



**PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD (PEEC)  
INFORME DE EVALUACION  
SUBPROGRAMA MACRONUTRIENTES  
SP4- ANALISIS PROXIMAL**



**INFORME EVALUACION  
PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD  
QUIMICA DE ALIMENTOS  
SUBPROGRAMA 4: "DETERMINACIÓN DE MACRONUTRIENTES EN  
ALIMENTOS- ANALISIS PROXIMAL"**

**PEEC-SP4-2008**

PEEC – Química Ambiental y de Alimentos  
Sección Metrología 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.

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

Teléfono: (56)(2)3507526

Fax: (56)(2)3507589



## CONTENIDO

LISTA DE PARTICIPANTES.....	4
RESPONSABLES.....	5
INTRODUCCIÓN .....	5
MATERIAL DE ENSAYO .....	6
CRONOGRAMA: .....	7
ANALISIS ESTADISTICO.....	7
RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC.....	9
ANALISIS ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS .....	14
EVALUACION DE DESEMPEÑO.....	17
COMENTARIOS Y SUGERENCIAS .....	18
GLOSARIO .....	19
REFERENCIAS.....	20
Graficos Z- Score .....	21

## 1. Lista de Participantes

<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE IQUIQUE</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DE IQUIQUE	<b>INSPECTORATE GRIFFITH</b> TALCAHUANO
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE ANTOFAGASTA</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DE ANTOFAGASTA	<b>AREA DE INVESTIGACION Y DESARROLLO</b> LABORATORIO DE ANALISIS CORPORA TRES MONTES S.A.
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE COQUIMBO</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DE COQUIMBO	<b>BIOTECMAR SERVICIOS</b> UNIVERSIDAD CATÓLICA DE LA STMA. CONCEPCION
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE ACONCAGUA</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DE VALPARAISO	<b>LABORATORIO DE ALIMENTOS Y MICROBIOLOGIA</b> TEMUCO
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE VIÑA DEL MAR-QUILLOTA</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DE VALPARAISO	<b>CORTHORN QUALITY - LABORATORIO DE ALIMENTOS</b> SEDE SANTIAGO
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE VALPARAÍSO - SAN ANTONIO</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN VALPARAISO	<b>DICTUC - OFICIAL DE ENSAYOS E INVESTIGACIÓN</b> UNIVERSIDAD CATÓLICA DE CHILE
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE MAULE</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DEL MAULE	<b>GCL - FUNDACIÓN CHILE</b> SEDE SANTIAGO
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE ÑUBLE</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DEL BÍO – BÍO	<b>GCL - FUNDACIÓN CHILE</b> SEDE TALCAHUANO
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE CONCEPCIÓN</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DEL BÍO – BÍO	<b>LABORATORIO CENTRAL COMPAÑÍA MOLINERA SAN CRISTOBAL</b> SANTAGO
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE LOS ANGELES</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DEL BÍO - BÍO	<b>INSITUTO DE INVESTIGACION Y CONTROL (IDIC)</b> LABORATORIO DE BROMATOLOGÍA
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE ARAUCANÍA</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DE LA ARAUCANÍA	<b>LABSER</b> LABORATORIO DE ANALISIS Y SERVICIOS AVANZADOS LTDA
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE VALDIVIA</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DE LOS RÍOS	<b>ANALAB</b> SANTIAGO
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE OSORNO</b> SEREMI DE SALUD REGION DE LOS LAGOS	<b>LECYCA</b> LABORATORIO DE EXPERIMENTACIÓN, CONTROL Y CERTIFICACIÓN DE LA CALIDAD DE LOS ALIMENTOS
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE LLANCHIPAL</b> SEREMI DE SALUD REGION DE LOS LAGOS	<b>LABORATORIO CENTRAL</b> EMPRESAS ARIZTÍA
<b>LABORATORIO DEL AMBIENTE MAGALLANES</b> SEREMI DE SALUD REGIÓN DE MAGALLANES Y LA ANTÁRTICA CHILENA	<b>LABORATORIO DE ALIMENTOS</b> UNIVERSIDAD CATOLICA DE VALPARAÍSO
<b>LABORATORIO QUÍMICA AMBIENTAL Y ALIMENTARIA</b> SERVICIO AGRÍCOLA GANADERO-LO AGUIRRE	<b>VINOLAB LTDA.</b> SANTIAGO
<b>SGS CHILE</b> LABORATORIO QUÍMICA DE ALIMENTOS - SEDE CONCEPCION	<b>5M S.A.</b> SEDE TALCAHUANO
<b>CENTRO DE ANALISIS DE ALIMENTOS</b> OSORNO	<b>CENTRO TECNOLÓGICO GRANOTEC CHILE</b> SANTIAGO
<b>LABORATORIO DE SERVICIOS- ICYTAL</b> UNIVERSIDAD AUSTRAL DE CHILE- VALDIVIA	

## 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. Fabiola Muñoz
- T. Rosario Montecinos

## 3. Introducción

Al Instituto de Salud Pública de Chile, a través del Departamento de Salud Ambiental le corresponderá ejecutar funciones de Laboratorio Nacional y de Referencia, Normalizador y Supervisor de los Laboratorios de Salud Pública en materia de ambiente, alimentos, biotecnología y producción biológica, incluyendo laboratorios privados reconocidos. Participar en las acciones relativas al Reconocimiento de Laboratorios Bromatológicos, Ambientales y otras áreas de su competencia. Fiscalizar el cumplimiento de Normas de Calidad y Acreditación en los Laboratorios de Salud Pública. Desarrollar y producir recursos biológicos, biotecnológicos e insumos asociados a sus funciones. Realizar investigación aplicada, estudios y programas en materias sanitarias de su competencia.

Dentro de las actividades analíticas es siempre importante mantener la excelencia y 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. Este ensayo de aptitud corresponde al Subprograma 4 (SP-4) : " Determinación de Análisis proximal en Alimentos", desarrollado por el PEEC – Química de Alimentos y Ambiental , que esta dirigido al análisis de los siguientes analitos: Cenizas totales, lípidos totales, proteínas y humedad, en una matriz de alimentos.

El objetivo principal de un análisis proximal es determinar, el contenido de humedad, grasa, proteína y cenizas presente en un alimento. De esta manera, se puede conocer el valor nutritivo de un producto.

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

El realizar los laboratorios el análisis proximal permite realizar un control de calidad de los productos alimenticios terminados y evaluar si cumplen con los valores establecidos por los productores y conocido por los consumidores a través del etiquetado nutricional.

#### **4. Material de Ensayo - Envío**

---

El material de ensayo fue una muestra de material de referencia certificado adquirido por el ISP, correspondiente a 1 sobre cerrado herméticamente de aproximadamente 200 g de cereal infantil, denominado: Macronutrientes en Alimentos, con su respectiva codificación (Código de la Muestra).



Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el análisis de metales en duplicado de a lo menos uno de los siguientes analitos: cenizas, lípidos totales, humedad y proteínas. Los resultados fueron reportados por los participantes en la planilla de resultados Excel correspondiente, con dos cifras decimales. La información sobre el tipo e matriz, se envió vía electrónica a los laboratorios participantes.

Se recomendó a los participantes el uso de los métodos rutinarios del laboratorio para analizar la muestra de ensayo del interlaboratorios, así como incluir, si es posible, la muestra del interlaboratorios, 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.

Se indicó a los participantes que se debía cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo y utilizar los elementos de protección personal adecuados al manipular el material de ensayo y al desarrollar la experiencia analítica.

Los valores de referencia del material de ensayo asignados en certificado para los analitos son:

<b>Proteínas</b>	<b>10,64 g/100 g</b>
<b>Humedad</b>	<b>14,00 g/100 g a 130 °C</b>
<b>Cenizas</b>	<b>1,39 g/100 g (520-600°C)</b>

El valor de referencia asignado para lípidos se obtuvo del análisis estadístico de densidad de kernel:

<b>Lípidos</b>	<b>1,67 g/100g</b>
----------------	--------------------

## 5. Cronograma

---

Envío de Material de Ensayo	17/Junio/2008*
Fecha límite de Envío de Resultados	18/Julio/2008*
Envío Informe Final de Evaluación de Resultados	18/Agosto/2008*

\*Nota: las fechas del Cronograma programado se debieron modificar debido a retraso en la recepción del Material de referencia certificado.

## 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, se procedió a realizar el análisis estadístico basado en el Z-score, sin ser excluidos.

### 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 de Hortwiz. El z-score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:

$$Z = \frac{X - m}{S_h}$$

Donde:

Z= Valor Z-score

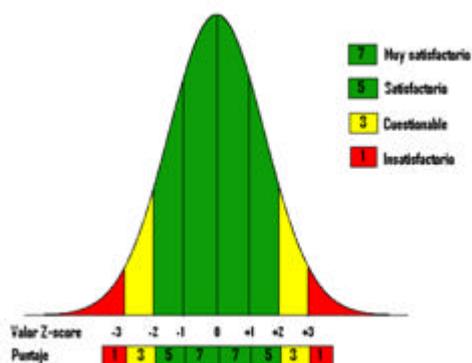
C= concentración reportada del analito en el material de ensayo

m= valor asignado o de referencia

s<sub>h</sub> = desviación estándar de hortwiz.

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

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

Se asignó un puntaje a cada valor z-score obtenido para cada analito y se calculó el promedio obtenido por el laboratorio con el fin de realizar una evaluación global de desempeño.

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 la siguiente tabla:

**Tabla 1: Resultado promedio informado por los participantes**

Nº	Código laboratorio	Lípidos g/100g	Humedad g/100g	Proteínas g/100g	Cenizas totales g/100g
1	2-510	*	13,27	*	*
2	3-641	**	**	**	**
3	5-518	*	13,28	9,90	1,42
4	6-519	1,97	12,93	*	1,38
5	7-522	2,23	13,12	10,35	1,37
6	7-6116	2,65	13,24	13,31	1,82
7	8-528	1,82	12,65	11,03	1,43
8	8-4610	2,42	13,06	18,28	1,40
9	9-6808	1,51	13,44	10,39	1,39
10	11-545	1,41	12,89	10,11	1,35
11	11-4314	1,68	13,57	9,81	1,46
12	12-4695	**	**	**	**
13	12-7051	2,19	13,86	10,86	1,31
14	12-7061	1,31	13,56	10,68	1,40
15	12-7080	1,37	13,43	12,55	1,45
16	13-C-562	1,91	12,64	9,37	1,33
17	13-C-8225	1,29	13,72	10,74	1,33
18	14-564	***	13,02	***	1,46
19	15-S-771	1,67	12,25	***	***
20	15-S-4718	2,13	13,17	10,56	1,32
21	16-577	1,66	13,36	*	*
22	16-4757	2,71	13,35	10,95	1,38
23	17-582	1,27	13,00	9,85	1,37
24	17-4770	2,23	13,42	10,53	1,35
25	18-584	*	13,58	*	*
26	20-588	1,80	10,56	10,78	1,39
27	21-4860	1,89	13,77	10,48	1,69
28	21-7600	***	13,53	10,31	1,33
29	21-4870	1,86	12,78	10,56	1,33
30	24-4913	2,00	13,40	10,52	1,46
31	24-4915	1,88	14,32	10,86	1,39
32	25-9057	1,96	12,88	10,52	1,44
33	24-8318	1,50	13,90	9,70	1,50
34	25-6028	1,78	13,35	9,35	1,46
35	26-6027	1,23	11,50	10,40	1,32
36	26-8314	1,39	14,09	9,80	1,36

\*: No se realiza análisis  
 \*\*: Resultados enviados fuera de plazo  
 \*\*\*: No se reportan resultados

De los 36 laboratorios adscritos: dos no enviaron los resultados dentro del plazo establecido(\*\*), lo que se expresa en un 94,4% de respuesta en general.

Respecto a las respuestas para cada tipo de analito, hubo de un 80,5 % de respuesta para lípidos, un 94,4 % para humedad, un 77,8 % para proteínas y un 83,3% para cenizas.

## 7.2.- Métodos

Los métodos informados por los Laboratorios que fueron utilizados para la determinación de los metales en estudio se encuentran en la siguiente tabla:

**Tabla 2: Método para la Determinación de Lípidos Totales**

Código Laboratorio	Método Determinación	Fundamento (Norma/ Referencia)
6-519	Extracción por Solvente- Soxhlet automático - Digestión 150°C 118 min Solvente éter de petróleo - hidrólisis ácida	
7-522	Hidrólisis ácida	
7-6116	Soxhlet	Manual ISP 1998
8-528	Weibull-Stoldt hidrólisis ácida 103°C	
8-4610	Hidrólisis ácida	
9-6808	Soxhlet	
11-545	Hidrólisis ácida- Soxhlet	
11-4314	Hidrólisis ácida 70°C 40 min	
12-7051	Hidrólisis ácida- Soxhlet	
12-7061	Extracto etéreo 130°C 240 min	Manual ISP 1998
12-7080	Soxhlet- automático 40/60°C 2 hrs.	
13-C-562 13-C-8225	Hidrolisi ácida - Soxhlet 103°C 30 min Soxhlet - Éter de petróleo 103 +/- 2°C 6 hrs.	Manual ISP 1998
15-S-771	Extracto etereo 540 min	
15-S-4718	Hidrolisi ácida-Extracción en caliente 102°C 2 hrs	
16-577	Hidrólisis ácida- Soxhlet 60°C 480 min	
16-4757	Hidrólisis ácida 70 -80°C 45 min	AOAC 954.02 (1995)
17-582	Soxhlet macro-tubo- Extracción etérea 150°C 150 min	
17-4770		(Modificado Junaeb) Manual ISP 1998
20-588	Hidrólisis ácida- Soxtherm 150°C 156 min	
21-4860		AOAC 920.39
21-4870	Hidrolisi ácida - Soxhlet 100°C 30 min	
24-4913	Hidrólisis ácida - 70°C 360 min	
24-4915	Hidrólisis ácida- 70-80°C 40 min	Manual ISP 1998
25-9057		AOAC
24-8318		AOAC 954.1
25-6028	Bliq & Dyer	
26-6027	Hidrolisi ácida - Soxhlet 105°C 30 min	
26-8314		AOAC 920.39

**Tabla 3: Método para la Determinación de Humedad**

Código Laboratorio	Método Determinación	Fundamento (Norma/ Referencia)
2-510	Estufa calor seco 103°C +/- 2°C 180 min	
5-518	Estufa de aire - Gravimétrico 103°C 120 min	
6-519	Estufa de aire - Gravimétrico 103°C 180 min	
7-522	Estufa de aire - 105°C 60min	
7-6116	105°C	NCh 841. Of 78
8-528	Estufa de aire- 103°C 360 min	
8-4610	Estufa 103°C +/- 2°C 5 h	
9-6808	Gravimetría 105°C 240 min	
11-545	Estufa de aire-Gravimétrico- 105°C 120 min	
11-4314	Estufa de aire- 103°C 360 min	
12-7051	Estufa de aire-gravimétrico- 103°C 300 min	
12-7061	Estufa de aire- 102°C 360 min	Manual ISP 1998
12-7080		NCh 2670 Of. 2001
13-C-562	Estufa- gravimétrico 103 +/- 2°C 300 min	
13-C-8225	Gravimétrico - 103 +/- 2°C 5 hrs.	Manual ISP 1998
14-564	103°C 2hrs.	
15-S-771	Estufa de aire- Gravimétrico 103°C +/- 2°C 180 min	
15-S-4718		NCh 534 Of. 85
16-577	Estufa de aire- Gravimétrico 105°C 120 min	
16-4757	Gravimétrico- 102°C 120 min	FIL: IDF 20A: 1993
17-582	Estufa de aire 104°C 480 min	
17-4770	105°C 5 hrs.	Manual ISP 1998
18-584	Humedad en estufa gravimétrica- 103°C +/- 2°C 120 min	
20-588	Estufa de aire- Gravimétrico 103 +/- 2°C 180 min	
21-4860	135°C +/- 3°C 2 hrs.	AOAC 930
21-7600	100°C 300 min	NCh 841 Of 78
21-4870	Estufa de aire- Gravimétrico 103 °C 180 min	
24-4913	Gravimétrico 104°C 300min	
24-4915	130 +/- 3°C 60 min	NCh 841 Of. 78
25-9057	103°C 5hrs	AOAC
24-8318	130°C 60 min	NCh 841 Of. 78
25-6028	Estufa de aire- gravimétrico 130°C 60 min	
26-6027	Estufa- 105°C 60 min	
26-8314	130°C 60 min	NCh 841 Of. 78

**Tabla 4: Método para la Determinación de Proteínas**

Código Laboratorio	Método Determinación	Fundamento (Norma/ Referencia)
5-518	Kjeldahl- EquipoAutomático 120 min digestión, HCl 0,1028N Factor 5,7	
7-522	Kjeldahl- EquipoAutomático 120 min digestión, HCl 0,1N	
7-6116	Factor 6,25	Digesdhal Hach
8-528	Kjeldhal automático 180 min H2SO4 0,211N factor 6,25	
8-4610	Kjeldahl H2SO4 0,0977N	
9-6808	Kjeldhal automático 120 min H2SO4 0,2051N	
11-545	Kjeldahl automático- 240 min-HCl 0,1N	
11-4314	Kjeldahl 150 min H2SO4 0,296N	
12-7051	Kjeldhal automático 150 min H2SO4 0,2052N	
12-7061	0	AOAC 981, 1995
12-7080	Kjeldahl 2 hrs. H2SO4 0,05119N	
13-C-562	Kjeldhal automático 120 min H2SO4 0,1N	
13-C-8225	Kjeldahl- 150 min H2SO4 0,0989 N	Manual ISP 1998
15-S-4718	Kjeldahl- Titulación directa H2SO4 0,04N Factor 6,25	
16-577	0	
16-4757	Kjeldahl 150 min H2SO4 0,0198N	AOAC 963.29 (1995)
17-582	Kjeldahl- automático- 180 min, H2SO4 0,20375N factor 5,7	
17-4770	Factor 6,25	Manual ISP 1998
20-588	Kjeldahl- automático- 150 min, H2SO4 0,1171N	
21-4860	Kjeldahl- 80 min- H2SO4 0,2536N	AOAC 984.13
21-7600	Factor 6,25	AACC46-10/AACC 46-11/LAAQ-P610
21-4870	Kjeldahl- automático- 240 min, H2SO4 0,1981N	
24-4913	Kjeldahl- 180min H2SO4 0,0999N	
24-4915	Kjeldahl- automático- 180 min, H2SO4 0,2177N	Manual ISP 1998
25-9057	H2SO4 0,1009N	AOAC
24-8318	0	NCh 2748 Of.2002
25-6028	Kjeldahl- automático- 240 min, H2SO4 0,0999N- factor 5,7	
26-6027	Kjeldahl-60 min H2SO4 0,1N	
26-8314	Dumas	NCh 2748 Of.2002

El factor utilizado para proteínas debió haber sido el 6,25 por tratarse de un alimento infantil ( Cereal ).

**Tabla 5: Método para la Determinación de Cenizas**

Código Laboratorio	Método Determinación	Fundamento (Norma/ Referencia)
5-518	Mufla- Gravimétrico - 550°C 480 min	
6-519	Mufla- Gravimétrico - 550°C 480 min	
7-522	Calcinación- Gravimetría- 550°C 8 hrs.	
7-6116	800°C	AOAC 29,12, 1955
8-528	Gravimetría 550°C 480 min	
8-4610	Calcinación- Gravimetría- 550°C 5 hrs.	
9-6808	Gravimetría	
11-545	Gravimétrico 550°C 480 min	
11-4314	Gravimétrico 550°C 240 min	
12-7051	Gravimétrico 550°C 300 min	
12-7061	Insolubles en ácido	Manual ISP 1998
12-7080		NCh 2669 Of 2001
13-C-562	Calcinación por Mufla- Gravimétrico 550°C 480 min	
13-C-8225	Calcinación - 550°C 8 hrs.	Manual ISP 1998
14-564	550°C 8 hrs.	
15-S-4718	Gravimetría 550°C 6 hrs.	
16-4757	Calcinación 450°C 480 min	AOAC 1993
17-582	Gravimétrico 550°C 900min	
17-4770	550°C 5 hrs.	Manual ISP 1998
20-588	Gravimétrico 550°C 480 min	
21-4860	600°C 2 hrs.	AOAC 942.05
21-7600	580°C 480 min	AACC 08-01 (200)
21-4870	Gravimétrico 550°C 480 min	
24-4913	Gravimétrico 550°C 480 min	
24-4915	550°C 720min	Manual ISP 1998
25-9057	550°C 1hr	AOAC
24-8318	550°C 360 min	AOAC 923.03
25-6028	Gravimétrico 550°C 480 min	
26-6027	Mufla-450°C 60 min	
26-8314	550°C 240 min	Manual ISP 1998

## 8. Análisis estadístico de los resultados informados

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

Para lípidos no se determinaron resultados anómalos informados.

En el caso de la humedad se encontraron 2 resultados anómalos, por debajo del valor asignado, correspondientes a los laboratorios códigos 20-588 y 26-6027.

En el caso de las proteínas se encontraron 3 resultados aberrantes, los resultados informados por los laboratorios códigos: 12-7080, 7-6116 y 8-4610, informan valores superiores al valor de asignado.

En cenizas se determinaron 2 resultados anómalos correspondientes a los laboratorios código 7-6116 y 21-4860.

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la siguiente tabla se señalan, los antecedentes trabajados:

**TABLA RESUMEN ANALISIS ESTADISTICO**

	Lípidos totales	Humedad	Proteínas	Cenizas
n	29	34	28	30
Valor de referencia (g/100g)	1,67	14	10,68	1,39
s h	0,066	0,38	0,3299	0,053
N° anómalos	0	2	3	2

En relación a los cálculos de valores Z-Score, los resultados obtenidos se observan en la siguiente tabla:

**Tabla 6: Resultados Z-Score**

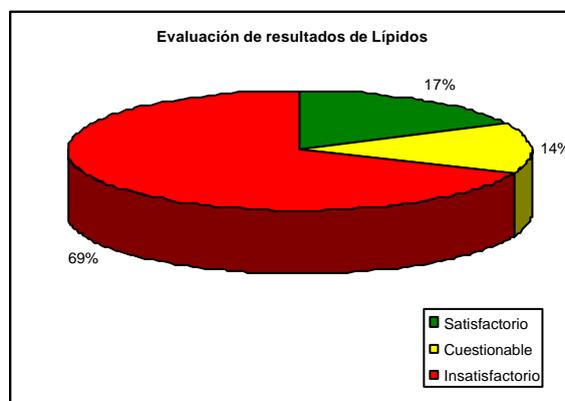
Código laboratorio	Lípidos g/100g	Z-score Lípidos	Humedad g/100g	Z-score Humedad	Proteínas g/100g	Z-score Proteínas	Cenizas totales g/100g	Z-score Cenizas Totales
2-510			13,27	-1,9				
5-518			13,28	-1,9	9,90	-2,6	1,42	0,6
6-519	1,97	4,6	12,93	-2,8			1,38	-0,2
7-522	2,23	8,5	13,12	-2,3	10,35	-1,1	1,37	-0,4
7-6116	2,65	14,9	13,24	-2,0	13,31	8,8	1,82	8,1
8-528	1,82	2,3	12,65	-3,6	11,03	1,1	1,43	0,8
8-4610	2,42	11,4	13,06	-2,5	18,28	25,4	1,40	0,2
9-6808	1,51	-2,4	13,44	-1,5	10,39	-1,0	1,39	0,0
11-545	1,41	-3,9	12,89	-2,9	10,11	-1,9	1,35	-0,8

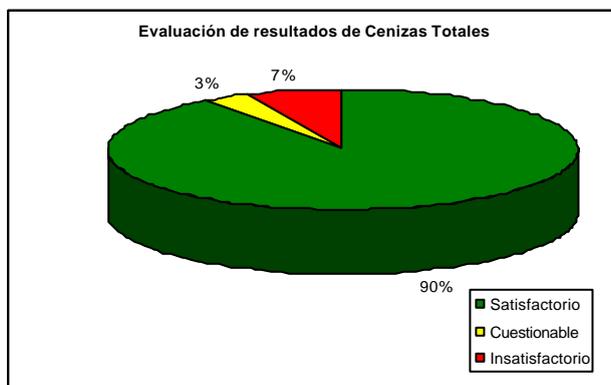
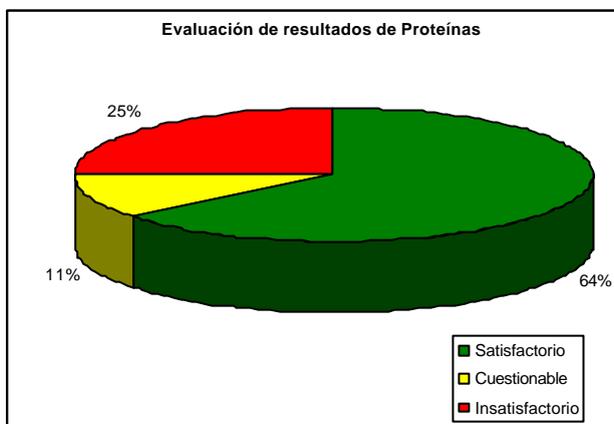
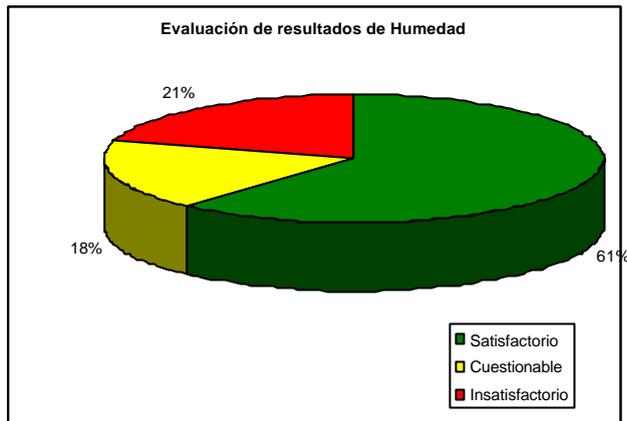
Código laboratorio	Lípidos g/100g	Z-score Lípidos	Humeda g/100g	Z-score Humedad	Proteínas g/100g	Z-score Proteínas	Cenizas totales g/100g	Z-score Cenizas Totales
11-4314	1,68	0,2	13,57	-1,1	9,81	-2,9	1,46	1,3
12-7051	2,19	7,9	13,86	-0,4	10,86	0,6	1,31	-1,5
12-7061	1,31	-5,5	13,56	-1,2	10,68	0,0	1,40	0,2
12-7080	1,37	-4,6	13,43	-1,5	12,55	6,2	1,45	0,9
13-C-562	1,91	3,6	12,64	-3,6	9,37	-4,4	1,33	-1,1
13-C-8225	1,29	-5,8	13,72	-0,7	10,74	0,2	1,33	-1,1
14-564			13,02	-2,6			1,46	1,3
15-S-771	1,67	0,0	12,25	-4,6				
15-S-4718	2,13	7,0	13,17	-0,2	10,56	-0,4	1,32	-1,3
16-577	1,66	-0,2	13,36	-1,7				
16-4757	2,71	15,8	13,35	-1,7	10,95	0,9	1,38	-0,2
17-582	1,27	-6,1	13,00	-2,7	9,85	-2,8	1,37	-0,4
17-4770	2,23	8,5	13,42	-1,5	10,53	-0,5	1,35	-0,8
18-584			13,58	-1,1				
20-588	1,80	2,0	10,56	-9,1	10,78	0,3	1,39	0,0
21-4860	1,89	3,3	13,77	-0,6	10,48	-0,7	1,69	5,7
21-7600			13,53	-1,2	10,31	-1,3	1,33	-1,1
21-4870	1,86	2,9	12,78	-3,2	10,56	1,0	1,33	-1,1
24-4913	2,00	5,0	13,40	-1,6	10,52	-0,6	1,46	1,3
24-4915	1,88	3,2	14,32	0,9	10,86	0,6	1,39	0,0
25-9057	1,96	4,4	12,88	-3,0	10,52	-0,6	1,44	0,9
24-8318	1,50	-2,6	13,90	-0,3	9,70	-3,3	1,50	2,1
25-6028	1,78	1,7	13,35	-1,7	9,35	-4,6	1,46	1,3
26-6027	1,23	-6,7	11,50	-6,6	10,40	-1,0	1,32	-1,3
26-8314	1,39	-4,3	14,09	0,2	9,80	-3,0	1,36	-0,6

Se realizaron los gráficos (Ver Anexos) de dispersión lineal, sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios para cada analito. Indicándose los limites de satisfactorio y cuestionable.

Se realizaron gráficos circulares para expresar los resultados satisfactorios obtenidos en cada caso del análisis proximal en alimentos.

**Gráfico 5: Análisis de resultados satisfactorios**





Como se puede observar en los gráficos, en el análisis de lípidos existe un alto número de resultados insatisfactorios (69%), sobre el 60% de los resultados se encuentra en el rango de satisfactorio para proteína y humedad. El análisis de cenizas presenta un mayor porcentaje de resultados satisfactorios respecto a los otros analitos (90%).

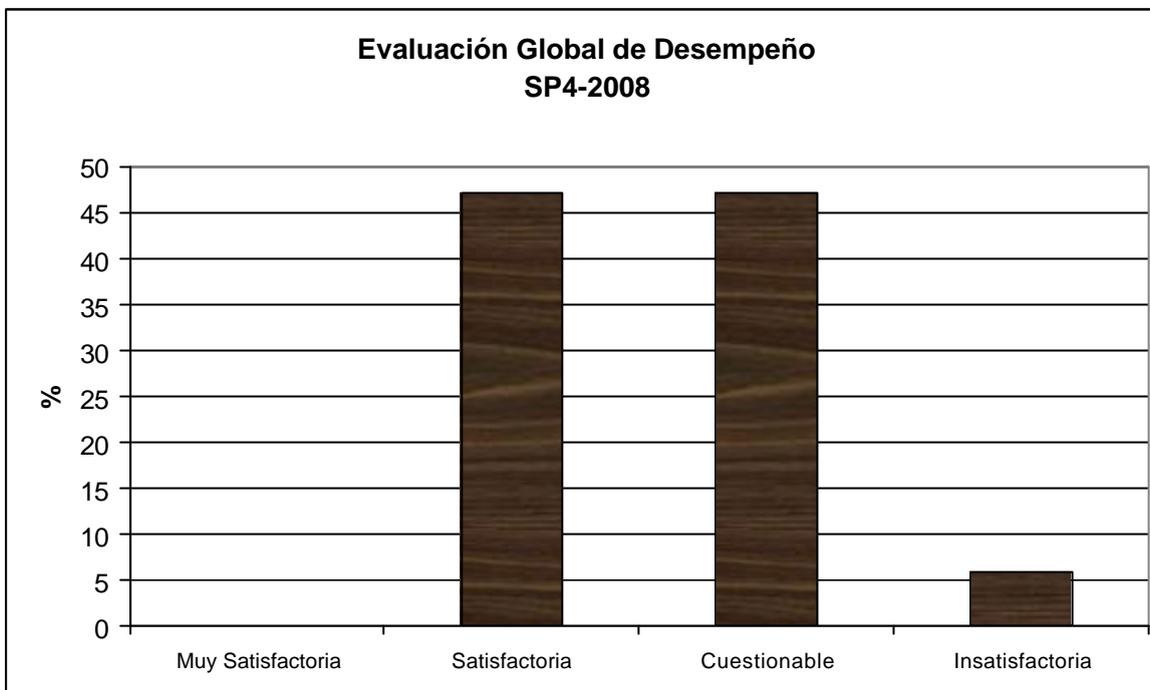
## 8. Evaluación de desempeño

La calificación respecto de la evaluación global de macronutrientes en alimentos, específicamente análisis proximal en alimentos por laboratorio es la siguiente:

Si bien, algunos laboratorios no realizaron todos los análisis, se promedió en relación al número de resultados informados. En este sentido solo un laboratorio realizó exclusivamente uno de los 4 parámetros analíticos que enmarcan al proximal.

Código laboratorio	Z-score Lípidos	Puntaje	Z-score Humedad	Puntaje	Z-score Proteínas	Puntaje	Z-score Cenizas Totales	Puntaje	Promedio Puntaje	Evaluación Global
2-510			-1,9	5					5	Satisfactoria
5-518			-1,9	5	-2,6	3	0,6	7	5	Satisfactoria
6-519	4,6	1	-2,8	3			-0,2	7	4	Cuestionable
7-522	8,5	1	-2,3	3	-1,1	5	-0,4	7	4	Cuestionable
7-6116	14,9	1	-2,0	3	8,8	1	8,1	1	2	Insatisfactoria
8-528	2,3	3	-3,6	1	1,1	5	0,8	7	4	Cuestionable
8-4610	11,4	1	-2,5	3	25,4	1	0,2	7	3	Cuestionable
9-6808	-2,4	3	-1,5	5	-1,0	7	0,0	7	6	Satisfactoria
11-545	-3,9	1	-2,9	3	-1,9	5	-0,8	7	4	Cuestionable
11-4314	0,2	7	-1,1	5	-2,9	3	1,3	5	5	Satisfactoria
12-7051	7,9	1	-0,4	7	0,6	7	-1,5	5	5	Satisfactoria
12-7061	-5,5	1	-1,2	5	0,0	7	0,2	7	5	Satisfactoria
12-7080	-4,6	1	-1,5	5	6,2	1	0,9	7	4	Cuestionable
13-C-562	3,6	1	-3,6	1	-4,4	1	-1,1	5	2	Insatisfactoria
13-C-8225	-5,8	1	-0,7	7	0,2	7	-1,1	5	5	Satisfactoria
14-564			-2,6	3			1,3	5	4	Cuestionable
15-S-771	0,0	7	-4,6	1					4	Cuestionable
15-S-4718	7,0	1	-0,2	7	-0,4	7	-1,3	5	5	Satisfactoria
16-577	-0,2	7	-1,7	5					6	Satisfactoria
16-4757	15,8	1	-1,7	5	0,9	7	-0,2	7	5	Satisfactoria
17-582	-6,1	1	-2,7	3	-2,8	3	-0,4	7	4	Cuestionable
17-4770	8,5	1	-1,5	5	-0,5	7	-0,8	7	5	Satisfactoria
18-584			-1,1	5					5	Satisfactoria
20-588	2,0	5	-9,1	1	0,3	7	0,0	7	5	Satisfactoria
21-4860	3,3	1	-0,6	7	-0,7	7	5,7	1	4	Cuestionable
21-7600			-1,2	5	-1,3	5	-1,1	5	5	Satisfactoria
21-4870	2,9	3	-3,2	1	1,0	7	-1,1	5	4	Cuestionable
24-4913	5,0	1	-1,6	5	-0,6	7	1,3	5	5	Satisfactoria
24-4915	3,2	1	0,9	7	0,6	7	0,0	7	6	Satisfactoria
25-9057	4,4	1	-3,0	1	-0,6	7	0,9	7	4	Cuestionable
24-8318	-2,6	3	-0,3	7	-3,3	1	2,1	3	4	Cuestionable
25-6028	1,7	5	-1,7	5	-4,6	1	1,3	5	4	Cuestionable
26-6027	-6,7	1	-6,6	1	-1,0	7	-1,3	5	4	Cuestionable
26-8314	-4,3	1	0,2	7	-3,0	1	-0,6	7	4	Cuestionable

En relación a la distribución de calificación de los laboratorios en valores de porcentaje los resultados obtenidos son:



Un 47% de los laboratorios fueron evaluados satisfactoriamente, un 47% presentó resultados cuestionables y un 6% insatisfactorio.

Algunos laboratorios obtuvieron resultados satisfactorios bastante aceptable 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) Solo dos laboratorios de los 34 laboratorios adscritos no envió sus resultados.
- b) Los resultados de evaluados de manera parcial, indican que sobre el 60% de los laboratorios que informaron sus resultados obtuvieron un resultado satisfactorio para proteínas y humedad.
- c) En relación a los resultados parciales, los resultados informados para lípidos presentan un alto porcentaje de insatisfactoriedad, así como diferencias notorias en las metodologías informadas por los participantes.
- d) En general se pudo observar que el 47% de los laboratorios obtuvieron una evaluación satisfactoria.

- e) Cabe señalar que para el análisis de proteínas los laboratorios reportaron el uso de diferentes valores de conversión aplicado al nitrógeno, el *codex alimentarius* internacional, señala que para el tipo de matriz analizada en el presente ensayo se debió utilizar un *factor de 6,25*. Así mismo, indica que para productos obtenidos de soya se debe utilizar un factor de 5,71 y para productos lácteos de 6,38. En este sentido sugerimos a los laboratorios, revisar los factores señalados en los procedimientos aplicados y realizar los alcances que estimen convenientes.
- f) Respecto de la humedad, la mayoría de los laboratorios utilizó una temperatura entre 103-105°C para su determinación, la utilizada para la determinación del material de referencia fue 130°C, es importante que los laboratorios evalúen este tema.
- g) 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.
- h) 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.

## 10. Glosario

---

**Kjeldahl:** Apellido del químico danés, llamado Johan Gustav Christoffer Kjeldahl (1849-1900) que desarrolló el método de análisis químico para determinar la cantidad de nitrógeno presente en ciertos compuestos orgánicos, en cuyo honor se denominó esta técnica como Método de Kjeldahl.

**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.

**Materia de Referencia Certificado (MRC):** Es el material de referencia acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece su trazabilidad con una realización exacta de la unidad en la que se expresan los valores de la propiedad, y para la cual, cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre, con la indicación de un nivel de confianza.

**Promedio:** Valor más representativo de un grupo de datos.

**Certificado del Material de Referencia:** Documento que acompaña a un material de referencia certificado que establece el valor, y su incertidumbre de medida asociada, de una o más de sus propiedades, y confirma que se han seguido los procedimientos necesarios para asegurar su validez y trazabilidad.

**Criterios de Aceptabilidad:** Exigencias de una característica de funcionamiento en función de las cuales se puede determinar que un método analítico es adecuado para la finalidad perseguida y ofrece resultados fiables.

**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 (DS):** Es la medida de cómo se dispersan los valores alrededor de la medida en la distribución de valores.

**Desviación estándar residual:** Medida que refleja la dispersión de los valores procedentes de la diferencias entre las señales observadas y las predichas denominadas residuos.

**Coefficiente de Variación Porcentual (CV%):** Parámetro que permite comparar grado de dispersión de dos distribuciones que no vienen dadas en las mismas unidades o que corresponden a poblaciones extremadamente desiguales. Se define como el cociente entre la desviación típica y el valor absoluto de la media aritmética.

**Calibración:** Conjunto de operaciones que permiten establecer, en condiciones específicas, la relación existente entre los valores indicados por un instrumento de medida o un sistema de medida, o los valores representados por una medida material o un material de referencia, y los valores correspondientes a una magnitud obtenidos mediante un patrón de referencia.

**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. GRAFICOS Z-SCORE:**

1' Lípidos

2' Humedad

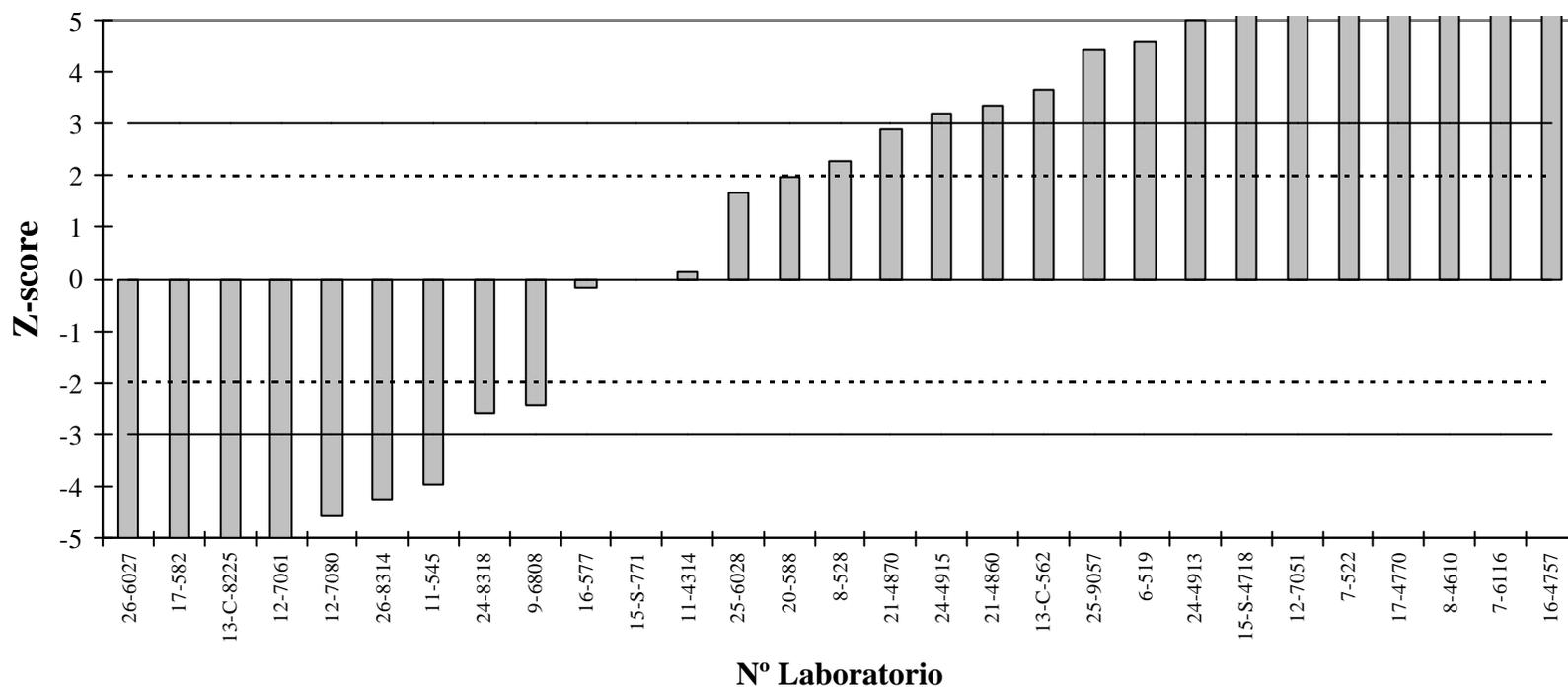
3' Proteínas

4' Cenizas Totales

**Lipidos en matriz de Cereal, Ronda Chile, SP4, 2008.**

**Distribucion de Z-score.**

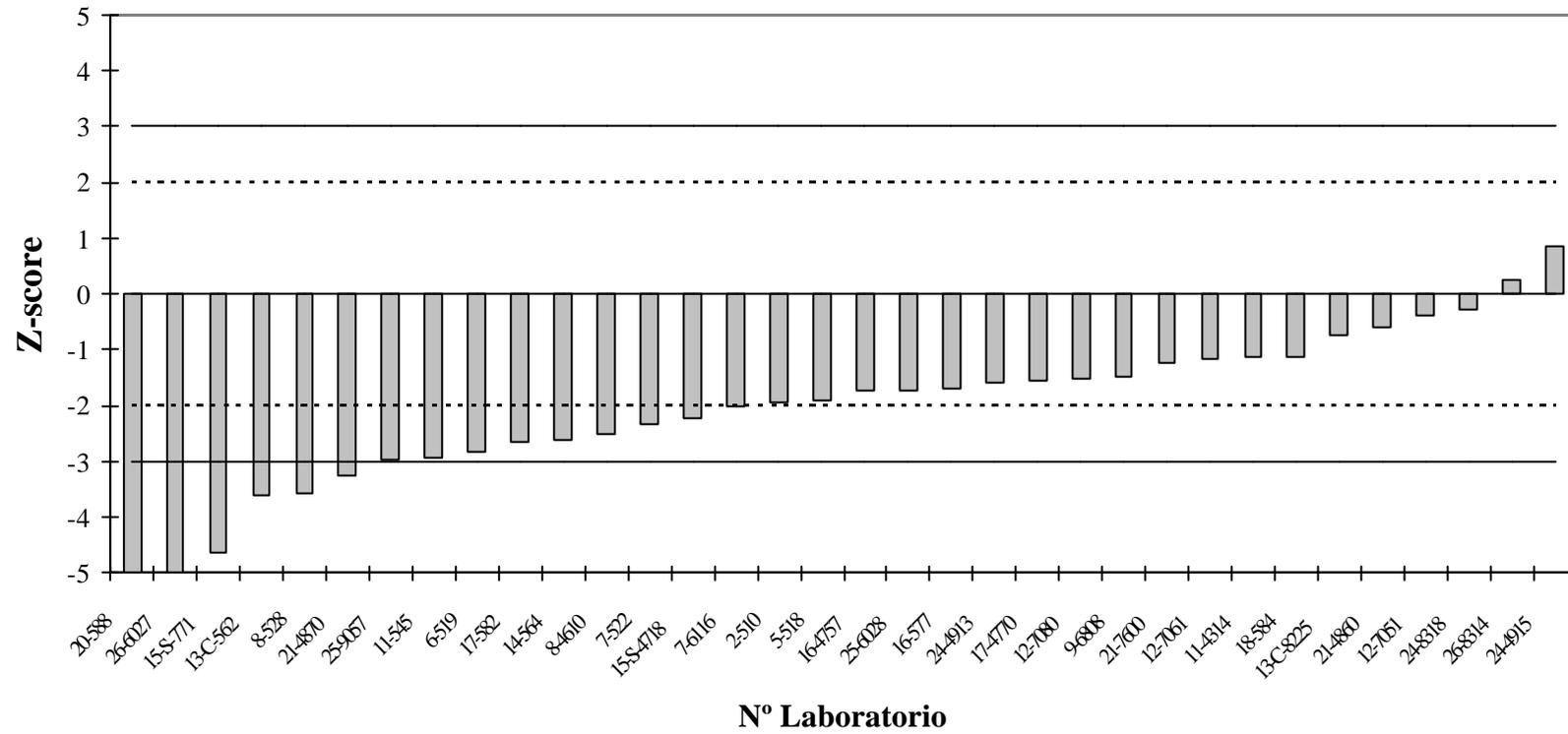
**Valor de Referencia: 1,67 g/100g.**



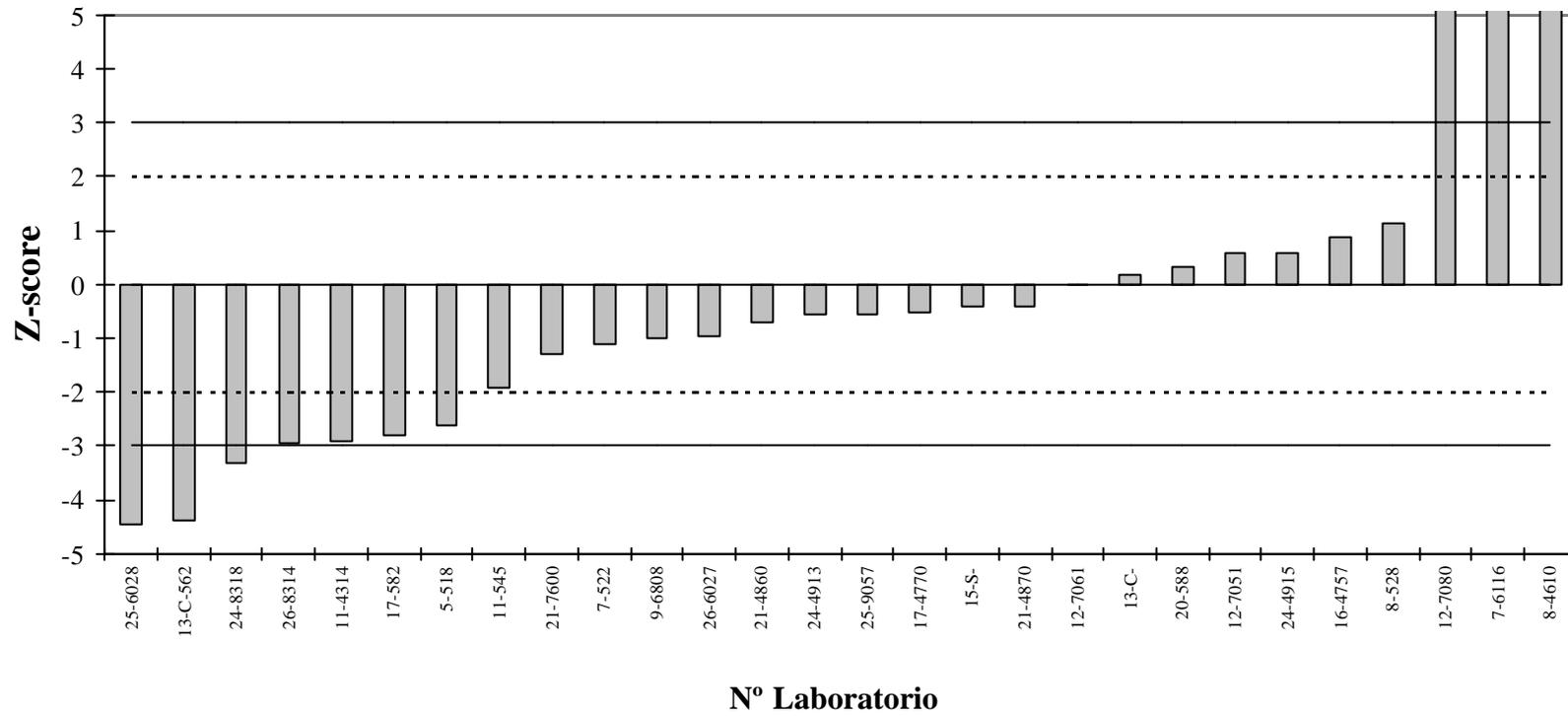
**Humedad en matriz de Alimento, Ronda Chile, SP4, 2008.**

**Distribucion de Z-score.**

**Valor de Referencia: 14 g/100g a 130°C.**



**Proteínas en matriz de Cereal, Ronda Chile, SP4, 2008.**  
**Distribucion de Z-score.**  
**Valor de Referencia: 10,68 g/100g.**



**Cenizas Totales en matriz de Alimento, Ronda Chile, SP4, 2008.**

**Distribucion de Z-score.**

**Valor de Referencia: 1,39 g/100g.**

