



PROTOCOLO DE ENSAYO DE APTITUD

INN-ID-SP4/B-2019: DETERMINACIÓN DE ANÁLISIS PROXIMAL EN UNA MUESTRA DE HARINA DE QUÍNOA

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

INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA DE CHILE
DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL
SUBDEPARTAMENTO DE METROLOGÍA Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
SECCIÓN METROLOGIA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS
LABORATORIO CANDIDATO DE METROLOGÍA EN QUÍMICA AGUAS Y ALIMENTOS

SP4/B- Versión 02 – Octubre 2019

CONTENIDO

1)	Identificación del ensayo de aptitud	3
2)	Requisitos de participación	4
3)	Seguridad, responsabilidad y compromiso del laboratorio	5
4)	Descripción del ítem de ensayo	5
5)	Puntos de medición	5
6)	Confabulación entre los participantes o la falsificación de resultados	6
7)	Recepción, transporte y/o devolución del ítem de ensayo de aptitud	6
8)	Instrucciones sobre condiciones de almacenamiento y manipulación del ítem de ensayo	7
9)	Confidencialidad y codificación a cada laboratorio participante	8
10)	Descripción de la metodología a utilizar en las mediciones y/o análisis	8
11)	Desarrollo	8
12)	Recepción de los resultados obtenidos	9
13)	Evaluación estadística	9
14)	Reposición del ítem de ensayo correspondiente al mensurando perdido, dañados y medidas en caso de atraso.	11
15)	Informe preliminar (B).	11
16)	Taller de cierre	11
17)	Informe final (A)	11
18)	Bibliografía	11
19)	Anexos	12

1) Identificación del ensayo de aptitud

- **Introducción**

La División de Metrología del INN, coordina las actividades involucradas en la operación de un Programa de Ensayo de Aptitud Nacional (*Proficiency Testing – PT's*), a cargo de la Red Nacional de Metrología (RNM) con la finalidad de poner esta actividad al servicio de los laboratorios de ensayo y calibración del país.

Desde el año 2010 la RNM ofrece un Programa de Ensayos de Aptitud el cual es 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 Coordinación de Ensayos de Aptitud del Instituto de Salud Pública es la encargada de realizar todas las actividades involucradas en la operación de este Programa de Ensayo de Aptitud, con la finalidad de situar esta actividad al servicio de los laboratorios de ensayo y calibración del país.

- **Objetivo**

Evaluar el desempeño y competencia de los laboratorios participantes para determinación de análisis proximal en muestras de alimentos. Así, como para evaluar el desempeño continuo de los laboratorios acreditados.

- **Identificación del proveedor de ensayo de aptitud**

El proveedor del ensayo de aptitud, es el Laboratorio Candidato en Química Agua y Alimentos, correspondiente a la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos del Departamento de Salud Ambiental del Instituto de Salud Pública de Chile perteneciente a la Red Nacional de Metrología. Ubicado en Marathon 1000, Ñuñoa, Santiago de Chile.

- **Coordinación**

El programa de Ensayo de Aptitud Anual, es coordinado por la Coordinación de Ensayos de Aptitud del Instituto de Salud Pública.

Contactos:

Coordinador de Ensayo de Aptitud del ISP y Proveedor de Ensayo de Aptitud del LC:

Instituto de Salud Pública de Chile- Sección Metrología Ambiental y de Alimentos

QF. María Natalia Gutiérrez Vargas.

Teléfono : 56-2-25755531

Email : mgutierrez@ispch.cl

- **Subcontrataciones**

No se contratan actividades relacionadas con los ensayos de aptitud. A excepción del transporte de la encomienda ítem de ensayo que se realiza a través de Correos de Chile para los laboratorios nacionales.

2) Requisitos de participación

El laboratorio que participe en el presente ensayo de aptitud, deberá contar con el equipamiento, condiciones ambientales y conocimientos mínimos necesarios para la determinación de análisis proximal en muestras de alimentos.

El número máximo de participantes es de 10.

Los Laboratorios internacionales que desean participar, deberán asumir los costos para transportar el ítem de ensayo y gastos de aduana si es que son necesarios.

Los Laboratorios que no cumplan con los requisitos técnicos en relación con sus capacidades de medición del Ensayo de Aptitud, se le notificará por parte de la Coordinación de Ensayos de Aptitud del ISP, su NO INCORPORACIÓN, explicando los motivos que respaldan dicha decisión.

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

ACTIVIDAD	FECHA
Fecha Inicio de Inscripciones	09 / 09 / 2019
Plazo final envío de Formularios de Inscripción	30 / 09 / 2019
Notificación a Laboratorios inscritos y aceptados	01 al 11 / 10 / 2019
Envío de muestras a los participantes	28 / 10 / 2019
Plazo final envío de resultados por parte de los Laboratorios Participantes	22 / 11 / 2019
Entrega Informe Preliminar de Resultados	11 / 12 / 2019
Plazo final envío de observaciones y apelaciones al Informe Preliminar	16 / 12 / 2019
Entrega Informe Final de Resultados	20 / 12 / 2019
Taller de Cierre (Opcional)	20 / 12 / 2019

Se solicitará al laboratorio participante completar el envío del Formulario de Participación, antes de la fecha señalada en sitio web de metrología (<http://www.metrologia.cl/link.cgi/Servicios/>), como plazo de postulación.

El formulario de Inscripción debe ser enviado a mgutierrez@ispch.cl

La División de Metrología del INN promueve la realización de intercomparaciones, a través de los Laboratorios Candidatos de la Red Nacional de Metrología, RNM. El Sistema Nacional de Acreditación debe mantenerse informado de la oferta existente de programas de ensayo de aptitud, realizados por la Red Nacional de Metrología, para tener esta información a disposición de los laboratorios acreditados o en proceso de acreditación (DA-D01 INN).

3) Seguridad, Responsabilidad y Compromiso del laboratorio

En el caso de cualquier daño, pérdida del ítem de ensayo por la manipulación del laboratorio participante, este no será repuesto. El Laboratorio deberá informar al Coordinador de Ensayos de Aptitud por correo electrónico mgutierrez@ispch.cl esta situación.

4) Descripción del ítem de ensayo- material de ensayo

Este material está dirigido a Laboratorios de ensayo que realicen análisis químico para determinación de análisis proximal en muestras de alimentos y dispongan de metodología validada/verificada.

El material de la ronda de intercomparación, se denomina; “Ítem de ensayo de Aptitud para determinación de análisis proximal en muestras de alimentos” consiste en una porción homogénea de 70 g \pm 0,1 g de harina de quínoa que contiene una concentración conocida de los analitos en estudio.

El material de ensayo se dispone en un envase de vidrio, ámbar, tapa rosca, boca ancha, etiquetado y codificado. El material se almacena a temperaturas de refrigeración entre 2°C y 10°C.

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 del ISP al correo mgutierrez@ispch.cl.

5) Puntos de medición

Capacidad para cuantificar los siguientes mensurandos y unidades de medida:

PARÁMETRO	UNIDADES	DECIMALES
Humedad	g/100g	2
Cenizas	g/100g	4
Materia Grasa	g/100g	2
Proteínas	g/100g	2
Fibra dietaria Total	g/100g	2
Calcio	mg/kg	1
Cinc	mg/kg	1

Cobre	mg/kg	1
Hierro	mg/kg	1
Potasio	mg/kg	1
Sodio	mg/kg	1
Saponinas	%	1

6) Confabulación entre los participantes y/o falsificación de resultados

La necesidad de confianza constante en el desempeño de los laboratorios no sólo es esencial para los laboratorios y sus clientes sino también para otras partes interesadas, tales como las autoridades reguladoras, el organismo de acreditación, y otras organizaciones que especifican requisitos para los laboratorios”. Si se sospecha de confabulación entre los participantes y/o la falsificación de resultados, se aplicarán los procedimientos correspondientes. Si los resultados de la investigación confirman que existe confabulación entre los participantes o la falsificación de resultados, se dará aviso de manera inmediata al organismo nacional de acreditación, que radica en el Instituto Nacional de Normalización (INN) y a la autoridad reglamentaria correspondiente, si corresponde.

7) Recepción, transporte y/o devolución, embalaje del ítem de ensayo de aptitud.

a) Recepción:

Será obligación del laboratorio participante informar la recepción de la muestra del ensayo de aptitud, enviar foto a la llegada de la encomienda del ítem de ensayo a Coordinador de Ensayos de Aptitud ISP al correo mgutierrez@ispch.cl adjuntando además la “Hoja de Acuso recibo conforme” enviada con la encomienda.

b) Transporte:

Se utiliza gel refrigerante para conservar y mantener la cadena de frío durante el transporte (temperatura 2 a 10°C), evitando así que pueda verse afectada la integridad de la muestra.

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.

Si la muestra supera la temperatura de transporte (10°C) rechace la muestra del ítem. Si no va a realizar el análisis inmediatamente después de su recepción, mantener el material de ensayo almacenado a temperaturas de refrigeración y protegido de la luz hasta su análisis.

c) Embalaje:

El ítem de ensayo está empacado en un frasco, cerrado, y dentro de un envase secundario, correspondiente a una bolsa de aluminio plástica cerrada, dentro de un envase terciario de poliestireno expandido (EPS) con la finalidad de proteger la integridad de la muestra hasta la recepción en destino.

No corresponde devolver las encomiendas de los ítems de ensayos recepcionadas en mal estado (rechazadas), estas **deberán** ser eliminadas por el Laboratorio como residuo biológico y a su vez solicitar una nueva muestra enviando un correo electrónico mgutierrez@ispch.cl adjuntando imágenes del estado de la muestra rechazada.

8) Instrucciones sobre condiciones de almacenamiento y manipulación del ítem de Ensayo:

a) Al recepcionar la muestra:

- a) 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 de refrigeración (2°C - 10°C) hasta su análisis.
- b) Tomar nota del estado, fecha de recepción y hora en la “Hoja de Acuso recibo conforme que debe ser enviada al Coordinador de Ensayos de Aptitud.
- c) Verificar el código de la muestra.

b) Reconstitución y/o preparación Material Ensayo de Aptitud para su análisis:

- a) Retirar el frasco del lugar de almacenamiento.
- b) Mantener a temperatura ambiente unos minutos.
- c) Abrir el frasco en forma aséptica utilizando elementos de protección personal (delantal, guantes estériles, cofia, mascarilla, cubre calzado, etc.).
- d) Asegurar que las paredes externas del envase se encuentren limpias antes de proceder a abrir el material para evitar contacto con la piel.
- e) Se debe utilizar para el ensayo el contenido total de muestra enviada.
- f) Agitar la muestra para asegurar su homogeneidad, previamente al análisis, si es que corresponde.
- g) Tomar las cantidades adecuadas para la realización del análisis en duplicado para cada analito.
- h) Si no va a realizar el análisis inmediatamente después de su recepción, mantener el material de ensayo almacenado a temperaturas de refrigeración y protegido de la luz hasta su análisis.

c) Medidas de seguridad:

- Medidas de Primeros Auxilios: Ojos: Enjuague abundantemente, busque asistencia médica inmediata.
- Medidas contra fuego: No presenta riesgo de inflamación.
- Medidas para controlar derrames o fugas: Recoger el producto evitando la formación de polvo.

9) Confidencialidad y codificación a cada laboratorio participante

El participante recibirá un código alfanumérico correlativo de identificación de Laboratorio:

QAMAXX

Este código alfanumérico será entregado por coordinador de Ensayos de Aptitud del ISP mediante envío de carta certificada al participante, una vez confirmada y aceptada su participación en el Ensayo de Aptitud.

Cabe destacar que el código asignado es confidencial, y es exclusivamente conocido por el Coordinador de Ensayos de Aptitud ISP y el laboratorio participante.

Los resultados propios de cada laboratorio le serán comunicados en forma individual, sin embargo, tanto el nombre de los laboratorios participantes como los resultados globales, serán de conocimiento público en informe final con dicha codificación.

10) Descripción de la metodología a utilizar en las mediciones y/o análisis

El laboratorio podrá optar por utilizar el o los métodos de ensayo habituales que estime conveniente para la realización del ensayo de aptitud.

11) Desarrollo

El desarrollo de las actividades relacionadas con el Ensayo de Aptitud “SP4-B Determinación de Análisis Proximal en una muestra de Harina de Quinoa” es la señalada a continuación y las fechas de cada actividad se encuentran señaladas en el punto N°2 del presente Protocolo.

1. Publicación de la Programación anual de los EA, ofrecidos por la RNM, en el sitio web: www.metrologia.cl.
2. Publicación de Protocolo y Formulario de Inscripción del EA, en sitio web: www.metrologia.cl.
3. Proceso de inscripción de los laboratorios participantes, mediante envío de formulario.
4. Recepción de formularios de inscripción.
5. Recepción de las muestras o patrones por cada Laboratorio participante del EA.
6. Envío de códigos asignados por correo electrónico a cada Laboratorio participante.
7. Elaboración del Programa de mediciones de cada EA, según corresponda.
8. Desarrollo del Ensayo de Aptitud (desarrollo experimental de las mediciones).
9. Recepción de los resultados del Ensayo de Aptitud.
10. Elaboración, revisión y envío del Informe Preliminar a los participantes.
11. Reunión Final (Taller de Cierre), opcional.
12. Envío de Informe Final a los participantes.

12) Recepción de resultados obtenidos

El participante recibirá adjunto a la encomienda una planilla denominada “Planilla de Resultados”. Esta planilla debe ser llenada con letra legible y 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 de todas las lecturas obtenidas de la muestra de ensayo (ítem de ensayo).
- Los datos solicitados en la planilla corresponden al o los resultados obtenidos en la determinación del analito con las unidades y decimales indicadas en punto N° 5 del presente Protocolo.
- El laboratorio debe reportar y describir en la planilla de resultados el método analítico utilizado por el laboratorio y su referencia normativa (si corresponde).
- El laboratorio deberá reportar las condiciones ambientales de temperatura durante la medición.
- El informe de resultados no deberá indicar el nombre del laboratorio, timbra o pie de firma que pueda indicar o revelar el nombre del laboratorio participante.
- Para mencionar a los analistas o de quién reporta los resultados utilice las iniciales de responsabilidad de cada uno.

Al llenar la Planilla de Resultados, asegúrese que los datos sean ingresados correctamente, revíselos antes de firmar.

Los resultados deberán enviarse vía correo electrónico en el plazo del cronograma establecido al correo electrónico mgutierrez@ispch.cl . No se considerarán el reporte de resultados fuera de la fecha indicada o enviada a otra persona.

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

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

13) Evaluación estadística

Se realizará el análisis de datos inconsistentes en base al método Test de Grubbs solo si se cuenta con una cantidad suficiente de datos, es decir superior a 8 ($n > 8$), a fin de establecer los valores anómalos.

Una vez establecido los datos anómalos, se procede a realizar el análisis estadístico basado en el z-Score, sin ser excluidos los valores anómalos.

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

- Obtenido del Certificado del Material de Referencia.

- Test de Homogeneidad de Material de Referencia.
- Test de Kernel, aplicando un 0,75% de la desviación estándar establecida para el ensayo.
- Valor de consenso de los participantes.

El establecimiento de la desviación estándar (σ_{pt} ó DE) del ensayo de aptitud, se realiza a través del modelo estadístico de Horwitz en base a la ecuación de Horwitz se determina el Coeficiente de variación para el valor asignado del analito expresada en fracción de masa (c).

$$CV_h\% = 2^{1 - 0.5 \log C} \text{ luego, } \sigma_{pt} = (V_a \times CV_h\%) / 100$$

Dónde, C es igual al valor nominal del analito expresado en potencia de 10. Ejemplo: 1 mg/L = $1 \times 10^{-6} = 0,000001$.

Excepcionalmente se podrá utilizar la desviación estándar de la robusta.

El análisis estadístico z-score es utilizado para las rondas de ensayo de aptitud cuantitativo del Programa de Evaluación Externa de la Calidad (PEEC) de Microbiología de alimentos (MA) y Química ambiental y de Alimentos (QAA).

El z-score es un puntaje de desempeño el cual compara 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.

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

Dónde:

x_a = resultado de los participantes.

X = valor asignado.

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

Se pueden presentar diferencias al comparar cálculos de z-score realizados por los participantes con los obtenidos con la planilla de cálculo Excel debido a efectos de redondeo. Los informes PEEC reportan los resultados z-score con 2 decimales.

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

$Z \leq 2,00$	<i>Es decir, entre -2,00 y +2,00 el resultado del laboratorio es satisfactorio.</i>	S
$2,00 < Z < 3,00$	<i>Es decir, entre -2,01 y -2,99 y; entre +2,01 y +2,99 el resultado del laboratorio es cuestionable.</i>	C
$Z > 3,00$	<i>Es inferior a -3; ó mayor a +3 el resultado del laboratorio es no satisfactorio, es decir, insatisfactorio.</i>	I

14) Reposición de ítem de ensayo correspondiente al mensurando (ítem de ensayo) perdido, dañado y medidas en caso de atraso

En caso de pérdida del ítem de ensayo durante el traslado desde el LC-RNM (ISP) al Laboratorio Participante, el laboratorio deberá informar en un plazo no superior a 5 días la no recepción del ítem de ensayo, y de este modo se le hará llegar una nueva muestra.

Cualquier inconveniente 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 del ISP a través de los contactos señalados en el punto de "Coordinación" siguiendo las directrices señaladas en el punto N°7 letra c) del presente Protocolo.

15) Informe Preliminar (B)

El Proveedor del Ensayo Aptitud 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 ISP a cada participante.

El informe preliminar incluirá el resultado de todos los laboratorios participantes, excepto aquellos que enviaron resultados fuera de plazo.

16) Taller de Cierre (Opcional)

Para finalizar el ensayo de aptitud los participantes serán invitados a 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 realizada. La información sobre el Taller de Cierre será publicada oportunamente en la página de la División de metrología del INN: <http://www.metrologia.cl> si se optara por realizarlo.

17) Informe final (A)

Con las observaciones que correspondan aplicar, se generará un Informe Final A que será enviado por el coordinador del ensayo de aptitud del ISP a cada participante y además será publicado en el sitio web de metrología www.metrologia.cl.

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

El informe final será enviado por el Coordinador del Ensayo de Aptitud del ISP (QF. María Natalia Gutiérrez Vargas) a cada participante o publicado en el sitio Web www.metrologia.cl.

18) Bibliografía

- NCh-ISO/IEC 17043 Evaluación de la Conformidad- Requisitos generales para los ensayos de aptitud
- Guía RNM-01 “Elaboración de protocolo para ensayo de aptitud organizados por la Red Nacional de Metrología- División de Metrología del INN.
- DA- D01- Directrices para la participación en ensayos de aptitud y otras comparaciones para laboratorios-División de Acreditación del INN.

19) Anexos

Para informarse de este y otros ensayos de aptitud organizados por la Red Nacional de Metrología (RNM). Visite la página WEB de la División de metrología del INN en www.metrologia.cl.

Para mayor información sobre el laboratorio designado (LD) del Instituto de Salud Pública de Chile, visite el sitio WEB: www.ispch.cl