

SUBPROGRAMA MACRONUTRIENTES:  
ANÁLISIS PROXIMAL Y METALES

INFORME DE ENSAYO DE APTITUD  
PEEC- SP4-2010  
PARTE 1: METALES (SODIO Y HIERRO)

**PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD  
PEEC QUÍMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS**

Departamento Salud Ambiental  
Instituto de Salud Pública de Chile  
Avda. Marathón 1000, Ñuñoa  
Santiago de Chile

**Redactor Técnico:**

Q.F. Soraya Sandoval R.

**Publicación Autorizada por:**

Qco. Rubén verdugo  
30.09.2010.

[soraya@ispch.cl](mailto:soraya@ispch.cl)

Teléfono: (56)(2)5755498

## CONTENIDO

LISTA DE PARTICIPANTES.....	2
RESPONSABLES.....	3
INTRODUCCIÓN.....	3
MATERIAL DE ENSAYO.....	4
CRONOGRAMA.....	4
ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	5
RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC.....	7
ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS.....	7
EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO.....	8
COMENTARIOS Y SUGERENCIAS.....	8
GLOSARIO.....	9
REFERENCIAS.....	9
ANEXOS.....	10

## 1. Lista de Participantes

5M S.A.	Talcahuano	Chile
Biotecmar Servicios de la Universidad Católica de la Stma. Concepción	Talcahuano	Chile
Centro de Alimentos-Instituto de Nutrición y Tecnología de los alimentos (INTA)- Universidad de Chile	Santiago	Chile
Centro especializado en Ciencia y Tecnología de los alimentos CECTA- USACH	Santiago	Chile
Certificaciones del Perú	Callao	Perú
DICTUC S.A.	Santiago	Chile
GCL Fundación Chile Concepción	Concepción	Chile
GCL Fundación Chile Santiago	Santiago	Chile
Granolab- Granotec Chile S.A.	Santiago	Chile
Laboratorio Ambiental de San Felipe-SEREMI de Salud Región de Valparaíso	San Felipe	Chile
laboratorio Ambiental de Valparaíso-SEREMI de Salud Región de Valparaíso	Valparaíso	Chile
Laboratorio Ambiental de Viña del Mar- SEREMI de Salud Región de Valparaíso	Viña del Mar	Chile
Laboratorio Ambiental O'Higgins	Rancagua	Chile
Laboratorio Aquagestion sede Alto Bonito ex Laboratorio del Pacífico	Puerto Montt	Chile
Laboratorio Asistec , Escuela de Ingeniería de Alimentos, PUCV	Valparaíso	Chile
Laboratorio Central Control de Calidad-Cía Molinera San Cristobal S.A.	Santiago	Chile
Laboratorio de Alimento y Agua- Universidad de la Frontera	Temuco	Chile
Laboratorio de Nutrición Animal y Medio Ambiente - Centro Regional de Investigación	Osorno	Chile
laboratorio de salud ambiental SEREMI de Salud Región Metropolitana	Santiago	Chile
Laboratorio de Salud Ambiental y Ocupacional	Antofagasta	Chile
Laboratorio de Servicios-ICYTAL-Univ. Austral de Chile	Valdivia	Chile
Laboratorio del Ambiente Osorno	Osorno	Chile
Laboratorio del Ambiente SEREMI de Salud Coquimbo	La Serena	Chile
Laboratorio del Ambiente SEREMI de Salud Tarapaca	Iquique	Chile
Laboratorio del Ambiente Valdivia- SEREMI de Salud Región de Los Ríos	Valdivia	Chile
Laboratorio División Alimentos- CESMEC SA- SEDE IQUIQUE	Iquique	Chile
Laboratorio División Alimentos- CESMEC SA- SEDE SANTIAGO	Santiago	Chile
Laboratorio División Alimentos- SEDE TALCAHUANO	Talcahuano	Chile
Laboratorio Salmones Multiexpor SA	Puerto Montt	Chile
Laboratorio Satélite SEREMI Salud Magallanes- Punta Arenas	Punta Arenas	Chile
Laboratorio SEMA Ltda.	Melipilla	Chile
Labotario Ambiental Llanquihue	Puerto Montt	Chile
Labs&testing Chile S.A. - Sede Santiago	Santiago	Chile
Labs&testing Chile S.A. - Sede Talcahuano	Talcahuano	Chile
Labser Ltda.	Rancagua	Chile
Química para Alimentos- Instituto de Investigaciones y Control	Santiago	Chile
Sección Química de Alimentos y Nutrición, Instituto de Salud Pública de Chile	Santiago	Chile
Unidad Laboratorio Análisis, Área Investigación y Desarrollo, Corpora Tres Montes	Valparaíso	Chile

## 2. Responsables

Los profesionales que colaboraron en el desarrollo de este trabajo fueron:

- Q.F. Soraya Sandoval (Coordinador de Ensayos de Aptitud PEEC- Química Ambiental y de Alimentos)
- Ing. E. Amb. Marcelo Soto
- T. Claudia Nuñez

## 3. Introducción

---

Dentro de las actividades analíticas es siempre importante mantener la excelencia por lo que muchos laboratorios practican algún tipo de aseguramiento de la calidad de los servicios entregados. Como medio de control externo de la calidad se encuentra la participación en los ensayos interlaboratorios y que muchas veces son requeridos por los organismos acreditadores. El ISP, a través del Departamento de Salud Ambiental, organiza rondas de ensayos de aptitud en alimentos, el presente informe corresponde al Subprograma 4 (SP-4) : “ Determinación de macronutrientes en Alimentos”, desarrollado por el PEEC – Química de Alimentos y Ambiental , que esta dirigido al análisis de los siguientes analitos: Análisis proximal (cenizas totales, lípidos totales, proteínas, humedad) y metales, en una matriz de alimentos.

La ronda se debio dividir en 2 etapas: Parte 1- Metales (Hierro y Sodio) y Parte 2 –Análisis Proximal, el contenido del presente informe solo aborda la Parte 1.

El objetivo principal de un análisis proximal es determinar, el contenido los componentes de un alimento. De esta manera, se puede conocer el valor nutritivo de un producto.

<b>INFORMACION NUTRICIONAL</b>	
<b>Porción:</b> ..... unidades (...g)	
<b>Porciones por envase:</b> .....	
	100 g    1 porción ó 100 ml
<b>Energía (kcal)</b>	
<b>Proteínas (g)</b>	
<b>Grasa total (g)</b>	
Grasa saturada (g)	
Ácidos grasos trans (g)	
Grasa monoinsat (g)	
Grasa poliinsat (g)	
Colesterol (mg)	
<b>Hidratos de carbono disponibles (g)</b>	
<b>Sodio (mg)</b>	
<b>Potasio (mg)</b>	

#### 4. Material de Ensayo - Envío

---

El material de ensayo enviado al laboratorio fue:

- a) **Material de Ensayo Tipo 2** en envase bolsa plástica transparente etiqueta circular color **azul**: Corresponde a una muestra de alimento de regimenes especiales a base de almidón de maíz de cantidad 15 g. con sello de garantía de cierre ISP. **Esta muestra está destinada al análisis de hierro y sodio.**

Dichas muestra fueron elaboradas por el Instituto de Salud Pública de Chile bajo las directrices de la ISO 43, se realizó el test de homogeneidad correspondiente a través del método analítico NMKL N° 161 Absorción atómica Llama por Digestión de microondas.

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el ensayo de aptitud, tipo interlaboratorios. Indicándose a los participantes que se debían cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo. Se recomendó a los participantes el uso de los métodos rutinarios del laboratorio para analizar la muestra de ensayo, así como incluir, si es posible, la muestra, dentro de una partida analítica. Además, se solicitó a los participantes que informarán el tipo de método analítico utilizado para la realización de cada ensayo.

Los valores asignados a los materiales de ensayo de acuerdo a la documentación entregados por los proveedores son:

Material Tipo 2:

<b>Hierro</b>	<b>49,804 mg/Kg</b>
---------------	---------------------

El valor de asignado obtenido del análisis estadístico de densidad de Kernel, de los resultados reportados por los participantes:

<b>Sodio</b>	<b>3734,67 mg/Kg</b>
--------------	----------------------

#### 5. Cronograma

---

Envío de material de ensayo(*)	25/Noviembre/2010
Fecha límite de envío de resultados	22/Diciembre/2010
Envío informe de ensayo de aptitud	20/Enero/2011

(\*): El cambio en la fecha programada en el cronograma 2010, se debió a un retraso en la recepción del material de referencia certificado para el análisis proximal, razón por la cual la ronda fue separada, Parte 1 y 2.

## 6. Análisis estadístico

---

### 6.1. Datos Inconsistentes:

Se evaluaron estadísticamente los datos anómalos en base al método estadístico de Grubbs. Una vez establecido los datos anómalos, sin ser estos excluidos, se procedió a realizar el análisis estadístico basado en el Z-score.

### 6.2. Z-score:

Para poder comparar diferentes resultados de análisis cuantitativos, derivados de distintos métodos de análisis, material de ensayo y concentración del analito los resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios son transformados a valores estándares (Z-score).

El Z-score estima el error que existe entre el resultado informado y el valor asignado del material de ensayo, y la desviación estándar del ensayo de aptitud. El z-score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:

$$Z = \frac{X - X_a}{\sigma_p}$$

Donde:

**Z**= Valor Z-score

**X**= Concentración reportada del analito en el material de ensayo

**X<sub>a</sub>**= Valor asignado o de referencia

**σ<sub>p</sub>** = Desviación estándar del ensayo de aptitud.

La desviación estándar del ensayo de aptitud, fue calculada en base al modelo estadístico de Horwitz. El valor de Horwitz es reconocido como un criterio de "adecuación para los fines establecidos" en los ensayos de aptitud.

$$\sigma = 0,02 c^{0.8495}$$

Donde:

**c** es la concentración expresada en fracción masa (%=10<sup>-2</sup>, mg/kg=10<sup>-4</sup>).

En cualquier grupo de datos con distribución normal (Ver figura 1), los z-scores deberán estar entre el rango de  $\pm 2$  a  $\pm 3$ .

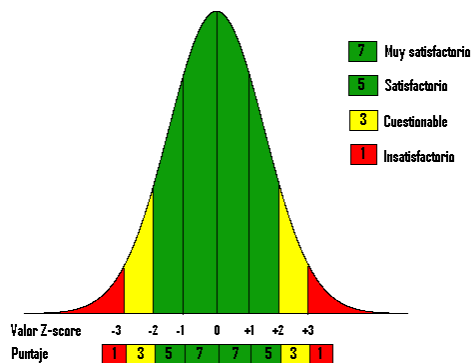


Figura 1

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

**[ Z ] ≤ 2:** es decir, entre -2 y +2, el resultado del laboratorio es satisfactorio.

**2 < [ Z ] < 3 :** es decir, entre -2,1 y < -3 y; entre +2,1 y < +3, el resultado del laboratorio es cuestionable.

**[ Z ] ≥ 3:** el resultado del laboratorio no satisfactorio, es decir, insatisfactorio.

Cabe señalar que para los fines del ensayo de aptitud es la evaluación Z-score individual la correspondiente al laboratorio, la que debe ser considerada como el resultado del análisis estadístico del presente interlaboratorios. Solo con el fin de realizar una evaluación global de desempeño del conjunto de los analitos, se asignó un puntaje a cada valor Z-score obtenido para cada analito y se calculó el promedio obtenido por el laboratorio. Esta evaluación solamente entrega una visión general del desempeño del laboratorio en el ámbito de los macronutrientes por estos analizadas.

Valor Z-score	Puntaje
$Z \leq [1]$	7
$[1] < Z \leq [2]$	5
$[2] < Z < [3]$	3
$Z \geq [3]$	1



Respecto al puntaje promedio la evaluación en cuanto a calificación es la siguiente:

7 :	Altamente satisfactoria o muy satisfactoria
6-5:	Satisfactoria
4-3:	Cuestionable
1-2:	Insatisfactoria

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al código (confidencial) asignado a su laboratorio, el que fue notificado junto al envío de la muestra de ensayo.

## 7. Resultados informados por los participantes del PEEC

### 7.1.- DATOS

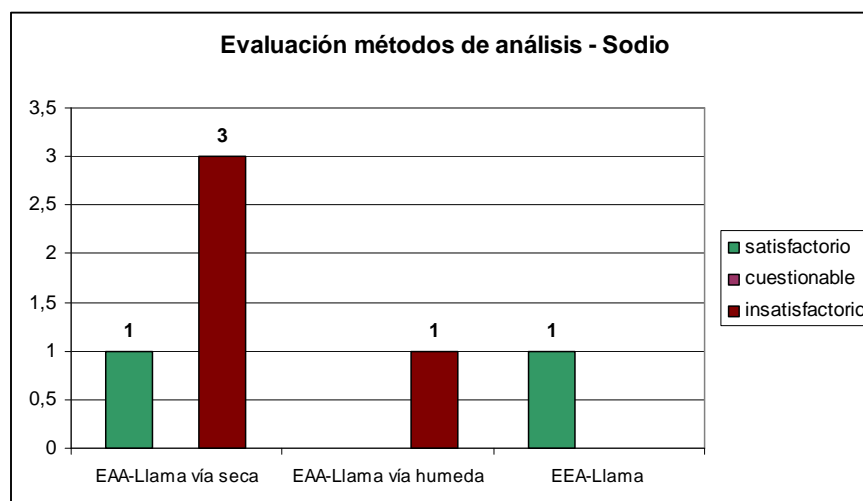
Los resultados enviados por los participantes se presentan en las tablas N° 3, que se encuentran en los anexos.

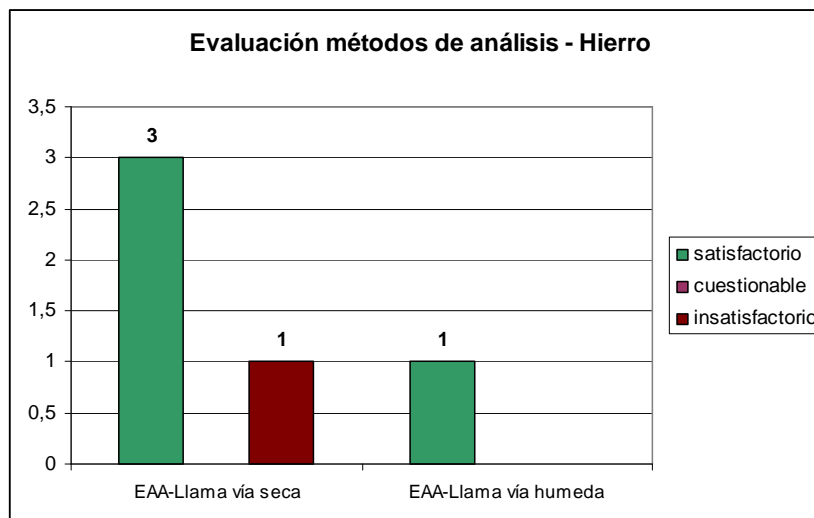
De los 38 laboratorios adscritos: 15 enviaron los resultados dentro del plazo establecido, 5 laboratorios informaron que no participarían específicamente en metales, lo que se expresa en un 40 % de respuesta en general.

### 7.2.- Métodos

Respecto de los métodos informados por los laboratorios que fueron utilizados para la determinación de los analitos se puede comentar que:

En el caso de los metales, ambos fueron analizados por absorción atómica llama utilizando los métodos AOAC 985,35 y 999,11 principalmente. En cuanto a los laboratorios que reportaron el método utilizado se puede observar lo siguiente:





## 8. Análisis estadístico de los resultados informados

En relación a la determinación de datos anómalos informados, la evaluación estadística reporto los siguientes resultados:

**TABLA N° 1: Resumen análisis estadístico muestra N° 2**

	Sodio	Hierro
n	13	13
Valor asignando	3734,7	49,804
$\sigma_p$	173,2587	4,4251
N° anómalos	0	2

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 4 ( en anexos) se señalan los resultados z-score obtenidos.

Se realizaron los gráficos (ver anexos gráficos N° 1) de dispersión lineal, sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios para cada analito. Indicándose los límites de satisfactorio y cuestionable. Se realizaron gráficas circulares para expresar los resultados satisfactorios obtenidos en cada caso de metales en alimentos.

## 8. Evaluación de desempeño

La calificación respecto de la evaluación global de metales se puede observar en las Tablas N° 5.

Si bien, algunos laboratorios no realizaron todos los análisis, se promedió en relación al número de resultados informados. Los gráficos circulares de la evaluación de desempeño se encuentran en los anexos gráficos N° 2.

Algunos laboratorios obtuvieron resultados satisfactorios en la evaluación individual de cada parámetro. Sin embargo, en algunos casos la evaluación parcial fue deficiente para alguno de los parámetros lo que afectó la evaluación de desempeño global.

## 9. Comentarios y Sugerencias

---

- a) En cuanto a la baja participación de los laboratorios (40%), se reitera los participantes, la importancia de enviar los resultados dentro del plazo establecido, debido a que inmediatamente cerrado el plazo, se inicia la evaluación estadística de los datos recepcionados.
- b) En relación a los resultados parciales, los resultados informados para cenizas totales en ambas muestras presentan un alto porcentaje de satisfactoriedad.
- c) Sugerimos a los laboratorios que cuenten con un Z-Score dentro del rango de cuestionables o cercano a sobrepasar el límite de satisfactoriedad, evaluar las posibles causas de desviación de resultados.
- d) Existiendo valores de Z-Score muy superiores a [3] es importante que dichos laboratorios evalúen las causas del error del resultado, desde el punto de vista de cálculos de resultados y analítico, a fin de realizar las correspondientes medidas correctivas.
- e) La versión oficial del presente informe se encuentra publicado en la página Web: [www.ispch.cl](http://www.ispch.cl)

## 10. Glosario

---

**Material de Referencia (MR):** Es el material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y están bien definidos para permitir utilizarlos para la calibración de un instrumento, la evaluación de un método de medición o la asignación de valores a los materiales.

**Valor de Referencia:** Un valor que sirve como referencia de comparación previamente acordada y el cual deriva de:

A.- Un valor establecido o teórico, basado en principios científicos.

B.- Un valor asignado o certificado, basado en el trabajo experimental de algunas organizaciones nacionales e internacionales.

C.- Un valor consensuado o certificado, basado en el trabajo experimental colaborativo bajo el auspicio de un grupo científico o de ingeniería.

D.- Cuando a), b) y c) no están disponibles, la experimentación de una cantidad (mensurable), es decir, la medida de una población especificada de medidas.

**Desviación estándar ( $\sigma$ , SD):** Es la medida de cómo se dispersan los valores alrededor de la medida en la distribución de valores.

**z-score:** Puntuación estadística estándar, puntuación típica, puntuación de la Z. Corresponde a una puntuación estadística. El Z-score es el valor de una medida en un individuo dado comparado con un grupo similar, se calcula, en base a la media y la desviación estándar del grupo o el valor de referencia establecido, es decir, representa el número de DS por encima o debajo del valor medio o de referencia

## 11. Referencias

---

1. NCh 2445/1 y2 (1999). Ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorio. INN
2. "Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A
3. ISO 13528:2005 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
4. The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp 145-196.
5. AMC technical brief (2006). Representing data distribution with kernel density estimates.

## 12. Anexos

Tabla N° 3. Resultados promedios reportados por los laboratorios para muestra tipo 2

Código Laboratorio	N°	Sodio mg/Kg	Hierro mg/Kg
QAA0305	4	3980,47	42,535
QAA0309	63	***	32,373
QAA0310	*	*	*
QAA0311	32	4294,827	47,73
QAA0312	*	*	*
QAA0313	****	****	****
QAA0314	69	3157,5	45,7
QAA0315	*	*	*
QAA0317	**	**	**
QAA0319	54	3845,6	42,5
QAA0321	76	4054,4	**
QAA0322	50	2707,29	51,836
QAA0323	*	*	*
QAA0324	*	*	*
QAA0325	30	4381,5	44,18
QAA0328	*	*	*
QAA0329	*	*	*
QAA0331	No indica	4779,45	49,126
QAA0332		**	**
QAA0334	*	*	*
QAA0336	*	*	*
QAA0338	61	3628,3	57,2
QAA0340	*	*	*
QAA0341	****	****	****
QAA0342	****	****	****
QAA0345	****	****	****
QAA0350		**	**
QAA0353	*	*	*
QAA0359		**	**
QAA0360	*	*	*
QAA0363	57	**	**
QAA0366	53	3440,543	***
QAA0368	23	***	43,1
QAA0373	*	*	*
QAA0374	22	3444,2	10,9
QAA0377	56	3707,878	47,573
QAA0383		**	**
QAA0384		3007,115	139,021

\*: No envía planilla de resultados.

\*\* : No participa, el laboratorio informa que en cuanto al análisis de macronutrientes específicamente no participara en el análisis de metales.

\*\*\*: No informa resultado.

\*\*\*\*: No informa sus resultados dentro del plazo establecido en el cronograma.

Tabla N° 4: Valores Z-score- Muestra Tipo 2

Código Laboratorio	Z-score Sodio	Z-score Hierro
QAA0305	1,4	-1,6
QAA0309		-3,9
QAA0310		
QAA0311	3,2	-0,5
QAA0312		
QAA0313		
QAA0314	-3,3	-0,9
QAA0315		
QAA0317		
QAA0319	0,6	-1,7
QAA0321	1,8	
QAA0322	-5,9	0,5
QAA0323		
QAA0324		
QAA0325	3,7	-1,3
QAA0328		
QAA0329		
QAA0331	6,0	-0,2
QAA0332		
QAA0334		
QAA0336		
QAA0338		
QAA0340		
QAA0341		
QAA0342		
QAA0345		
QAA0350		
QAA0353		
QAA0359		
QAA0360		
QAA0363		
QAA0366	-1,7	
QAA0368		-1,5
QAA0373		
QAA0374	-1,7	-8,8
QAA0377	-0,2	-0,5
QAA0383		
QAA0384	-4,2	20,2

Tabla 5: Evaluación de desempeño de laboratorios muestra tipo 2

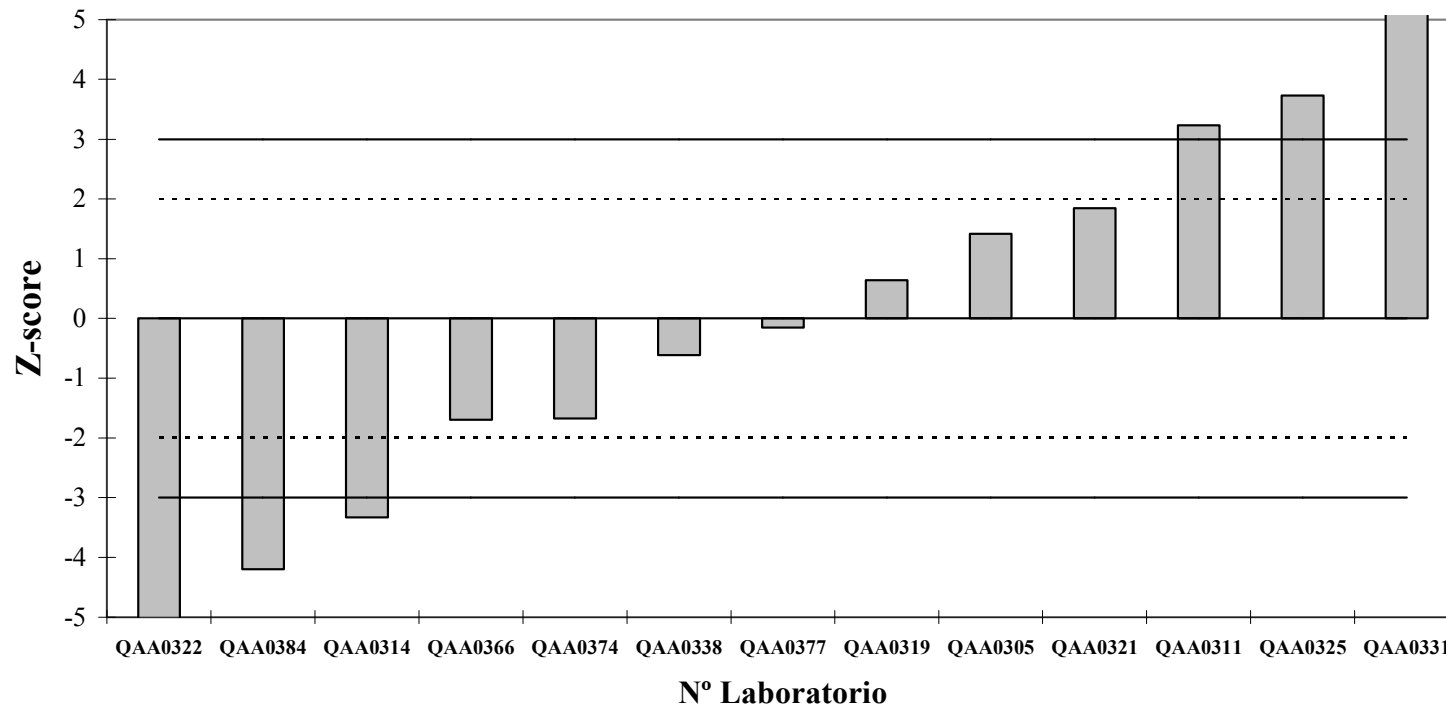
Código laboratorio	Puntaje Sodio	Puntaje Hierro	Promedio Puntaje	Evaluación Global
QAA0305	5	5	5	Satisfactoria
QAA0309		1	1	Insatisfactoria
QAA0310				
QAA0311	1	7	4	Cuestionable
QAA0312				
QAA0313				
QAA0314	1	7	4	Cuestionable
QAA0315				
QAA0317				
QAA0319	7	5	6	Satisfactoria
QAA0321	5		5	Satisfactoria
QAA0322	1	7	4	Cuestionable
QAA0323				
QAA0324				
QAA0325	1	5	3	Cuestionable
QAA0328				
QAA0329				
QAA0331	1	7	4	Cuestionable
QAA0332				
QAA0334				
QAA0336				
QAA0338				
QAA0340				
QAA0341				
QAA0342				
QAA0345				
QAA0350				
QAA0353				
QAA0359				
QAA0360				
QAA0363				
QAA0366	5		6	Satisfactoria
QAA0368		5	5	Satisfactoria
QAA0373				
QAA0374	7	1	4	Cuestionable
QAA0377	7	7	7	Altamente satisfactorio
QAA0383				
QAA0384	1	1	1	Insatisfactoria

Gráficos N° 1: Gráficos de distribución Z-score Muestra Tipo 2

**Sodio en matriz de alimento regimenes especiales, Ronda PEEC, SP4, 2010.**

**Distribución de Z-score.**

**Valor Asignado: 3734,67 Unidades: mg/Kg.**

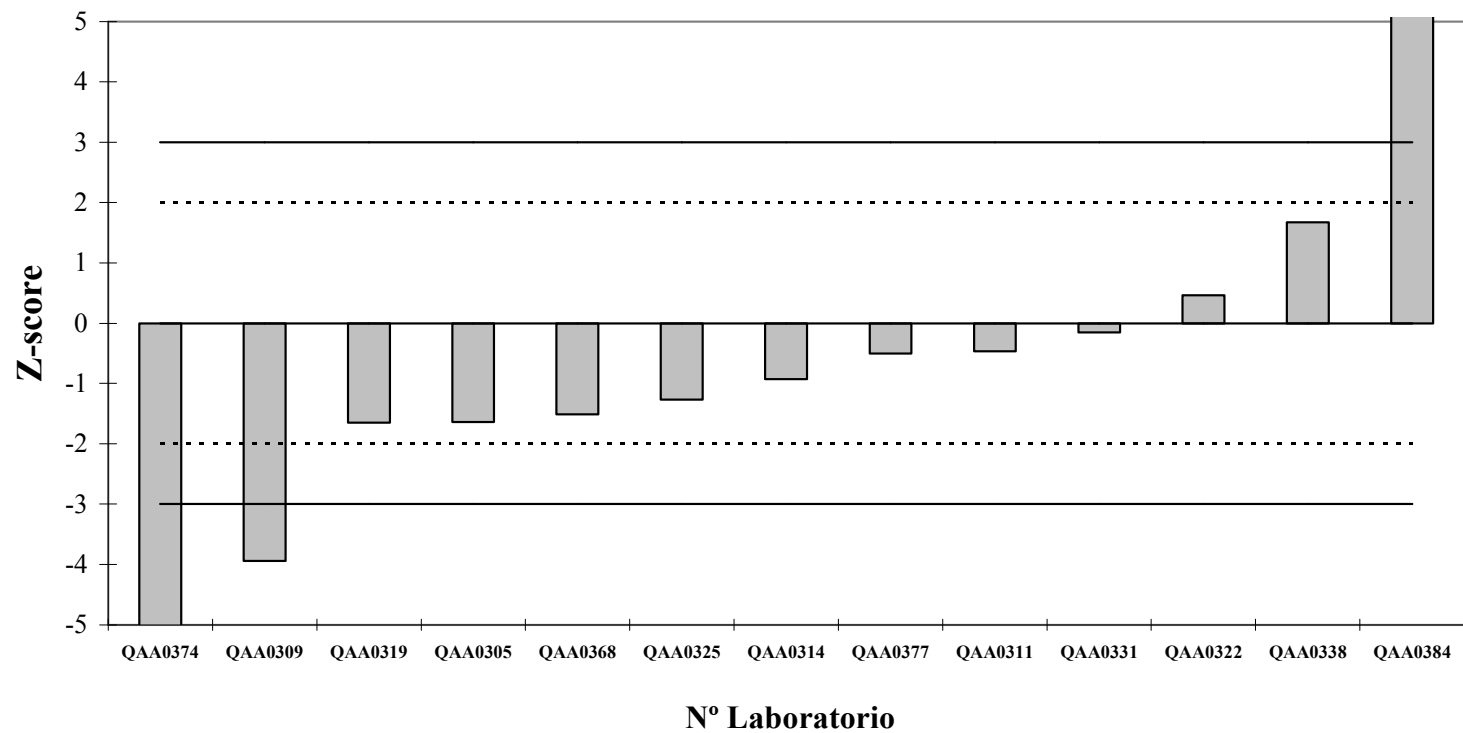




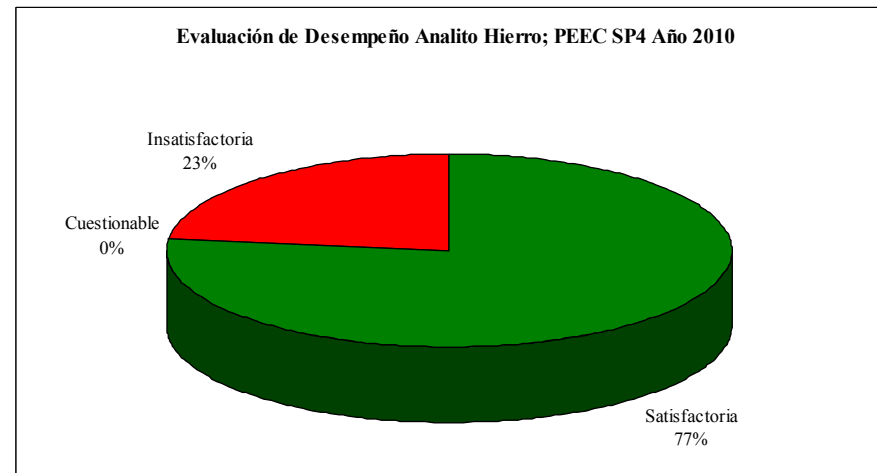
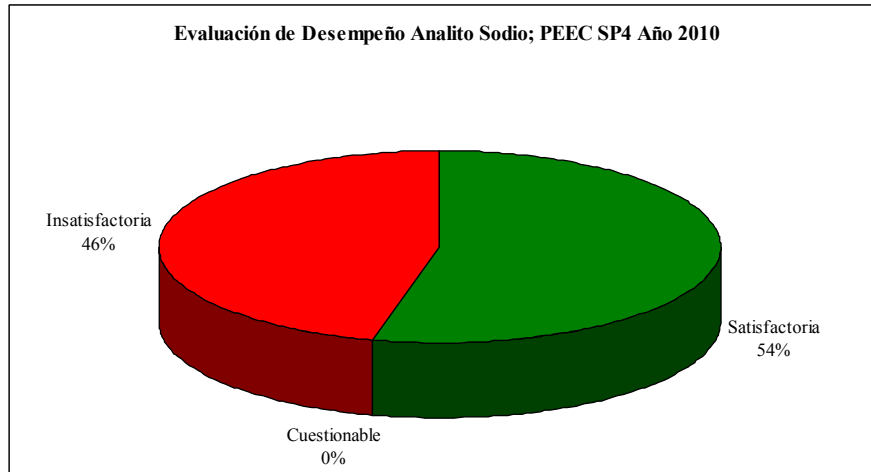
**Hierro en matriz de alimento de regimenes especiales, Ronda PEEC, SP4, 2010.**

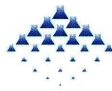
**Distribución de Z-score.**

**Valor Asignado: 49,804 Unidades: mg/Kg.**



**Gráficos N° 2:** Gráficos de Evaluación de Desempeño- Muestra Tipo 2





**PEEC**

PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

