

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

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS: TOXINA PARALIZANTE

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD PEEC | SP6-2016 V.0

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:
TOXINA PARALIZANTE

Coordinador PEEC:

Ing. Karina González Navea
23.08.2016 V.0

Autorizado por:

Jefe (TyP) Departamento Salud Ambiental
Roberto Bravo Méndez

Departamento Salud Ambiental
Subdepartamento de Metrología y Desarrollo Tecnológico
Sección Metrología Ambiental y de Alimentos
Instituto de Salud Pública de Chile
Avda. Marathón 1000, Ñuñoa
Santiago de Chile



P E E C
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS: TOXINA PARALIZANTE

CONTENIDO

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

1. LISTA DE PARTICIPANTES

LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE LA SEREMI DE SALUD MAGALLANES, PUNTA ARENAS.	PUNTA ARENAS	CHILE
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD REGIÓN COQUIMBO	LA SERENA	CHILE
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD AYSÉN	AYSÉN	CHILE
CENTRO REGIONAL DE ANÁLISIS DE RECURSOS Y MEDIO AMBIENTE (CERAM) UNIVERSIDAD AUSTRAL DE CHILE	PUERTO MONTT	CHILE
LABORATORIO DE TOXINAS MARINAS SEDE CASTRO FACULTAD DE MEDICINA - UNIVERSIDAD DE CHILE	CASTRO	CHILE
LABORATORIO DE TOXINAS MARINAS SEDE SANTIAGO FACULTAD DE MEDICINA - UNIVERSIDAD DE CHILE	INDEPENDENCIA	CHILE
LABORATORIOS ACUICOLAS	LIMA	PERÚ
LABORATORIO SATELITE PUERTO NATALES	PUNTA ARENAS	CHILE
LABORATORIO MAREA ROJA CASTRO	CASTRO	CHILE
LABORATORIO SATELITE PORVENIR, SEREMI DE SALUD MAGALLANES	PORVENIR	CHILE

2. RESPONSABLES

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- Ing. Karina González Navea (Coordinador(S) Ensayos de Aptitud)

Colaboradores:

- Tec. Gabriel Zambrano (Preparación de cajas y etiquetado, preparación y embalaje de ítems de ensayo).
- QF. Soraya Sandoval (Revisión de informe)

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma (SP6-2016) "Determinación de Toxina Paralizante en mariscos", enfocada al análisis de veneno paralizante en mariscos por Bioensayo en ratón. El que se encuentra enmarcado para apoyar el Programa Nacional de Vigilancia de Marea Roja.

Este ensayo de aptitud ha sido desarrollado para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en el área de moluscos procesados.

4. MATERIAL DE ENSAYO - ENVÍO

El ítem de ensayo enviado fue elaborado por el Laboratorio Designado en biotoxinas marinas en mariscos de la Sección de Metrología Ambientas y de Alimentos (SMAA) del Instituto de Salud Pública, y consistió en una matriz de marisco congelado que fue fortificada con un extracto natural de veneno paralizante, la cual fue fraccionada en frascos de 100 gramos aprox. El valor de preparación de la muestra se elaboró cercano al límite máximo permisible del Reglamento Sanitario de los Alimentos.

Las muestras de ensayo fueron enviadas para la cuantificación de la concentración de saxitoxina equivalente (STX eq).

Los análisis de homogeneidad al ítem de ensayo, se subcontrataron al laboratorio de toxinas marinas del Subdepartamento de Alimentos y Nutrición, donde se utilizó el método AOAC Official Method 959.08 Paralytic Poison Biological Method y cuyo factor de conversión (FC) fue de 0,166. El test de homogeneidad entregó los siguiente resultados $C_{calculado} (0,38) < C_{tabla} (0,60)$ lo que indica que no hay resultados outliers en el lote producido, la $S_{sam2} (102,65) < C_{crítico} (126,07)$ y demostrando que la homogeneidad del material es aceptable.

Cada participante recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el análisis de rutina correspondiente. De igual manera, se indicó que debían cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo. A los participantes, se les recomendó analizar las muestras de ensayo utilizando los métodos rutinarios de análisis de sus laboratorios.

5. CRONOGRAMA

Envío de material de ensayo

19 / Julio / 2016

Fecha límite de envío de resultados

12 / Agosto / 2016

Fecha informe parcial

19 / Agosto / 2016

6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados y analizados estadísticamente. En base al método estadístico de Grubbs, se evalúa la presencia de datos anómalos, posteriormente se procedió a realizar el análisis estadístico.

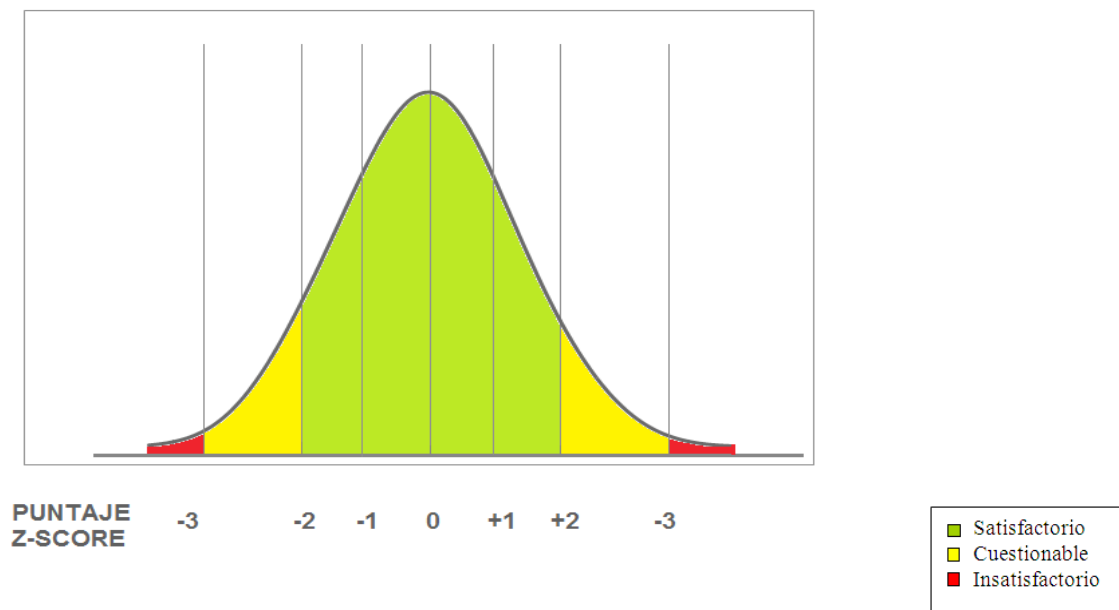
Para poder comparar los diferentes resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios, estos son transformados a valores estándares (Z-score).

El Z-score estima el error que existe entre el resultado informado por el laboratorio participante y el valor asignado del material de ensayo, y la desviación estándar del ensayo de aptitud.

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:

Figura 1.

Valor de Z-score y criterios de aceptabilidad



$[Z] \leq 2$: es decir, entre -2,00 y +2,00 el resultado del laboratorio es “satisfactorio”.

$2 < [Z] < 3$: es decir, entre -2,01 y < -2,99 y; entre +2,01 y < +2,99 el resultado del laboratorio es “cuestionable”.

$[Z] > 3$: el resultado del laboratorio es “no satisfactorio”, es decir, 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 DEL PEEC

7.1.- DATOS

De los 10 laboratorios adscritos, el 100% envió resultados. El test de Grubbs aplicado al conjunto de datos no detectó valores anómalos. Los resultados enviados por los participantes se presentan en la tabla N° 2.

7.2.- TÉCNICAS Y MÉTODOS

La técnica reportada por todos los laboratorios participantes para la determinación de veneno paralizante (saxitoxina equivalente) fue la de bioensayo en ratón. La cepa de ratón informada corresponde mayoritariamente a CF1 y los factores de conversión se encuentran indicados en la tabla N°2.

Los laboratorios indican como métodos de referencia el AOAC 959.08.

8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

En relación a la evaluación estadística se reportaron los siguientes resultados:

Tabla N° 1:

Resumen análisis estadístico

PARÁMETROS	RESULTADOS
n	10
Valor asignado, µg STX Eq/100g	106,17
σ_{pt} , µg STX Eq/100g	18,024
Nº anómalos	0

El valor asignado, se obtuvo en base a estadística robusta utilizando los datos entregados por los participantes. La desviación estándar de la ronda fue calculada con la ecuación de Horwitz.

La distribución representada por la gráfica de Kernel muestra un comportamiento cercano a la normalidad (ver Figura 2).

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 2 (en anexos) se indican los resultados de Z-score obtenido.

Se presentan las gráficas de dispersión lineal, de los Z-score obtenidos por los laboratorios para la muestra. (Ver anexos gráfico N°1). Se presenta gráfica circular para expresar porcentualmente los resultados satisfactorios obtenidos.

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

Los laboratorios evaluados con desempeño satisfactorio fueron diez (10) equivalentes al 100%. En anexos se presentan gráficamente los porcentajes de desempeño obtenido para la ronda, representación de z-score obtenido por los participantes y el método de referencia utilizado por los laboratorios

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- El valor asignado para la evaluación del analito, se obtuvo en base a estadística robusta utilizando los datos entregados por los participantes.
- Todos los laboratorios indican que utilizaron el Método de Bioensayo en ratón
- Los porcentajes de recuperación de los participantes estuvieron entre 75 % y 113%.
- Un 100% de los laboratorios participantes obtuvieron resultados satisfactorios para ésta ronda.
- La versión oficial del presente informe se publicará en la página web 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 Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 78, pp 145- 196.

12. ANEXOS

Tabla N° 2.

Resultados reportados por los laboratorios para determinación de Toxina Paralizante en mariscos.

Código de Muestra	Resultados µg STX Eq/100g	Factor de corrección	Z-Score	E
QAMA 1127	94,10	0,1	-0,67	S
QAMA 1129	105,68	0,1	-0,03	S
QAMA 1131	87,00	0,1	-1,06	S
QAMA 1142	120,42	0,2	0,79	S
QAMA 1143	123,30	0,1	0,95	S
QAMA 1144	129,74	0,1	1,31	S
QAMA 1145	86,00	0,1	-1,12	S
QAMA 1146	110,20	0,1	0,22	S
QAMA 1148	97,39	0,1	-0,49	S
QAMA 1170	107,90	0,1	0,10	S

Evaluación de desempeño	E
Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

Gráfico N° 1:

Gráfico de distribución Z-score.

**VPM en matriz de mariscos, Ronda PEEC, SP6, Año 2016.
Distribución de Z-score.
Valor Asignado: 106,17 Unidades: $\mu\text{g STX Eq}/100\text{g}$.**

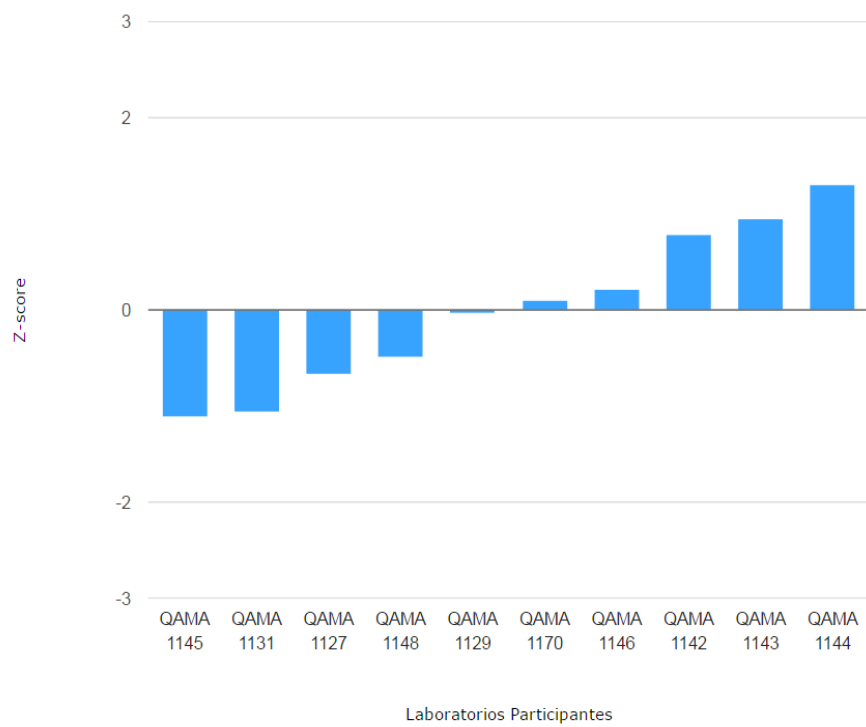


Gráfico N° 2:

Gráfico de evaluación de desempeño.

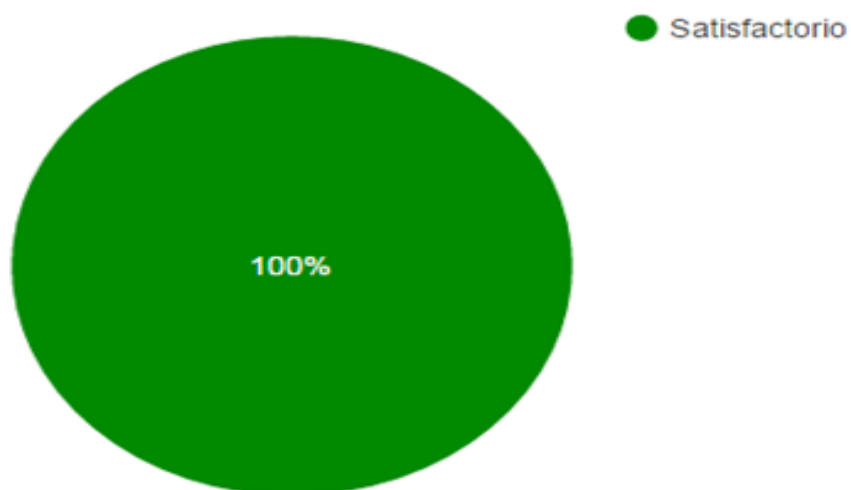


Gráfico N° 3:

Gráfico de Evaluación de desempeño vs. Método de referencia.

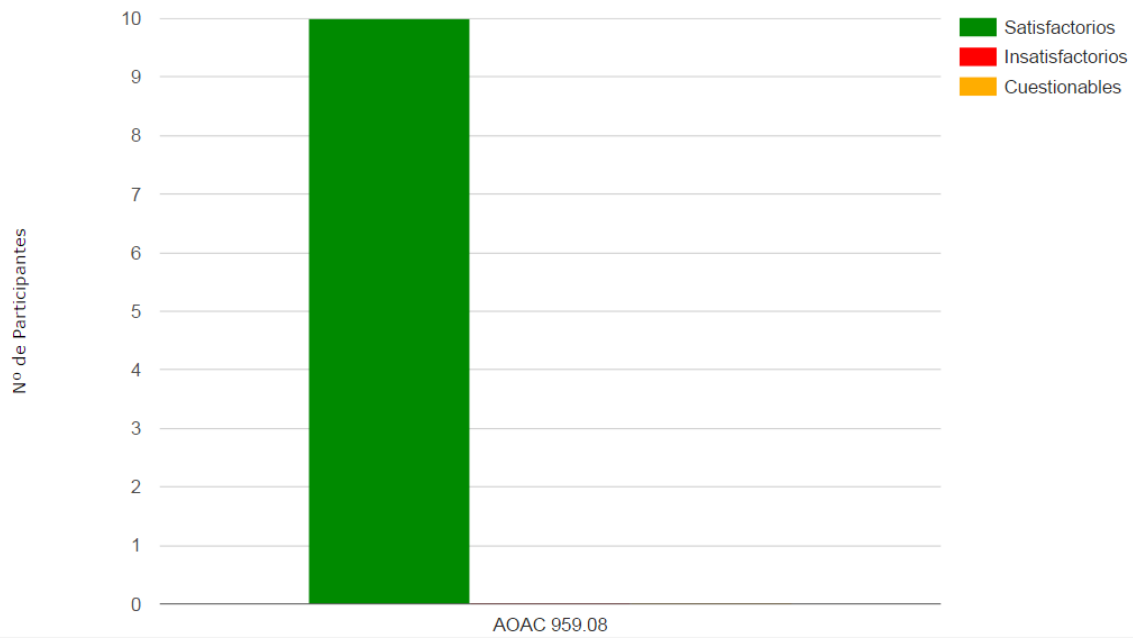


Gráfico N° 4:

Gráfico de Dispersión de acuerdo a sesgo (D).

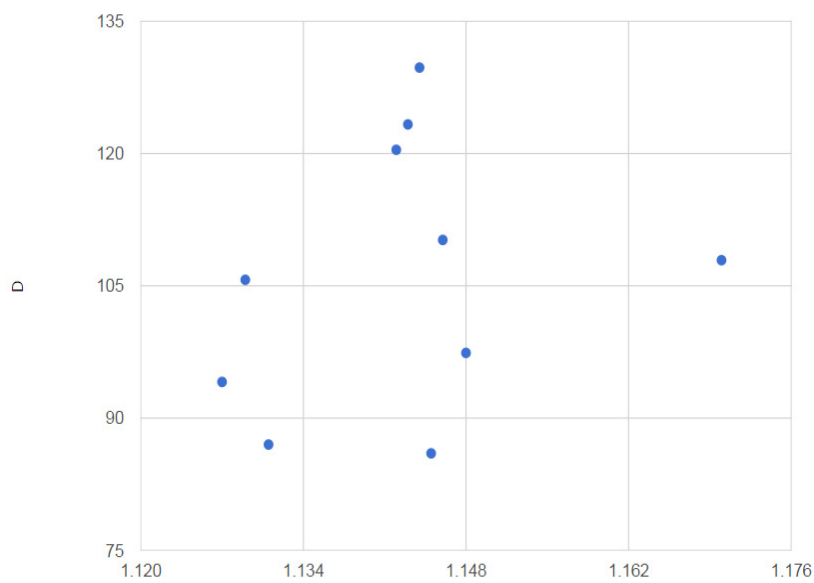


Figura N°2.
Gráfica de Kernel

