

PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD PEEC | QUÍMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS

SUBPROGRAMA ANÁLISIS DE METALES EN HIDROBIOLÓGICOS: ARSÉNICO Y CADMIO.

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | PEEC SP1-2016 V.0



P E E C
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD



SUBPROGRAMA ANÁLISIS DE METALES EN HIDROBIOLÓGICOS:
ARSÉNICO Y CADMIO.

Coordinador(S) Ensayos de Aptitud:

I.A. Karina González Navea
16-01-2017 V.0

Autorizado por:

Jefe Departamento Salud Ambiental
Qco. Isel Cortés Nodarse



P E E C
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

SUBPROGRAMA ANÁLISIS DE METALES EN HIDROBIOLÓGICOS: ARSÉNICO Y CADMIO.

CONTENIDO

1. LISTA DE PARTICIPANTES	4
2. RESPONSABLES	4
3. INTRODUCCIÓN	4
4. MATERIAL DE ENSAYO	4
5. CRONOGRAMA	5
6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO	6
7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC	7
8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS	7
9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO	7
10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS	8
11. REFERENCIAS	8
12. ANEXOS	9

1. LISTA DE PARTICIPANTES

5M S.A	TALCAHUANO
AQUAGESTION	PUERTO VARAS
BIOTECMAR SERVICIOS UNIVERSIDAD CATÓLICA DE LA SANTÍSIMA CONCEPCIÓN	CONCEPCIÓN
CESMEC S.A.	CONCEPCIÓN
CORTHORN QUALITY CHILE S.A.	SANTIAGO
GCL, GESTIÓN DE CALIDAD Y LABORATORIO	SANTIAGO
FAVET, LABORATORIO DE FARMACOLOGÍA VETERINARIA, UNIVERSIDAD DE CHILE	SANTIAGO
LABORATORIO ASISTEC, ESCUELA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS, PUCV	VALPARAISO
LABORATORIO CTS DE SGS CHILE	SANTIAGO
SILOB LABORATORIO PUERTO MONTT	VALPARAISO
VIAMED TECHNICAL LABORATORY S.A.	SANTIAGO

2. RESPONSABLES

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- I.A. Karina González (Coordinador(S) Ensayos de Aptitud)

Colaboradores:

- Téc. Gabriel Zambrano (Preparación de cajas y etiquetado, preparación y embalaje de ítems de ensayo).
- Q.F. Soraya Sandoval (Revisión Informe)

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación del ensayo de intercomparación del Subprograma “Análisis de Metales en Productos Hidrobiológicos”. Este ensayo corresponde a la cuantificación de metales en harina de pescado material elaborado por el Área Química Metrológica de la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile, y corresponde a una herramienta utilizada para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en laboratorios de ensayos que realizan análisis de productos hidrobiológicos.

4. MATERIAL DE ENSAYO

El ítem de ensayo enviado contiene aproximadamente 35 gramos de harina de pescado para determinación cuantitativa de metales, tales como Arsénico, Cadmio y Mercurio (si aplica) envasada en frasco de vidrio ámbar previamente esterilizado, sellado, etiquetada y codificada.

El material de ensayo para análisis de metales en productos hidrobiológicos correspondió a un material preparado y caracterizado por el área Química Metrológica del Instituto de Salud Pública de Chile.

La evaluación de homogeneidad del ítem de ensayo preparado fue analizada en duplicado, 10 muestras obtenidas aleatoriamente utilizando la siguiente metodología:

Componente/ Analito	Método
Arsénico	Analysis of Foods for As, Cd, Cr, Hg and Pb by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS). Current Method CFSAN/ORS/DBC/CHCB April 25.2011
Cadmio	Analysis of Foods for As, Cd, Cr, Hg and Pb by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS). Current Method CFSAN/ORS/DBC/CHCB April 25.2011

Nota: Los cálculos del test de homogeneidad están basados en 2006 IUPAC, Pure and Applied Chemistry 78, 145-196. Ítem 3.11.1

El resultado del test de homogeneidad realizado a los ítems de ensayo entregó los siguientes resultados para Arsénico $C_{calculado} (0,379) < C_{tabla} (0,602)$ revelando que no hay resultados outliers en el lote producido, la $S_{sam2} (1247,89) < C_{crítico} (15885,7)$ y demostrando que la homogeneidad del material es aceptable.

El resultado del test de homogeneidad realizado a los ítems de ensayo entregó los siguiente resultados para Cadmio en el lote producido de $S_{sam2} (0,000) < C_{crítico} (1491,5)$, demostrando que la homogeneidad del material es aceptable. Se detectaron valores outlier.

Para fines del ensayo de aptitud, el valor asignado de Arsénico y Cadmio se obtuvo del test de homogeneidad:

Tabla1.

Resultados test homogeneidad para Arsénico y Cadmio.

Analito	Valor	$U_{(k=2)}$
Arsénico	2,67 mg/kg	0,10mg/kg
Cadmio	0,897 mg/kg	0,045 mg/kg

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipulación e indicaciones prácticas de seguridad a tomar en cuenta, durante el desarrollo del ensayo. Se recomendó a los participantes el uso de métodos y técnicas rutinarias del laboratorio.

5. CRONOGRAMA

Envío de material de ensayo

05 / Diciembre / 2016

Fecha límite de envío de resultados

22 / Diciembre / 2016

Fecha efectiva publicación informe parcial

06 / Enero / 2017

6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados. Se evaluó la existencia de datos anómalos, en base al método estadístico de Grubbs, una vez establecidos éstos, y sin ser excluidos, se procedió a realizar el análisis estadístico.

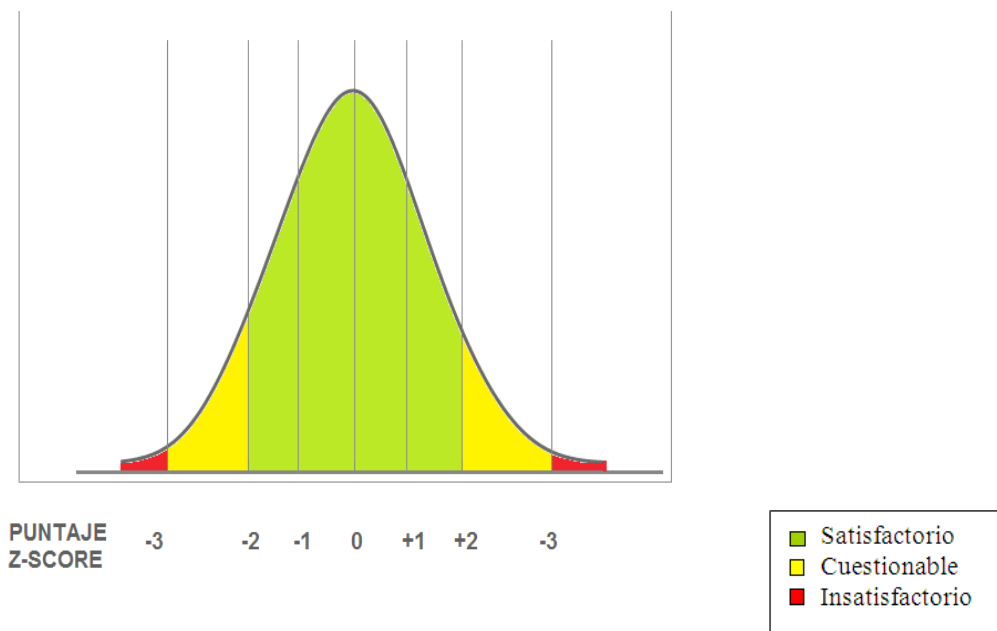
Los resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios son transformados a valores estándares (z-score).

El valor asignado de cada uno de los analitos fue establecido en base lo indicado en el punto 4 del presente informe. La desviación estándar de la ronda fue calculada en base al modelo estadístico de Horwitz para los valores certificados.

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:

Figura1.

Valor de z-score y criterios de aceptabilidad



$[Z] \leq 2$: es decir, entre -2,00 y +2,00 el desempeño es SATISFACTORIO

$2 < [Z] < 3$: entre -2,01 y < -2,99 y; entre +2,01 y < +2,99 el desempeño es CUESTIONABLE

$[Z] > 3$: el resultado del laboratorio es INSATISFACTORIO

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al CIL (Código Identificación de Laboratorio) asignado a su laboratorio.

7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

7.1.- Datos

Los resultados enviados por los participantes para los diferentes analitos se presentan en las tablas N° 2 y N°3 (ver anexo). De los 11 laboratorios adscritos, 11 enviaron resultados a través del portal PEEC, lo que se expresa en un 100% de respuesta 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:

- Para determinación de Arsénico utilizan los métodos AOAC 930.15, NCh 3140:2008, este último fue el más utilizado.
- Para determinación de Cadmio utilizan los métodos AOAC 930,15, NCh2638:2001, siendo esta última la más utilizada.

8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

En relación a la recopilación y al análisis de datos, la evaluación estadística reportó los siguientes resultados:

Tabla N° 2:

Resumen análisis estadístico de las muestras

Parámetros	Arsénico (mg/kg)	Cadmio (mg/kg)
n	10	11
Valor asignado	2,670	0,897
□pt	0,3685	0,1459
N° anómalos	0	3

En las tablas N° 2 y 3, se resumen los resultados reportados por cada participante y los z-score alcanzados.

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

La calificación de z-score alcanzada y evaluación de desempeño respecto de la evaluación de análisis de metales en productos hidrobiológicos, se puede observar en las tablas N°2 y N°3, (ver anexo).

Los gráficos circulares de la evaluación de desempeño global por cada analito, la evaluación de desempeño de cada analito versus método de referencia informado por los participantes y distribución de z-score se presentan en anexos numerados desde gráfica 1.

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) De un total de 11 laboratorios adscrito para esta ronda el 90,9% envió resultados para el analito Arsénico y un 100% para el analito Cadmio.
- b) Para el análisis estadístico del analito Arsénico no se presentaron datos anómalos y para el analito Cadmio se presentaron 3 anómalos.
- c) Se sugiere revisar datos, cálculos y unidades, como posible causa de desviación de resultados para laboratorios que cuenten con un Z-Score dentro del rango de cuestionables o No satisfactorios.
- d) La muestra no cuenta con la presencia de Mercurio.
- e) La versión autorizada del informe final se publicará en página web institucional: www.ispch.cl

11. REFERENCIAS

1. ISO 13528:2005 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
2. NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud.
3. “Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers”. Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A.
4. Thompson, M., Ellison, S.L.R and Wood, R. 2006. The International Harmonized Protocol for Proficiency
5. Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 78, pp 145- 196.
6. The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp. 145-196.

12. ANEXOS

Tabla N° 2.

Resultados de Arsénico reportados, valores de Z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados mg/kg	Z-Score	Evaluación
QAMA1128*	----	----	----
QAMA1141	2,771	0,27	Satisfactorio
QAMA1150	1,742	-2,52	Cuestionable
QAMA1158	2,087	-1,58	Satisfactorio
QAMA1168	1,610	-2,88	Cuestionable
QAMA1180	2,140	-1,44	Satisfactorio
QAMA1181	3,350	1,85	Satisfactorio
QAMA1188	2,730	0,16	Satisfactorio
QAMA1191	2,400	-0,73	Satisfactorio
QAMA1203	1,023	-4,47	Insatisfactorio
QAMA1204	1,742	-2,52	Cuestionable

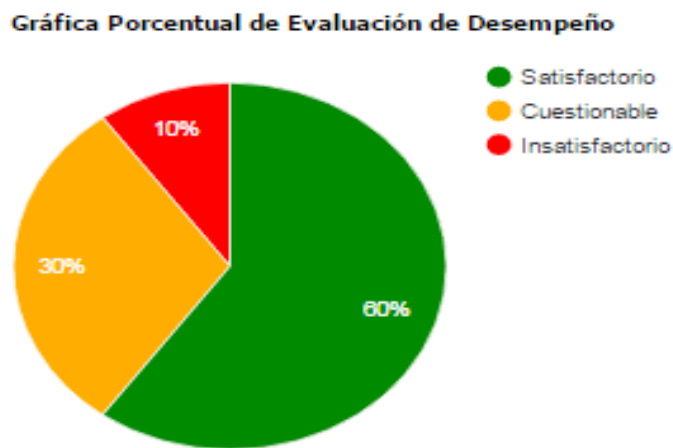
*: No reporta resultados

Tabla N° 3.

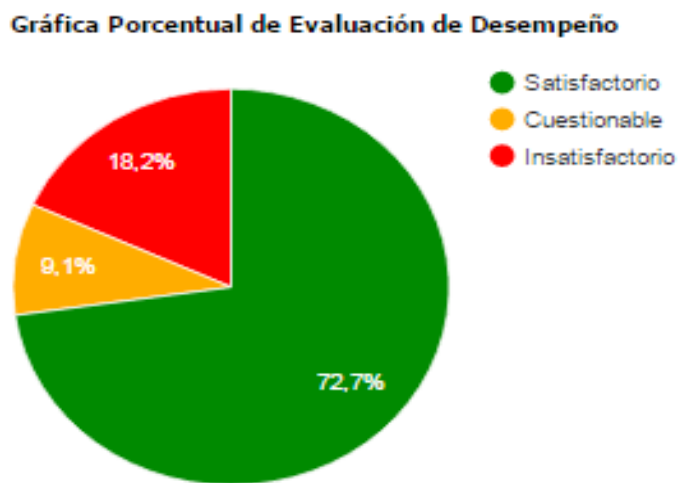
Resultados de Cadmio reportados, valores de Z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados mg/kg	Z-Score	Evaluación
QAMA1128	0,866	-0,21	Satisfactorio
QAMA1141	0,911	0,10	Satisfactorio
QAMA1150	0,827	-0,48	Satisfactorio
QAMA1158	0,800	-0,66	Satisfactorio
QAMA1168	0,870	-0,19	Satisfactorio
QAMA1180	0,453	-3,04	Insatisfactorio
QAMA1181	0,560	-2,31	Cuestionable
QAMA1188	0,885	-0,08	Satisfactorio
QAMA1191	0,860	-0,25	Satisfactorio
QAMA1203	1,406	3,49	Insatisfactorio
QAMA1204	0,863	-0,23	Satisfactorio

Gráfica 1.-
Evaluación de desempeño Arsénico

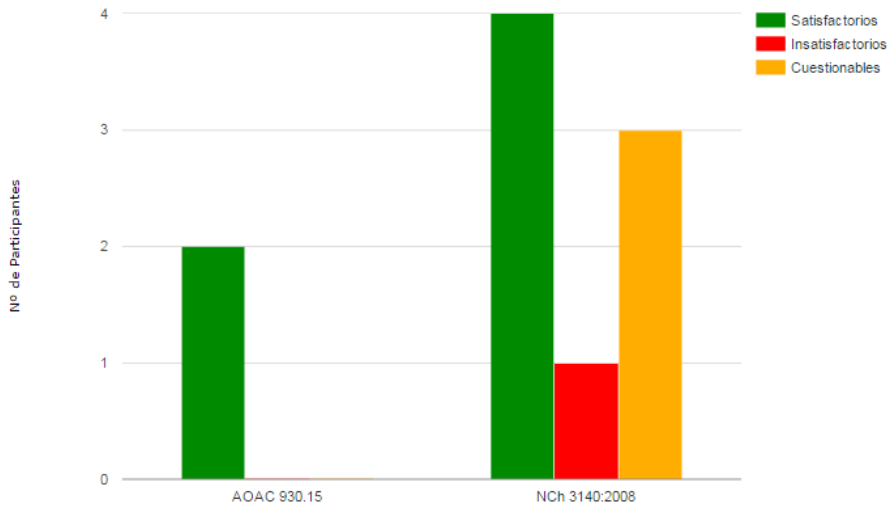


Gráfica 2.-
Evaluación de desempeño Cadmio



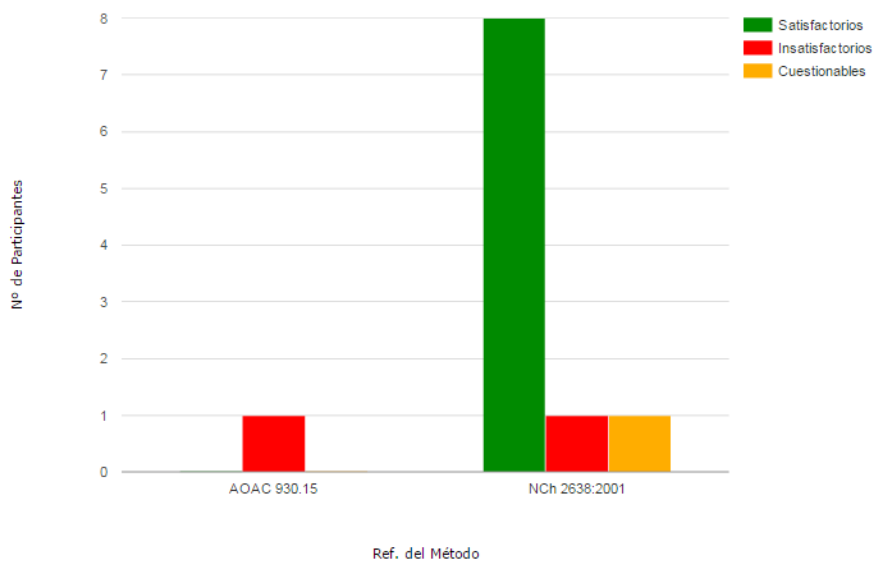
Gráfica 3.

Evaluación de desempeño según Método de Referencia utilizado para determinación de Arsénico.



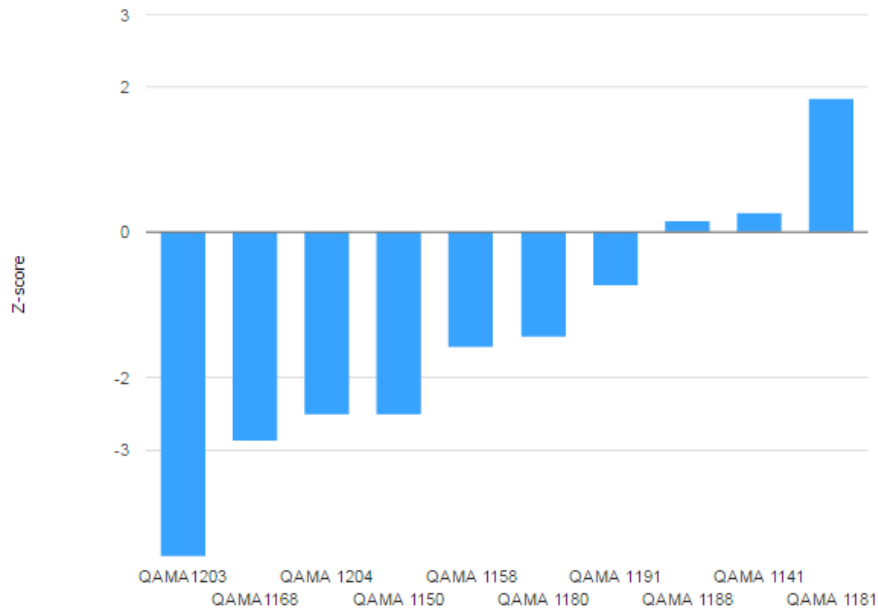
Gráfica 4.

Evaluación de desempeño según Método de Referencia utilizado para determinación de Cadmio.



Gráfica 5.

Distribución de z-score para determinación de Arsénico.



Gráfica 6.

Distribución de z-score para determinación de Cadmio.

