEC.

La información solicitada en el portal debe ser completada en cada etapa. Los participantes que no finalicen correctamente el envío de resultados, no podrán ser considerados en el informe parcial ni final. Cualquier error de digitación será de exclusiva responsabilidad de cada participante.

Antes de reportar resultados, siga las instrucciones entregadas en el Anexo N°1 del presente protocolo.

Los resultados de Arsénico, Cadmio y Mercurio deben ser expresados de la siguiente manera:

- a) Unidades de **mg/kg**, respectivamente.
- b) Resultados **en base seca**.
- c) Con **al menos dos cifras decimales**.

IMPORTANTE:

La necesidad de confianza constante en el desempeño de los laboratorios es esencial para los laboratorios y sus clientes (autoridades reguladoras, organismo de acreditación, y otras organizaciones que especifican requisitos para los laboratorios). Por lo cual, si se sospecha de colusión entre los participantes o de falsificación de resultados, se procederá a indagar sobre estos hechos. Si los resultados de la investigación confirman este supuesto. Se dará aviso de manera inmediata al Organismo Nacional de Acreditación en el caso que el laboratorio este acreditado y a la autoridad reglamentaria correspondiente, si corresponde.

VII. CODIGOS DEL PARTICIPANTE

El participante poseerá dos códigos para su participación en PEEC:

- 1.-Código de acceso al portal PEEC, código numérico que utilizará para el reporte de resultados.
- 2.-Código de identificación del laboratorio, código generado por la coordinación del INN y que se utilizará para revisar el informe final.

VIII. VALOR ASIGNADO Y EVALUACION DE DESEMPEÑO

El establecimiento del valor asignado (μ) podrá ser establecido de una de las siguientes maneras:

- Proveniente del test de homogeneidad.
- Un valor de consenso determinado con la media robusta de todos los resultados de los participantes.
- Eventualmente, cuando el comportamiento observado entre los datos informados por los participantes lo amerite, se podrá realizar el Test de Kernel, para la obtención de valor de consenso, aplicando un 0,75% de la desviación estándar establecida para el ensayo. Y a través del consenso de expertos, se determinará cuál es el valor asignado más adecuado para la ronda en estudio.

No se consideran en la evaluación ya que es de carácter cuantitativo, los resultados informados como "menor que" o "mayor que"

El establecimiento de la desviación estándar del ensayo de aptitud, se realiza a través del modelo estadístico basado en la ecuación de Horwitz.

Para evaluar el desempeño de los laboratorios es utilizado el z-score, índice que permite relacionar las diferencias entre los resultados de los participantes y el valor asignado, en términos de la dispersión aceptable de los resultados o la desviación estándar establecida. Se asumirá por tanto una distribución normal, para cualquier grupo de datos con distribución normal los Z-score deberán estar entre el rango de ± 2 a ± 3 .

$$Z = \frac{X - x_a}{\sigma_{pt}}$$

Donde:

x_a = resultado de los participantes

X = valor asignado

σ_{pt} = Desviación estándar establecida para el ensayo de aptitud.

Los criterios de aceptabilidad, están definidos por el valor obtenido por cada laboratorio, que son clasificados de la siguiente manera:

$|Z| \leq 2,00$: es decir, entre -2,00 y +2,00 el resultado del laboratorio es satisfactorio.

$2,00 < |Z| < 3,00$: es decir, entre -2,01 y -2,99 y; entre +2,01 y +2,99 el resultado del laboratorio es cuestionable.

$|Z| \geq 3,00$: el resultado del laboratorio es no satisfactorio, es decir, insatisfactorio.

IX. INFORME FINAL

En este informe se entregan los resultados de los laboratorios participantes identificados con el código asignado a cada laboratorio. El informe describe el listado de participantes, objetivo del ensayo de aptitud, el ítem de ensayo y la evaluación estadística realizada. La evaluación de desempeño de los participantes es representada en tablas y gráficas, según sea necesario.

El informe final podrá ser enviado por el coordinador del ensayo de aptitud del INN a cada participante o bien publicados en el sitio Web www.metrologia.cl o en el sitio Web del Instituto que organizó el ensayo de aptitud.

X. CONFIDENCIALIDAD Y CODIFICACION DEL PARTICIPANTE

La información referida a los participantes de la ronda de ensayo de aptitud tienen un carácter confidencial, para asegurar esto, la RNM entrega a cada laboratorio participante un código asignado confidencial, con el cual cada participante podrá ver los resultados de su evaluación en el informe de ronda.

XI. REQUISITOS DE PARTICIPACION

Para participar, los laboratorios nacionales de ensayo de análisis de alimentos, deben cumplir con el llenado de una ficha de adscripción de la ronda que se baja en la página www.metrologia.cl de la ronda, que debe ser enviada a oscar.garrido@inn.cl con copia a metrologia@ispch.cl, dentro de los plazos establecidos.

XII. REUNION FINAL

Los participantes serán invitados a una reunión final, en la cual se expondrán los resultados generales de la ronda de ensayo de aptitud.

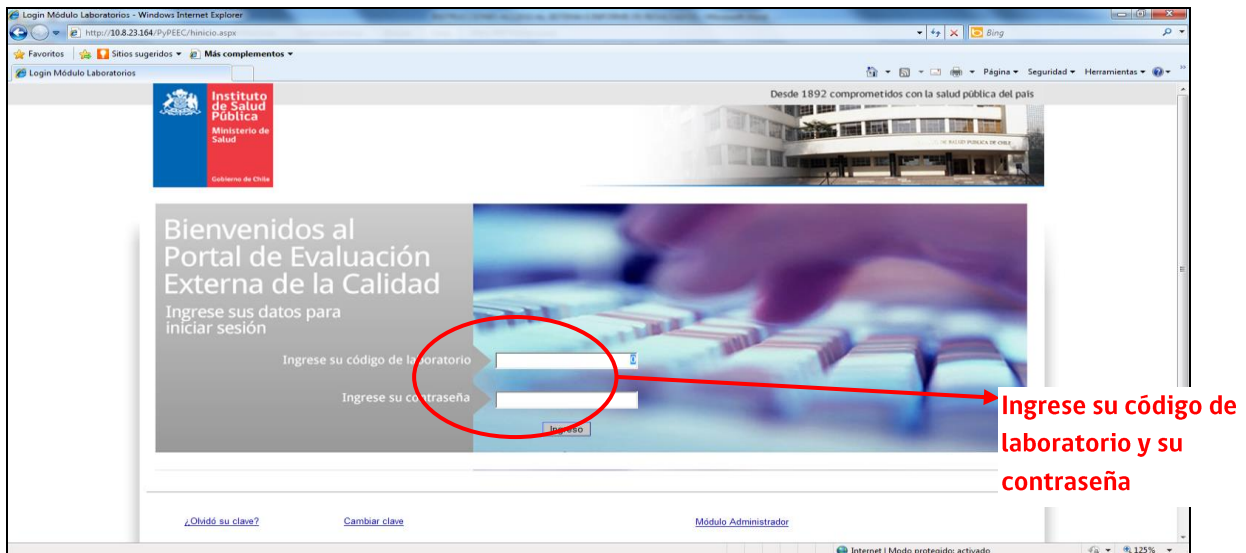
XIII. COMENTARIOS

Cualquier problema en la recepción del envío, en cuanto a documentos, alteración del estado de la muestra, cantidad de muestra, etc. debe ser informado a la brevedad al Coordinador de Ensayos de aptitud de INN.

Siga las instrucciones indicadas en este documento, para la adecuada manipulación de la muestra de ensayo. Al realizar el análisis, manejo de datos y cálculos, revise cuidadosamente los resultados obtenidos, antes de informarlos.

ANEXO 1. INSTRUCCIONES SOBRE ACCESO AL PORTAL DE EVALUACIÓN EXTERNA DE LA CALIDAD

1. Ingrese al sitio <http://peec.ispch.gov.cl>. Ingrese su código de laboratorio y su contraseña (enviado por correo electrónico).



2. Se desplegará la siguiente pantalla con varias carpetas.



3. En la carpeta "material de apoyo" encontrará el protocolo de cada ronda.
4. Seleccione la carpeta correspondiente a "Mis Antecedentes" y revise sus datos en icono "Ver Antecedentes". Asegúrese que su correo electrónico esté correcto, ya que éste es el canal de comunicaciones entre el usuario y el sistema. La información que usted encontrará corresponde a la proporcionada por el participante en la ficha de adscripción.

5. Si requiere realizar alguna modificación o bien, agregar personal del laboratorio, usted deberá pinchar en la opción "Cambiar Antecedentes". Al final de la hoja, nuevamente deberá presionar en la opción "Cambiar Antecedentes".

Cambiar Antecedentes de Usuario

Identificación del Laboratorio
Código Laboratorio: 199999
Origen: Nacional
Nombre: LABORATORIO PRUEBAS METROLOGÍA - ISF

Antecedentes Comerciales
Rut: 1-1
Giro: 1
Razón Social: 1
E-Mail Laboratorio: jgalvez@ispch.cl
E-Mail Alternativo: lesquivel@ispch.cl

Antecedentes Técnicos
Miembro Rila: SI
Red Interamericana de Laboratorios de Análisis de Alimentos
Tipo de Laboratorio: AMBIENTE Y ALIMENTOS
Tipo de Administración: PRIVADOS



Antecedentes Acreditación o Reconocimiento
Lab. Acreditado ISO-IEC 17025: NO
Instituto que Otorga: Código Instituto: IP Acreditación: Fecha Acreditación: //
Lab. Reconocido: NO
Organismo que Otorga: Código Organismo: IP Resolución: Fecha Resolución: //

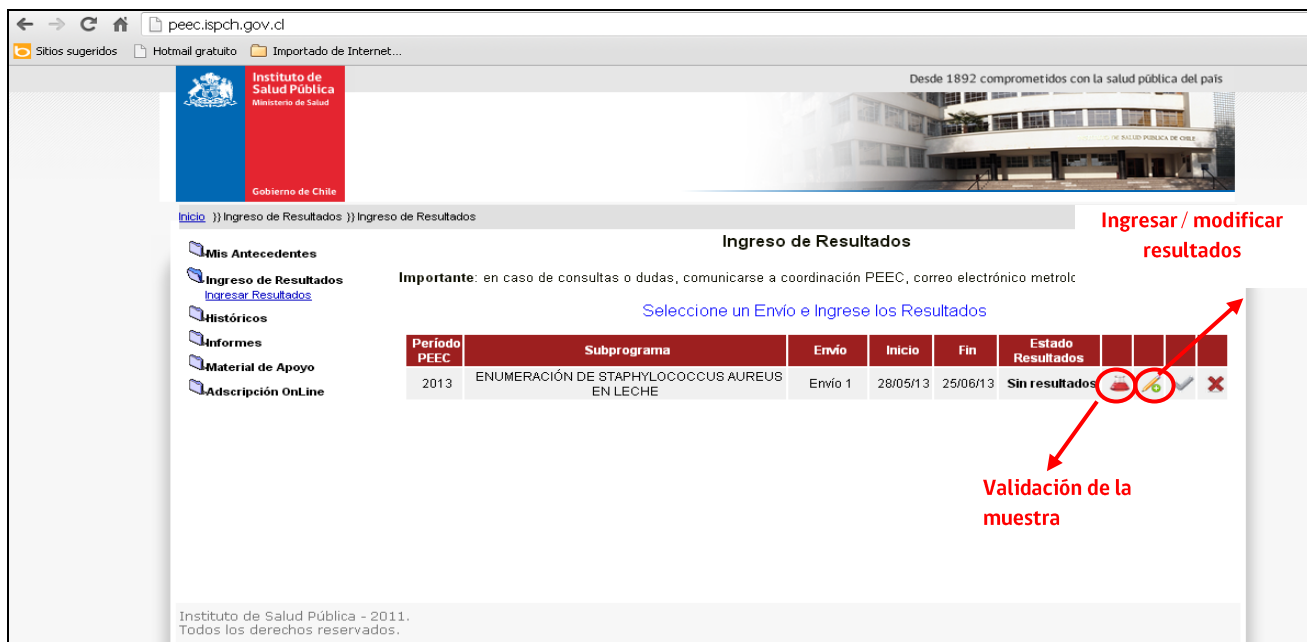
Direcciones del Establecimiento
Dirección País Provincia Comuna Teléfono Fax Anexo

Personal del Establecimiento

Rut	DV.	A. Paterno	A. Materno	Nombre	Activo	Profesión	Cargo
19362481	1	PAREDES	MUNOZ	BELEN	<input checked="" type="checkbox"/> Activo	QUÍMICO	DIRECTOR TÉCNICO

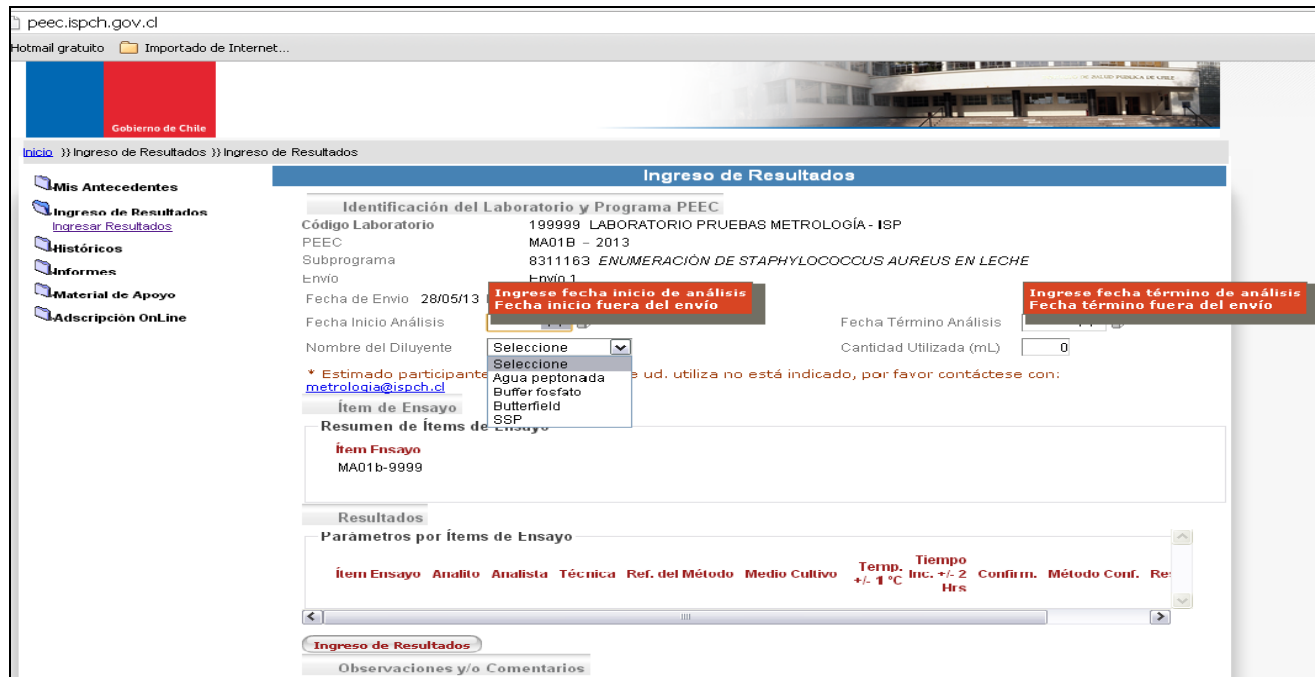
Cambiar Antecedentes

6. En la carpeta correspondiente a "Ingreso de Resultados" usted deberá informar las fechas y condiciones de la recepción de la muestra, seleccionando el icono "validación del Ítem de ensayo" []. En el caso de que la muestra o ítem de ensayo no se encuentre en condiciones óptimas, indíquelo, y si es necesario, solicite una nueva muestra, lo que será evaluado y gestionado por el coordinador del ensayo de aptitud. Una vez realizada la validación de la recepción del ítem, el icono se desactivará y recibirá un aviso vía correo electrónico.
7. En la carpeta correspondiente a "Ingreso de Resultados" usted también deberá informar sus resultados, seleccionando esta vez el ícono "Ingresar Resultados" [].
8. En la pantalla aparecerán los Subprogramas PEEC a los cuales su laboratorio está adscrito. Para lo cual debe seleccionar la ronda de interés e ingrese sus resultados. En esta etapa, podrá ingresar la fecha de inicio y término del análisis, reportar sus resultados, así como también, anotar observaciones e indicar al profesional responsable del ingreso de los resultados.



9. Usted debe ingresar sus resultados de la siguiente manera:

- a) La información debe ser ingresada en el orden que se presenta en el formulario electrónico (de arriba hacia abajo), ya que de no respetarse la secuencia, aparecerán mensajes de advertencia en color rojo, que le impedirán continuar. Lo que visualizará será lo siguiente:



- b) En la opción "ingreso de resultados", seleccione el ítem de ensayo en la opción "Selección de Ítem de ensayo", e ingrese sus resultados según analito, analista, técnica, etc.

- c) Si al ir completando el informe, usted no encuentra algún reactivo, método, técnica, equipo, o algún otro dato en las opciones desplegadas, **debe reportarlo oportunamente**, a la Unidad de Coordinación de Ensayos de Aptitud (correo electrónico metrologia@ispch.cl) para que se ingrese al sistema y así pueda estar disponible para su selección. **Se recomienda a cada laboratorio asegurar los tiempos de digitación de resultados, preservando los tiempos necesarios en caso de contingencias que requieran atención o ayuda al usuario.**
- d) En la opción "Observaciones y/o Comentarios", registre la información adicional que usted considere pertinente.
- e) En la opción "Identificación del Profesional Responsable", seleccione y aparecerá una lista de selección de personal, que le permitirá seleccionar al profesional responsable.
- f) El sistema permite guardar resultados incompletos parciales sin enviarlos, para poder corregir y completarlos más tarde. Al guardar los resultados, el sistema automáticamente lo direccionará a la sección de Ingreso de Resultados.

Guardar Resultados

10. Una vez que tenga guardado todos sus resultados y modificaciones, deberá realizar el envío definitivo. El icono [✓] "enviar resultados definitivos", es para realizar el envío definitivo de la información ingresada (sin posibilidades de modificaciones posteriores).

Periodo PEEC	Subprograma	Envío	Inicio envío res.	Fin envío res.		
PEEC 2011	EVALUACIÓN DE CLASIFICACIÓN DE GRUPO SANGUÍNEO ABO - RhD	ENVÍO 1	01/01/11	28/02/11	✓	✓
PEEC 2011	EVALUACIÓN DE COAGULACIÓN (TP + TTPA)	ENVÍO 1	01/01/11	28/02/11	✓	✓
PEEC 2011	EVALUACIÓN DE HEMOGLOBINOMETRÍA (Hb)	ENVÍO 2	01/01/11	28/02/11	✓	✓
PEEC 2011	EVALUACIÓN DE LA DETECCIÓN Y/O IDENTIFICACIÓN DE ANTICUERPOS IRREGULARES	ENVÍO 3	01/01/11	28/02/11	✓	✓
PEEC 2011	EVALUACIÓN DE MORFOLOGÍA SANGUÍNEA	ENVÍO 4	01/01/11	28/02/11	✓	✓
PEEC 2011	EVALUACIÓN DE PRUEBAS CRUZADAS	ENVÍO 1	01/01/11	28/02/11	✓	✓
PEEC 2011	EVALUACIÓN DE RECUENTO DE RETICULOCITOS	ENVÍO 3	01/01/11	28/02/11	✓	✓

11. Aparecerá la opción "Enviar Resultados", donde usted deberá seleccionar para realizar el envío definitivo de sus resultados al coordinador PEEC y finalmente dar por terminado el proceso.

Identificación del Laboratorio y Programa PEEC

Código Laboratorio: LABORATORIO PRUEBAS METROLOGÍA - ISP
 PEEC: 2013
 Subprograma: 8311163 ENUMERACIÓN DE STAPHYLOCOCCUS AUREUS EN LECHE
 Envío: Envío 1
 Inicio de Envío: 28/05/13 Fin de Envío: 25/06/13 N° Evaluación: 0

[Visualizar Resultados](#)

Importante: Haga clic en la opción "Visualizar Resultados" antes de enviar los resultados definitivamente.

Advertencia: Al enviar los resultados definitivamente, no podrá realizar modificaciones posteriores. Si está de acuerdo, haga clic en "Enviar Resultados", de lo contrario, haga clic en "Volver".

[Enviar Resultados](#) [Volver](#)

12. Aparecerá en pantalla que usted ha enviado de forma exitosa sus resultados.



13. Cada participante, recibirá vía correo electrónico, una confirmación del ingreso satisfactorio de resultados. En caso contrario, verifique el correcto ingreso de la información solicitada.
14. El envío definitivo se debe realizar obligatoriamente hasta las 23:59 horas de la fecha establecida de recepción de resultados, de lo contrario sus resultados quedarán excluidos de la evaluación PEEC.
15. Finalmente, para salir del sistema seleccione la opción "Inicio", lo que lo re-direccionará a la página de inicio del sistema.



Usted podrá ingresar al portal PEEC desde la fecha de recepción del ítem de ensayo e ingresar sus resultados hasta las 23:59 horas de la fecha programada para el cierre de recepción de resultados. Cualquier duda o consulta, podrá ser resuelta por el coordinador PEEC hasta el día del cierre de recepción de resultados en horario de oficina. (correo electrónico metrologia@ispch.cl).