

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:
TOXINA PARALIZANTE

INFORME DE ENSAYO DE APTITUD
PEEC- SP6-2010

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.
20.05.2010

Publicación Autorizada por:

B.Q. María Cristina Martínez
26.05.2010.

soraya@ispch.cl

Teléfono: (56)(2)5755498
Fax: (56)(2)3507589

CONTENIDO

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

1. Lista de Participantes

Certificaciones del Perú	Callao	Perú
Japan Food Safety Center SA	Santiago	Chile
Laboratorio de Microbiología Molecular y Biotoxinas Marinas	Lima	Perú
Laboratorio de Salud Ambiental y Ocupacional- SEREMI Salud Región de Antofagasta	Antofagasta	Chile
Laboratorio de Toxinas Marinas Sede Santiago Universidad de Chile	Santiago	Chile
Laboratorio del Ambiente SEREMI de Salud Región de Coquimbo	La Serena	Chile
Laboratorio Marea Roja Castro- SEREMI de Salud Región de los Lagos	Castro	Chile
Laboratorio Marea Roja Quellón- SEREMI de Salud Región de los Lagos	Quellón	Chile
Laboratorio Satélite SEREMI de Salud Región de Magallanes y Antártica Chilena- Sede Porvenir	Porvenir	Chile
Laboratorio Satélite SEREMI de Salud Región de Magallanes y Antártica Chilena - Sede Punta Arenas	Punta Arenas	Chile
Laboratorio Satélite SEREMI de Salud Región de Magallanes y Antártica Chilena - Sede Puerto Natales	Puerto Natales	Chile
Laboratorio Ambiental Llanquihue- SEREMI de Salud Región de los Lagos	Puerto Montt	Chile
Sección Química de Alimentos y Nutrición - Instituto de Salud Pública de Chile	Santiago	Chile
Universidad Austral de Chile- Centro Regional de Análisis de Recursos y Medio Ambiente (CERAM)	Puerto Montt	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
- QF. Lorena Delgado
- T. Claudia Nuñez
- T. Rosario Montecinos

3. Introducción

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma 6 (SP6) "Determinación de Toxina Paralizante", desarrollado por el PEEC- Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile (ISP), dirigido al análisis de toxina paralizante en una matriz de extracto de marisco bivalvo.

Este ensayo de aptitud es una herramienta del sistema de aseguramiento de calidad utilizada por los laboratorios de control de calidad y fiscalización para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en productos pesqueros, específicamente en el área de marea roja y moluscos bivalvos.

4. Material de Ensayo - Envío

El material de ensayo enviado al laboratorio fue:

- a) Material de Ensayo PEEC (tipo 2): Corresponde a una muestra control de extracto de marisco con toxina paralizante, elaborado por el ISP y sometido a test de homogeneidad y estabilidad.
- b) No pudo ser enviado, el materia de ensayo piloto (tipo 1), de matriz marisco liofilizado, debido a problemas en su producción y homogeneidad. Se enviará a los participantes de los laboratorios Chilenos, la muestra en matriz de marisco congelada. Durante el segundo semestre del 2010, este ensayo de aptitud piloto con sus respectivas instrucciones.

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 solicitó 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.

El test de homogeneidad del material de ensayo enviado, fue por el método de bioensayo en ratón. Para 10 análisis independientes en replicado, se obtuvo un $F_{\text{observado}}$ de 1,11 y un F_{critico} de 3,02, considerándose que la variación entre-grupos no es significativa, por lo cual se establece que la muestra enviada es homogénea.

Los análisis fueron realizados en el laboratorio de Toxinas Marinas del ISP, Laboratorio reconocido por la FDA como Laboratorio de Referencia para SERNAPESCA en el Programa de Sanidad de Moluscos Bivalvos para Estados Unidos, y cuenta con acreditación NCh 17.025/2005 del INN.

Para la muestra PEEC el **valor asignado** al material de ensayo fue establecido, de acuerdo al análisis estadístico de kernel, en base a los datos informados por los participantes fue:

n	14
Promedio $\mu\text{g}/100\text{ g}$	126,56

5. Cronograma

Envío de material de ensayo	29/Marzo/2010
Fecha límite de envío de resultados	27/Abril/2010
Publicación informe de ensayo de aptitud	26/Mayo/2010*

* Informe final publicado en página Web: www.ispch.cl, en centro de documentación, debe ser buscado por el participante como: **Informe Ensayo de Aptitud PEEC SP6**

6. Análisis Estadístico

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.

Los laboratorios que reportaron sus resultados como $< o >$, no fueron evaluados.

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_a= Valor asignado o de referencia

σ_p = 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 (%=10⁻², mg/kg=10⁻⁶).

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

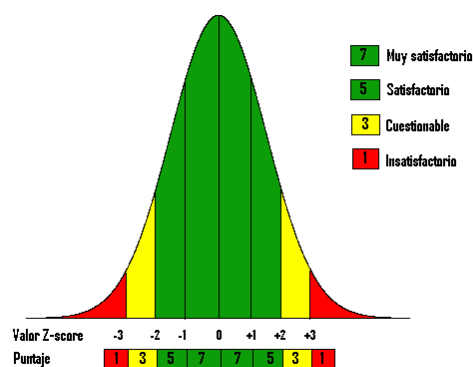


Figura 1

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

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° 2, que se encuentran en los anexos.

De los 16 laboratorios participantes, 2 laboratorios no enviaron los resultados dentro del plazo establecido, lo que se expresa en un 88% de respuesta en general.

7.2.- Métodos

Respecto de los métodos informados por los laboratorios que fueron utilizados para la determinación de toxina paralizante correspondió en su mayoría a bioensayo en ratón basado en AOAC internacional, solo un laboratorio reporto el uso de un ensayo electrofisiológico.

Se menciona el uso de cepas de ratón CF-1, un laboratorio reporto el uso de Cepa Balb/c.

Respecto a la evaluación de desempeño, de acuerdo al fundamento del método analítico los resultados fueron:

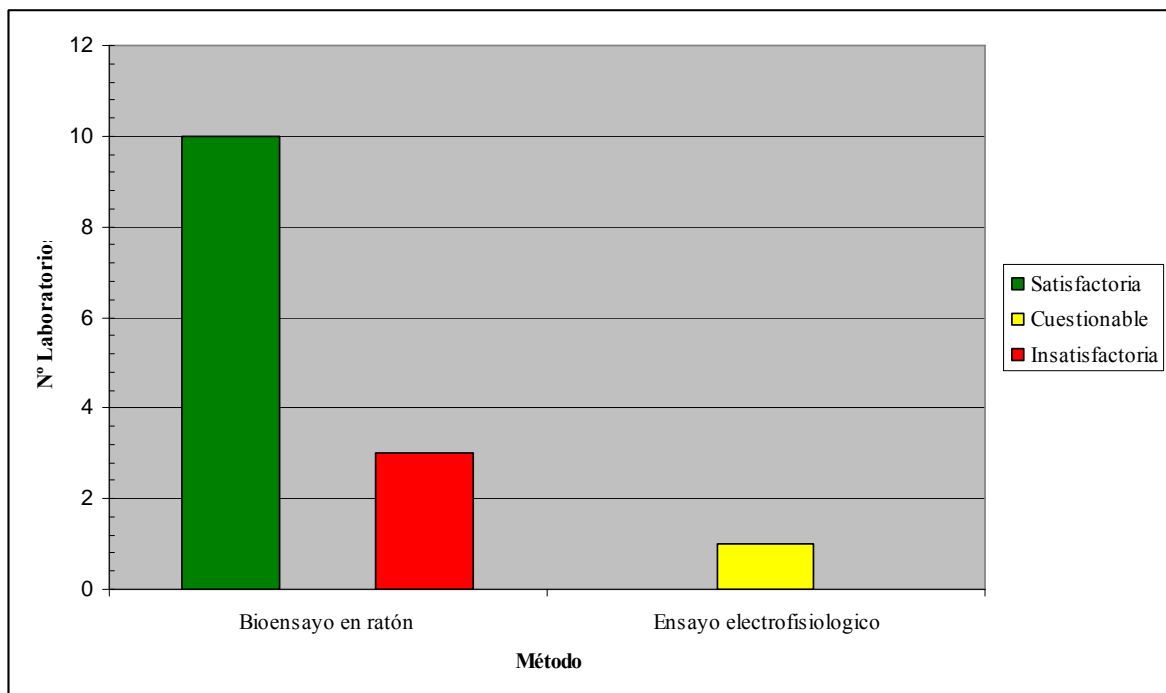


Figura 2

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 extracto de marisco

	Toxina paralizante
n	14
Valor asignado, µg/100 g	126,56
σ_p	9,772
N° anómalos	0
N° no considerados	0

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 3 (en anexos) se señalan los resultados z-score obtenidos.

Se realizó el gráfico de dispersión lineal (ver anexos gráfico N° 1), sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios para cada analito. Indicándose los límites de satisfactorio y cuestionable.

Se realizó el gráfico circular para expresar los resultados satisfactorios obtenidos.

9. Evaluación de Desempeño

La evaluación redeseño de los laboratorios como se mencionó anteriormente solo se realizó a la muestra PEEC, debido a que la muestra de ensayo piloto, no fue enviada en dicha ocasión.

Respecto a la evaluación de los laboratorios en cuanto al z-score obtenido para esta muestra, se puede señalar que:

- Los laboratorios que reportaron sus resultados como < o >, no fueron evaluados.
- El gráfico circular de la evaluación de desempeño se encuentra en los anexos ver gráfico N° 2.
- El 72% de los laboratorios participantes presentan resultados satisfactorios.

10. Comentarios y Sugerencias

- a) Sólo 2 laboratorios de los 16 laboratorios participantes no envió sus resultados.
- b) Sugerimos al laboratorio que cuenten con un Z-Score dentro del rango de cuestionable, evaluar las posibles causas de desviación de resultados.
- c) Existiendo valores de Z-Score muy superiores a [3] es importante que dicho laboratorio evalúe 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.
- d) La versión oficial del presente informe se encuentra publicado en la página Web: 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 (σ , *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° 2. Resultados promedios reportados por los laboratorios para muestra extracto de marisco (Tipo 2), valores z-scores y evaluación:

Código Laboratorio	Código de Muestra	Promedio Resultado $\mu\text{g}/100\text{g}$	z-score	Evaluación
QAA0309	30	163,20	3,75	Insatisfactoria
QAA0316	4	125,00	-0,16	Satisfactoria
QAA0322	19	145,00	1,89	Satisfactoria
QAA0328	28	72,50	-5,53	Insatisfactoria
QAA0339	47	145,40	1,93	Satisfactoria
QAA0347	39	95,00	-3,23	Insatisfactoria
QAA0348	8	98,00	-2,92	Cuestionable
QAA0349	24	110,60	-1,63	Satisfactoria
QAA0357	18	115,26	-1,16	Satisfactoria
QAA0358	21	130,00	0,35	Satisfactoria
QAA0359	*			
QAA0360	44	128,00	0,15	Satisfactoria
QAA0361	32	138,60	1,23	Satisfactoria
QAA0362	15	117,00	-0,98	Satisfactoria
QAA0363	42	127,00	0,05	Satisfactoria
QAA0368	*			

*: Laboratorio no reportó sus resultados en el plazo establecido.

Gráfico N° 1: Gráfico de distribución Z-score - muestra extracto de marisco

Toxina Paralizante, Ronda PEEC, SP6-2010.
Distribución de Z-score.
Valor Asignado: 126,56 Unidades: ug/100 g.

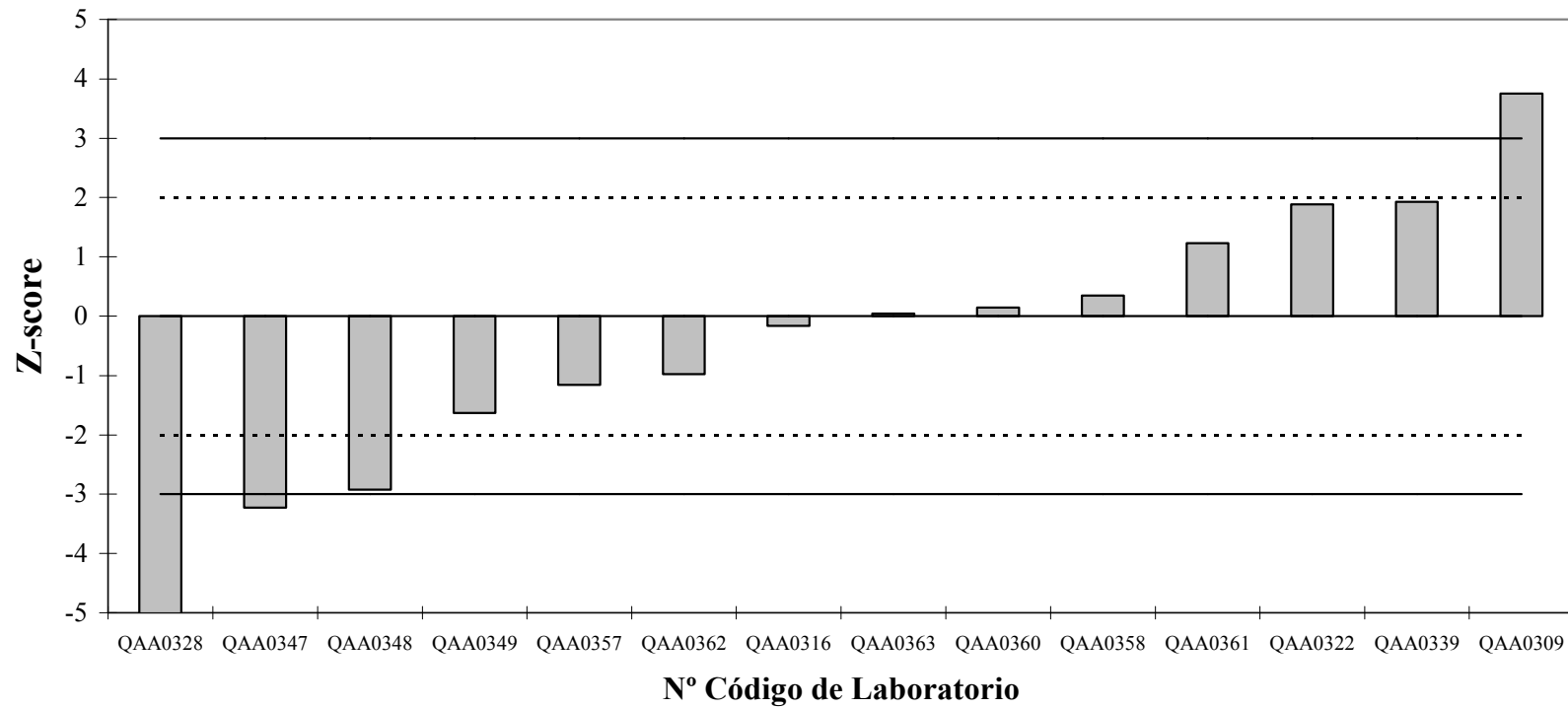
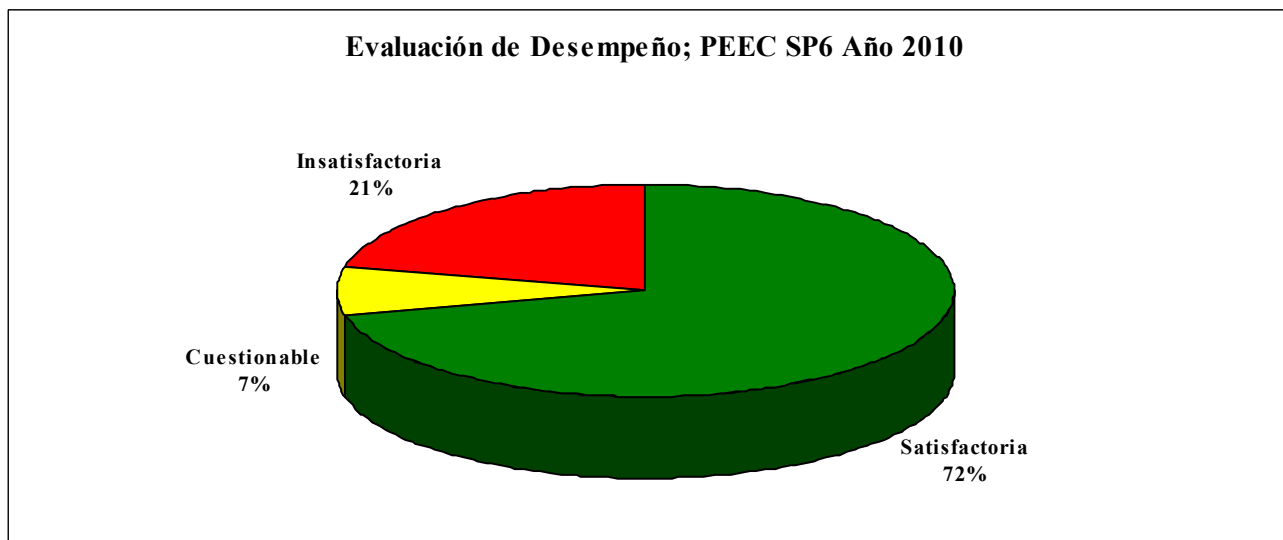
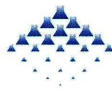


Gráfico N° 3: Gráfico de Evaluación de Desempeño- muestra extracto de marisco





PEEC

PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

