



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



SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:
TOXINA PARALIZANTE



INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD
SP6-2014 V.0

DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL
SUBDEPARTAMENTO DE METROLOGÍA Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
SECCIÓN METROLOGÍA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS



Departamento Salud Ambiental
Subdepartamento de Metrología y Desarrollo Tecnológico
Sección Metrología Ambiental y de Alimentos
Unidad de Coordinación de Ensayos de Aptitud
Instituto de Salud Pública de Chile
Avda. Marathon 1000, Ñuñoa
Santiago de Chile

Coordinador PEEC:

Q. Leonor Esquivel M.
06.10.2014

Autorizado por:

**Jefe (TP) Departamento Salud
Ambiental**

BQ. Roberto Bravo M.

metrologia@ispch.cl

56-2-25755475

CONTENIDO

1. Lista de participantes	2
2. Responsables	3
3. Introducción	3
4. Material de ensayo	3
5. Cronograma	4
6. Análisis estadístico	4
7. Resultados informados por los participantes del PEEC	5
8. Análisis estadístico de los resultados informados	5
9. Evaluación de desempeño	6
10. Comentarios y sugerencias	6
11. Referencias	6
12. Anexos	7

1. LISTA DE PARTICIPANTES

Laboratorio de Toxinas Marinas Sede Santiago Facultad de Medicina Universidad de Chile.	Santiago	Chile
Centro Regional de Análisis de Recursos y Medio Ambiente Universidad Austral de Chile.	Puerto Montt	Chile
Laboratorio del Ambiente Llanquihue, SEREMI de Salud de Los Lagos.	Puerto Montt	Chile
Laboratorio de Marea Roja Castro, SEREMI de Salud de Los Lagos.	Castro	Chile
Laboratorio Toxinas Marinas Sede Castro, Facultad de Medicina Universidad de Chile.	Castro	Chile
Laboratorio Satélite Marea Roja de Quellón, SEREMI de Salud de Los Lagos.	Quellón	Chile
Laboratorio del Ambiente, SEREMI de Salud de Aysén.	Coyhaique	Chile
Laboratorio de Salud Pública, SEREMI de Salud Magallanes	Punta Arenas	Chile
Laboratorio Salud Pública Ambiental y Laboral Punta Arenas, SEREMI de Salud Magallanes.	Punta Arenas	Chile
Laboratorio Satélite Porvenir, SEREMI de Salud Magallanes.	Punta Arenas	Chile
Instituto Tecnológico de la Producción	Lima	Perú

2. RESPONSABLES

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- Leonor Esquivel (Coordinador PEEC)

Colaboradores:

- Soraya Sandoval (revisión de informe).
- Jaminton Ramirez (colaborador)
- Tamara Salfate (elaboración documentación, embalaje y despacho del material de ensayo, revisión protocolo, revisión informe preliminar).
- Gabriel Zambrano (embalaje y despacho de ítems de ensayo).

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma (SP6-2014) "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 $C_{\text{calculado}} (0,19) < C_{\text{tabla}} (0,60)$ lo que indica que no hay resultados outliers en el lote producido, la $S_{\text{sam}}^2 (350,1485) < C_{\text{crítico}} (384,10)$ 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 de Agosto
Fecha límite de envío de resultados	22 de Septiembre
Fecha informe parcial	26 de Septiembre
Fecha efectiva de publicación informe parcial	01 de Octubre

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:

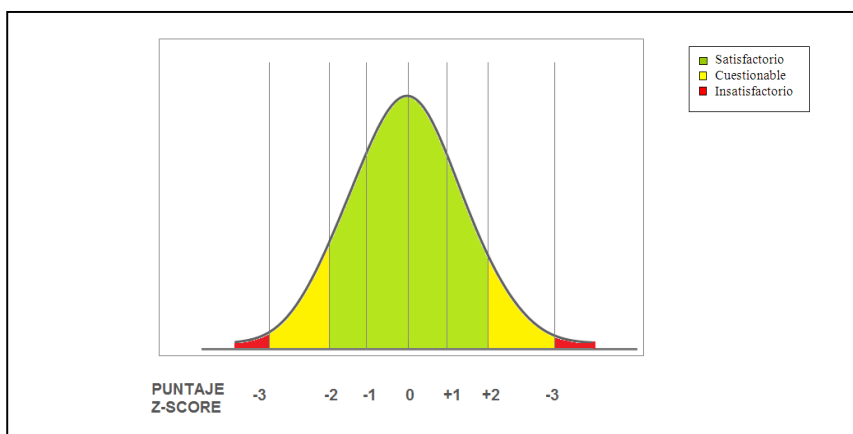


Figura1. Valor de Z-score y criterios de aceptabilidad

$[Z] \leq 2$: 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".

$[Z] \geq 3$: 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 11 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: Procedimiento del ISP PRT-711.04-081 y 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	11
Valor asignado, $\mu\text{g STX Eq}/100\text{g}$	103,18
σ_{pt} , $\mu\text{g STX Eq}/100\text{g}$	16,431
N° 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 calculan 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 presentan gráficas circulares para expresar porcentualmente los resultados satisfactorios obtenidos.

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

Los laboratorios evaluados con desempeño satisfactorio fueron diez (10) equivalentes a un 91% y sólo un laboratorio presentó un (1) desempeño cuestionable. En anexos se presentan gráficamente los porcentajes de desempeño obtenido para la ronda, representación de z-score obtenido por los participantes y los métodos de referencia asociados a cada desempeño.

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) El valor asignado para la evaluación del analito, se obtuvo en base a estadística robusta utilizando los datos entregados por los participantes.
- b) Todos los laboratorios indican el uso del Método del Bioensayo en ratón. Sólo un laboratorio indica el factor de dilución utilizado.
- c) Los porcentajes de recuperación de los participantes estuvieron entre 61 % y 120%, más los laboratorios que presentan resultados satisfactorios se encuentran dentro del Valor Asignado $\pm 20\%$.
- d) Un 91% de los laboratorios participantes obtuvieron resultados satisfactorios para ésta ronda.
- e) Para el laboratorio que cuente con un Z-Score en el rango cuestionable se recomienda evaluar el/los análisis de causa que dieron origen a la desviación de los resultados reportados, según lo definido en sus procedimientos.
- f) 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. AMC technical brief (2006). *Representing data distribution with kernel density estimates*.
3. "Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A
4. NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud

12. ANEXOS

Tabla Nº 2. Resultados reportados por los laboratorios para determinación de Toxina Paralizante en mariscos.

Código del Laboratorio	Resultados reportados μg STX Eq/100g	Factor de conversión	Z-score	E
QAMA0969	63,13	0,170	-2,44	C
QAMA0953	90,00	0,177	-0,80	S
QAMA0871	92,56	0,100	-0,65	S
QAMA0951	93,06	0,167	-0,62	S
QAMA0959	101,00	0,174	-0,13	S
QAMA0869	101,80	0,170	-0,08	S
QAMA0891	108,20	0,100	0,31	S
QAMA0831	114,80	0,100	0,71	S
QAMA0961	115,00	0,184	0,72	S
QAMA0861	120,00	0,100	1,02	S
QAMA0833	123,27	0,100	1,22	S
Valor asignado	103,18			

*: No envía resultados.

Evaluación de desempeño	E
Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

Gráfico N° 1: Gráfico de distribución Z-score.

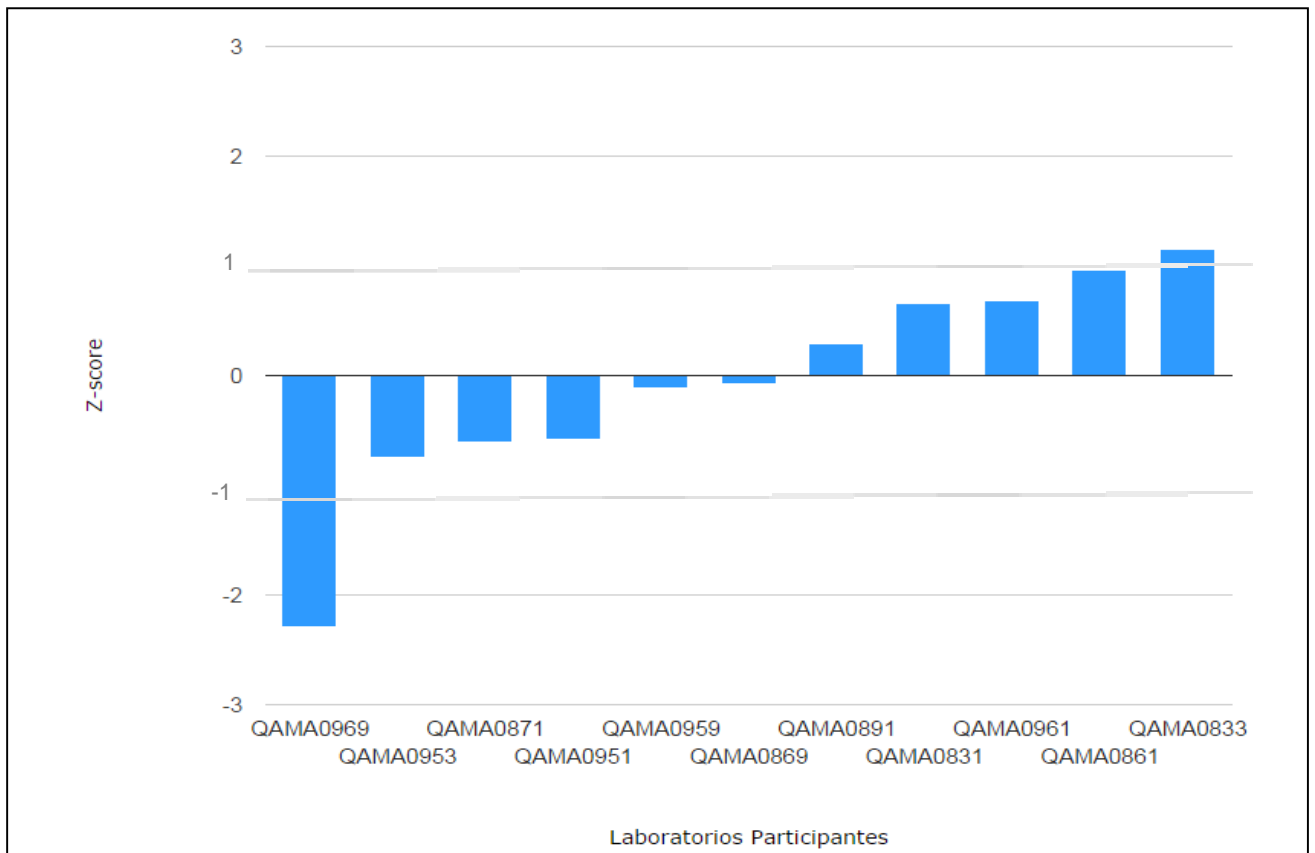


Figura N°2. Gráfica de Kernel

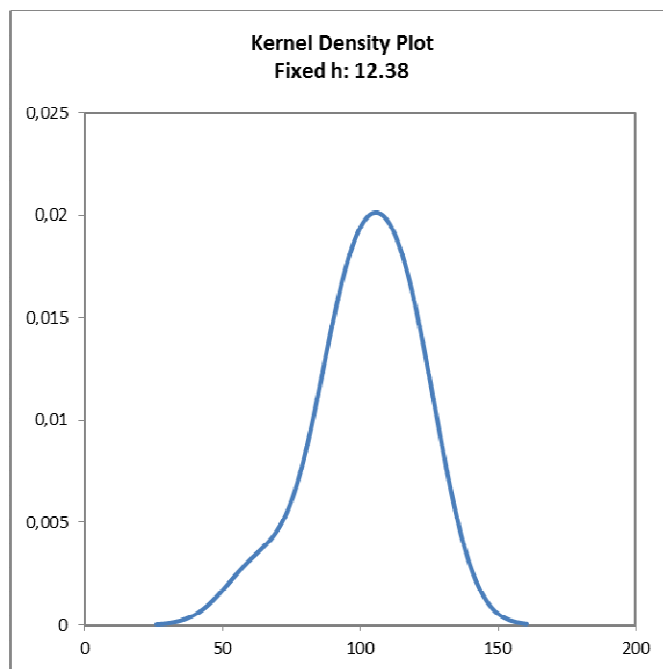


Gráfico N° 2: Gráfico de evaluación de desempeño.

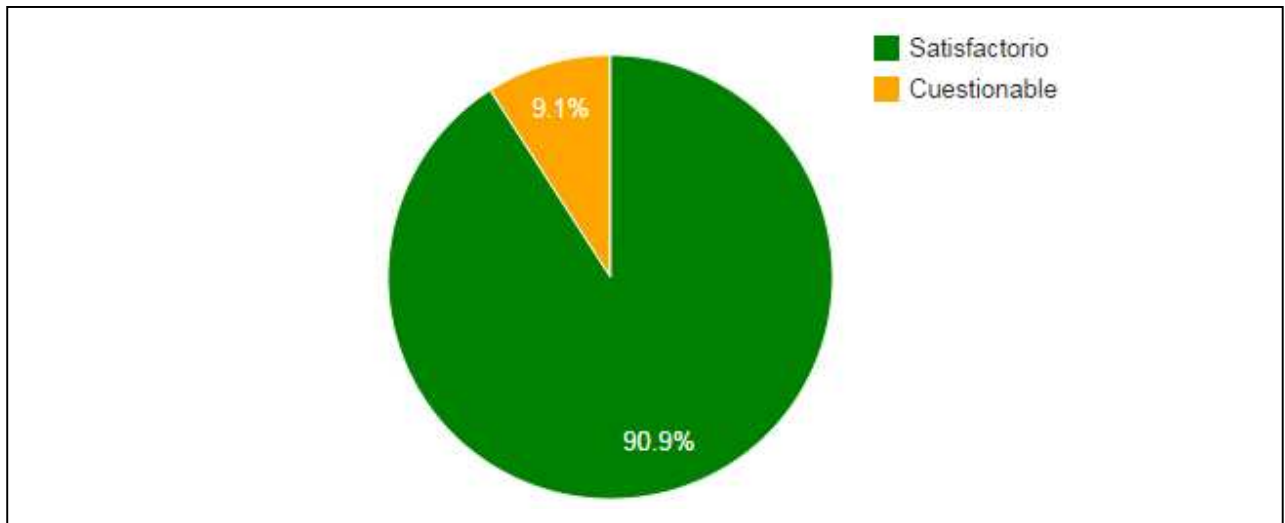


Gráfico N° 3: Gráfico de Evaluación de desempeño vs. Método de referencia.

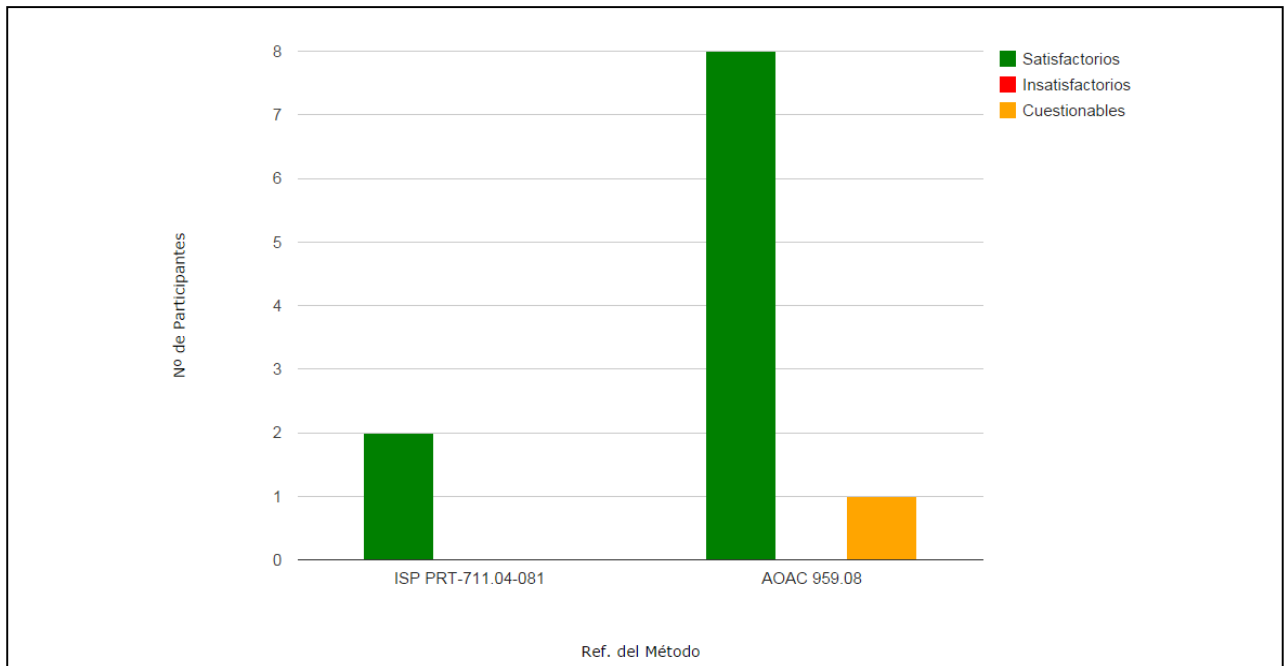


Tabla N° 3. Evaluación de desempeño según método de referencia informado

Evaluación	Método de referencia	
	AOAC 959.08	PRT-711.04-081
Satisfactorio	8	2
Cuestionable	1	0
Insatisfactorio	0	0

