



## **PROTOCOLO DE ENSAYO DE APTITUD**

### **SP9 PLAGUICIDAS EN ALIMENTOS: Determinación de Carbaryl y Piricab en manzana**

**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:**

Ma. Natalia Gutiérrez V.-ISP  
Karina González N.-ISP  
Oscar Garrido G.-INN

Contacto: [oscar.garrido@inn.cl](mailto:oscar.garrido@inn.cl)

**Laboratorio Candidato de Metrología:**

Rodrigo Barriga

SP9- Versión 01 Mayo 2016

## CONTENIDO

I.	Introducción.....	4
II.	Descripción del ítem de ensayo- material de ensayo .....	4
III.	Desarrollo - Cronograma.....	4
IV.	Condiciones de transporte, manipulación y almacenamiento del material de ensayo .....	5
V.	Métodos de ensayo.....	5
VI.	Instrucciones sobre el informe de resultados.....	6
VII.	Códigos del participante.....	6
VIII.	Valor Asignado y evaluación de desempeño .....	6
IX.	Informe final .....	7
X.	Confidencialidad y codificación del participante.....	9
XI.	Requisitos de participación .....	8
XII.	Reunión final .....	8
XIII.	Comentarios.....	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.

El Subprograma 9 (SP9) "Determinación de Pesticidas en Alimentos", desarrollado desde el año 2003 por el PEEC – Química Ambiental y de Alimentos, está dirigido a la determinación cuantitativa de pesticidas en una matriz de alimento.

### **Objetivo:**

Los ensayos de intercomparación y/o pruebas de desempeño, permiten evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas por los laboratorios, y en este sentido son requeridos por los organismos acreditadores, con el fin de contar con mayores antecedentes que respalden la calidad de las prestaciones analíticas realizadas.

Por otra parte, son una herramienta valiosa del laboratorio para el sistema de aseguramiento de calidad, que permite hacer un diagnóstico del desarrollo de determinados ensayos y un aporte para el mejoramiento de la calidad de este.

El objetivo específico de este interlaboratorio es identificar y cuantificar en  $\mu\text{g}/\text{Kg}$  los pesticidas presentes en la muestra de alimentos enviada.

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

1. Carta cronograma
2. Material de Ensayo: Un ítem de ensayo
3. Testigo de Temperatura
4. Planilla de Resultados

## **II. DESCRIPCIÓN DEL ÍTEM DE ENSAYO- MATERIAL DE ENSAYO**

En la encomienda Ud. encontrará un Material de ensayo – denominado: Pesticidas en Alimentos, con su respectiva codificación (Código de la Muestra). El material de ensayo corresponde a una muestra de aproximadamente 60 g de muestra de pulpa de manzana.

Esta dispuesto en envases de vidrio color ámbar, sellados, etiquetados y codificados. Las muestras se mantuvieron almacenadas a temperatura de refrigeración 0-10°C y protegido de la humedad.

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](mailto:oscar.garrido@inn.cl).

### III. DESARROLLO – CRONOGRAMA

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

ACTIVIDAD	FECHA
Fecha Inicio de Inscripciones	11-09-2016
Plazo final envío de Formularios de Inscripción	30-09-2016
Notificación a Laboratorios inscritos y aceptados	07-10-2016
Envío de muestras a los participantes	25-10-2016
Plazo final envío de resultados por parte de los Laboratorios Participantes	25-11-2016
Entrega Informe Preliminar (B) de Resultados	14-11-2016
Plazo final envío de observaciones y apelaciones al Informe Preliminar	21-11-2016
Entrega Informe Final de Resultados	15-12-2016
Taller de Cierre	23-01-2017

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

#### Transporte:

Frasco de vidrio ámbar cerrada, con sello de seguridad, etiquetado y codificado. Mantener a temperatura de refrigeración 0-10°C.

Este transporte es realizado a temperatura de refrigeración.

La muestra está acompañada de un testigo de temperatura (que es un frasco que contiene glicerol o glicerina) el cual debe ser abierto inmediatamente una vez recepcionada la encomienda e introducir en él un termómetro para medir la temperatura de recepción de la muestra y registrar.

#### 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.

Las concentraciones de pesticidas contenidas en el material de ensayo pueden presentar un riesgo para la salud si es ingerido o si se tiene contacto con la piel y mucosas (evite el contacto directo con la sustancia), por lo cual le recomendamos leer y cumplir con las prácticas estándares de seguridad en el laboratorio, durante la realización del ensayo.

## **V. MÉTODOS DE ENSAYO**

### **Indicaciones:**

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

Se recomienda tomar una adecuada cantidad de muestra para la realización del análisis en duplicado. El rango de concentración de pesticidas presentes en la muestra es de 0,2 a 5 mg/Kg.

## **VI. INSTRUCCIONES SOBRE EL INFORME DE RESULTADOS**

Ud. Recibirá adjunto a la encomienda una plantilla denominada "Planilla de Resultados". Esta planilla debe ser llenada con letra legible, toda la información indicada (\*) debe ser llenada obligatoriamente. La planilla de resultado tiene 1 página en la cual se informan los datos del laboratorio y los resultados obtenidos de la muestra de ensayo.

Los datos solicitados en la planilla corresponden al promedio de los resultados obtenidos, es decir, la concentración del analito detectada por el laboratorio participante en la muestra, por lo cual ya se le ha aplicado en cada valor el factor de dilución. Los resultados, por lo tanto, deben estar expresados en mg/Kg de analito determinado en la muestra. Es importante reportar los resultados obtenidos con una cifra decimal.

El laboratorio debe reportar en la planilla de resultados el método analítico utilizado por el laboratorio y su referencia normativa (si corresponde).

Al llenar la Planilla de Resultados, asegúrese que los datos sean ingresados correctamente, revíselos antes de firmar. Envíe la planilla al coordinador del Ensayo de Aptitud del INN al correo electrónico [oscar.garrido@inn.cl](mailto:oscar.garrido@inn.cl) .

**Nota: Se recibirán solo aquellos resultados que sean en la planilla definida, con los antecedentes obligatorios completos y dentro de la fecha plazo establecida.**

**IMPORTANTE:**

La necesidad de confianza constante en el desempeño de los laboratorios no solo es esencial para los laboratorios y sus clientes, sino que también para otras partes interesadas, tales como las autoridades reglamentarias, el organismo de acreditación, y otras organizaciones que especifiquen requisitos para los Laboratorios.

Los Ensayos de Aptitud tienen como objetivo ayudar a los participantes a mejorar su desempeño técnico. No obstante, algunos participantes podrían dar una impresión falsamente positiva de sus capacidades. Por ejemplo, puede haber colusión entre los laboratorios y esto impide que se reciban resultados verdaderamente independientes o podría existir falsificación de resultados.

Las medidas tomadas por el ISP para evitar la colusión y falsificación de resultados son las siguientes:

- a) Se da a conocer el valor asignado después que los laboratorios participantes hayan enviado los resultados de sus ensayos. Por lo tanto, el laboratorio participante recién conoce el valor asignado cuando recibe el Informe Preliminar.
- b) No se aceptarán resultados de los participantes luego que se da a conocer el valor asignado a través del Informe Preliminar.
- c) Se ha establecido un plazo máximo para que cada participante envíe los resultados de las mediciones con la finalidad de evitar colusión.

Los participantes que sean sorprendidos realizando un acto de colusión o falsificación de resultados, perderán el derecho a la confidencialidad y facultará al coordinador del EA para aplicar las sanciones que estime pertinente, las que podrán ser:

- a) La incorporación de los antecedentes de colusión o falsificación de resultados en el informe del ensayo de aptitud identificando al (los) participante(s) sancionado(s).
- b) Notificación al Organismo Nacional de Acreditación, si es pertinente, y la suspensión de la participación en el presente EA y/o los posteriores, organizados por la Red Nacional de Metrología.

## **VII. CODIGOS DEL PARTICIPANTE**

El participante recibirá un código de identificación de Laboratorio. Este código alfanumérico será entregado por coordinador del INN mediante correo electrónico al participante, una vez confirmada y aceptada su participación en el Ensayo de Aptitud.

Cabe destacar que el código asignado es confidencial.

## VIII. VALOR ASIGNADO Y EVALUACION DE DESEMPEÑO

El establecimiento del valor asignado ( $\mu$ ) 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  $\pm 2$  a  $\pm 3$ .

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

Donde:

$x_a$  = resultado de los participantes

X = valor asignado

$\sigma_{pt}$  = 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**

El proveedor del EA preparará el Informe Preliminar B, el cual se hará llegar a cada laboratorio para su revisión y comentarios, si procede. Los comentarios y observaciones de los participantes en relación con los contenidos del informe, deberán ser notificados en un plazo máximo de 5 días hábiles, a partir de la fecha de envío del Informe Preliminar.

El informe preliminar podrá ser enviado por el coordinador del ensayo de aptitud del INN a cada participante.

El informe preliminar incluirá el resultado de todos los laboratorios participantes, excepto aquellos que:

- Enviaron resultados erróneos.
- Valores informados bajo el límite de detección.
- Enviaron resultados fuera de plazo.

Con las observaciones que correspondan aplicar se generará un Informe Final A que será enviado por el coordinador del ensayo de aptitud del INN a cada participante antes de la realización del Taller de Cierre. Asimismo, será publicado en el sitio web de metrología [www.metrologia.cl](http://www.metrologia.cl).

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.

## **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 completar la Formulario de inscripción, documento que se obtiene desde la sección servicios del sitio web [www.metrologia.cl](http://www.metrologia.cl). La ficha de adscripción debe ser enviada a [oscar.garrido@inn.cl](mailto:oscar.garrido@inn.cl) dentro de los plazos establecidos.

## **XII. TALLER DE CIERRE DE ENSAYO DE APTITUD**

Los participantes deberán asistir al Taller de cierre, durante esta instancia se expondrán los resultados generales de la ronda de ensayo de aptitud y se analizarán según la evaluación estadística realizada.

## **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.