



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

PROGRAMA BIOTOXINA MARINAS EN MOLUSCOS BIVALVOS: SUBPROGRAMA DETERMINACIÓN DE TOXINA PARALIZANTE POR BIOENSAYO EN RATÓN.

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | SALUD AMBIENTAL | CÓDIGO RONDA-AÑO: SP6-2019 VERSIÓN: 03



RG-04-IT-751.01-002.
Versión 0.
Fecha 15/07/2019

INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA DE CHILE

DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL
SUBDEPARTAMENTO DE METROLOGÍA Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
SECCIÓN METROLOGÍA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS
UNIDAD DE COORDINACIÓN DE ENSAYOS DE APTITUD.

Av. Marathon 1000, Ñuñoa. Santiago. Chile.
Código Postal 7780050.

www.ispch.cl

Coordinador PEEC:

QF. María Natalia Gutiérrez Vargas

Autorizado por:

Jefe Departamento Salud Ambiental
Dra. Isel Cortés Nodarse.

Informe Ronda -Año: SP8-2019

Fecha: 06/02/2020

Versión N°: 03

Contacto:

Oficina de Informaciones, Reclamos y Sugerencias (OIRS)

Lunes a Jueves de 08:00 a 17:30 horas

Viernes de 08:00 a 16:30 horas

Fono: +56 2 25755600 – +56 2 25755601

<http://www.ispch.cl/oirs/>



PROGRAMA EVALUACIÓN EXTERNA DE LA CALIDAD SUBPROGRAMA DETERMINACIÓN DE TOXINA PARALIZANTE POR BIOENSAYO EN RATÓN

CONTENIDO

1.	LISTA DE PARTICIPANTES.....	04
2.	RESPONSABLES.....	04
3.	INTRODUCCIÓN.....	04
4.	MATERIAL DE ENSAYO.....	05
5.	CRONOGRAMA.....	06
6.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	06
7.	RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES.....	07
8.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS.....	08
9.	EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO.....	09
10.	COMENTARIOS Y SUGERENCIAS.....	09
11.	REFERENCIAS.....	09
12.	ANEXOS.....	10

1. LISTADO DE PARTICIPANTES

CENTRO REGIONAL DE ANÁLISIS DE RECURSOS Y MEDIO AMBIENTE (CERAM) UNIVERSIDAD AUSTRAL DE CHILE	PUERTO MONTT
LABORATORIO AMBIENTAL LLANQUIHUE / SEREMI DE SALUD REGIÓN DE LOS LAGOS	PUERTO MONTT
LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE LA SEREMI DE SALUD MAGALLANES	PUNTA ARENAS
LABORATORIO DE TOXINAS MARINAS SEDE CASTRO FACULTAD DE MEDICINA - UNIVERSIDAD DE CHILE	CASTRO
LABORATORIO DE TOXINAS MARINAS SEDE SANTIAGO FACULTAD DE MEDICINA - UNIVERSIDAD DE CHILE	INDEPENDENCIA
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD AYSÉN	AYSÉN
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD REGIÓN COQUIMBO	LA SERENA
LABORATORIO DEL ORGANISMO NACIONAL DE SANIDAD PESQUERA	LIMA - PERÚ
LABORATORIO MAREA ROJA CASTRO	CASTRO
LABORATORIO SATÉLITE DE MAREA ROJA QUELLÓN	QUELLÓN
LABORATORIO SATÉLITE PORVENIR, SEREMI DE SALUD MAGALLANES	PORVENIR
LABORATORIO SATÉLITE PUERTO NATALES	PUERTO NATALES

2. RESPONSABLES

2.1. Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- QF. María Natalia Gutiérrez Vargas – Coordinador de Ensayos de Aptitud

2.2. Colaboradores:

- Ing. Marcelo Soto Varas (Elaboración del Material de Referencia del Ensayo de Aptitud Química Orgánica)
- Tec. Gabriel Zambrano Muñoz (Preparación, embalaje y etiquetado de ítems de ensayo)
- Ing. Karina González Navea (Revisión Informe)
- Ing. Marcelo Soto Varas (Revisión Informe)

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación del ensayo de intercomparación del Subprograma "Determinación de Toxina Paralizante por bioensayo en ratón". Este ensayo corresponde a la cuantificación/detección de Veneno Paralizante en marisco bivalvo congelado, de un material elaborado por el Área de Química Orgánica Metrológica y corresponde a una herramienta utilizada para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en laboratorios de ensayos que realizan análisis de Veneno Paralizante como STX Eq. Esta ronda de ensayo de aptitud de tipo interlaboratorio de participación simultánea es realizada por el ISP desde el año 2007 para satisfacer los requerimientos de Laboratorios que requieren realizar control o vigilancia de acuerdo a el Programa Nacional de Vigilancia de Marea Roja del ministerio de Salud (Ord.4B/6518) (Informe

Programa de Vigilancia de Floraciones Algales Nocivas (FAN) en Chile, MINSAL-ISP-SEREMIS DE SALUD año 2010, Página 3).

4. MATERIAL DE ENSAYO

El ítem de ensayo enviado contiene aproximadamente 100 gramos de molusco congelado para la determinación cuantitativa del analito Toxina Paralizante en Molusco, envasada en frasco de vidrio protegido de la luz, previamente acondicionado, sellado, etiquetada y codificada.

El material de ensayo para análisis de Toxina Paralizante en Molusco correspondió a un material preparado y caracterizado por el área de Metrología Química Orgánica y Etanol 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:

Tabla N° 1

Métodologías de análisis

Componente/analito	Método
Toxina Paralizante de Molusco	Referencia ME-711.04-081 Determinación de toxina Paralizante de moluscos (VPM) Según AOAC Official Method 959.08 Paralytic Shellfish Poison. Biological Method.

Tabla N° 2

Resultados evaluación de homogeneidad

Componente/analito	n	Criterio aceptabilidad	Resultado test
Toxina Paralizante de Molusco	10	$S^2_{sam} (1,4286) < \text{Valor crítico } C (4,95)$	Aceptable

n: número de muestras ensayadas en duplicado

La evaluación de estabilidad está basada de acuerdo al criterio presentado en ISO 13528.

Tabla N°3:

Resultados Test de Estabilidad

Componente/analito	n	Criterio aceptabilidad	Resultado test
Toxina Paralizante de Molusco	6	$ X - Y (1,0) < 0,3 \times Spt = 2,06$ $b1 (0,2558) < t 0,95 ; n=2 (2,78)$	Aceptable

n: número de muestras ensayadas en duplicado

El resultado del test de homogeneidad y estabilidad realizado a los ítems de ensayo entregó los siguientes resultados demostrando que el material es estable para los fines previstos

Valor Asignado para la evaluación de desempeño de la ronda se estableció según valor de consenso de los participantes. A modo informativo se señala en la Tabla N°4 el valor de referencia del Test de homogeneidad.

Tabla N°4:

Valor de Referencia del Test de Homogeneidad acompañado de incertidumbre combinada (Homogeneidad y estabilidad).

Componente/Analito	Valor Asignado ($\mu\text{g STX eq/ 100g}$) $\pm U_{(k=2)}$ ($\mu\text{g STX eq/ 100g}$)	Trazabilidad
Toxina Paralizante de Molusco	37,0 \pm 3,6	No aplica

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipulación e indicaciones prácticas de seguridad a tomar en cuenta, durante el desarrollo del ensayo. El análisis debía ser según método de Bioensayo en ratón.

5. CRONOGRAMA

- 5.1. **Envío de material de ensayo**
07 / 05 / 2019
- 5.2. **Fecha límite de envío de resultados de los laboratorios participantes (Plazo de respuesta)**
30 / 05 / 2019
- 5.3. **Fecha publicación informe parcial en Portal PEEC**
28 / 06 / 2019

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.

El análisis estadístico se basó en la Robusta de los participantes con Desviación Estándar de la evaluación de aptitud calculada por Horwitz.

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

Para el desempeño de los resultados de los participantes, los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera: z-score, ejemplo:

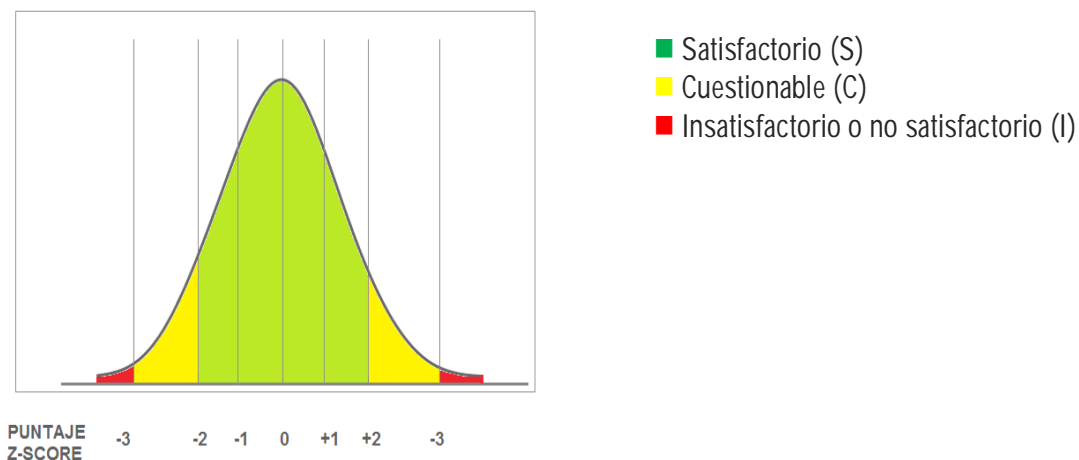
$$z = \frac{x - X}{\hat{\sigma}}$$

Dónde;

- z: Valor z, z-score
- x: Resultado del participante
- X: Valor asignado
- $\hat{\sigma}$: Desviación estándar de la evaluación de aptitud

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**
- $|z| \geq 3$: el resultado del laboratorio es **INSATISFACTORIO**, es decir, no satisfactorio.

Para fines de conservar la confidencialidad de los resultados y la evaluación de desempeño de los participantes, estos son reportados en el informe con el código CIL (Código de Identificación del Laboratorio), por lo cual el participante deberá ubicarse en las tablas y gráficas de acuerdo al código CIL asignado a su laboratorio para el año correspondiente de la presente ronda.

7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

7.1.- Datos

Los resultados enviados por los participantes para los diferentes analitos se presentan en las tablas Nº 7 (ver anexo). De los 12 laboratorios adscritos, el 100% enviaron resultados del analito.

Se solicitó a los laboratorios reportar sus resultados con mínimo 1 decimal para el analito Toxina Paralizante de Molusco.

7.2.- Técnicas y métodos

Respecto de los métodos informados por los laboratorios que fueron utilizados para la determinación del analito se puede comentar que:

- Para determinación de Toxina Paralizante de Molusco utilizan el 91,7% el Método AOAC 959.08 y el 8,3% restante el Método de Referencia ISP PRT-711.04-081.
- El 100% utiliza la Técnica de Bioensayo en ratón | Bioanálisis.
- Las cepas de ratón utilizadas fueron CF-1 por 11 laboratorios y BALB-C por 1 laboratorio.

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° 5:

Resumen análisis estadístico para la evaluación de desempeño

Parámetros	Toxina Paralizante de Molusco
	(µg STX eq/ 100g)
N° datos reportados (n)	12
Valor asignado (\bar{X})	41,03
Desviación estándar ensayo de aptitud ($\hat{\sigma}$)	7,507
N° valores anómalos	0

En relación a los datos de la tabla N° 5, para fines de la evaluación de desempeño para el analito el valor asignado fue establecido por valor de consenso de los participantes y la desviación estándar del ensayo de aptitud por Horwitz.

Tabla N° 6:

Resumen análisis estadístico robusto de la ronda por analito

Parámetro	Media	Media Robusta	Mediana	MAD	MADe
Analito	(µg STX eq/ 100g))	(µg STX eq/ 100g))	(µg STX eq/ 100g))	(µg STX eq/ 100g))	(µg STX eq/ 100g))
Toxina Paralizante de Molusco	41,907	41,032	40,620	1,655	2,4537

MAD: Desviación absoluta media, Mediana del valor absoluto de todas las desviaciones o mediana de las diferencias absolutas.

MADe: Desviación estándar de consenso.

En la tabla N° 7, se resumen los resultados reportados por cada participante y los z-score alcanzados.

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

La evaluación de desempeño se estableció a través del modelo estadístico z-score, calculado con el valor asignado y la desviación estándar indicada en la tabla N° 5 del presente informe.

La calificación de z-score alcanzada y evaluación de desempeño respecto de la evaluación de análisis de Toxina Paralizante de Molusco, se puede observar en la tabla N°7, (ver anexo).

El gráfico circular de la evaluación de desempeño global por el analito, la evaluación de desempeño del analito versus método de referencia informado por los participantes y distribución de z-score se presentan en anexos numerados desde gráfica N° 1.

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) De un total de 12 adscrito para esta ronda, el 100% envió resultados para el analito de Toxina Paralizante de Molusco.
- b) Para el análisis estadístico del analito Toxina Paralizante de Molusco se presentaron 0 datos anómalos.
- c) Se observa que respecto del año anterior el desempeño para el analito Toxina Paralizante de Molusco se ha mantenido en 100% de satisfactoriedad.
- d) La versión 3 de este Informe anula y reemplaza versión 2 del mismo. Esta nueva versión del Informe realiza aclaración en tabla N°4 e incorpora la codificación del registro en la portada, sin modificar el contenido del informe.
- d) La versión autorizada del informe final se encuentra publicada en página web institucional: www.ispch.cl

11. REFERENCIAS

1. *ISO 13528:2015 (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 Committe, N° 6, A.*
4. *Thompson, M., Ellison, S.L.R and Wood, R. 2006. The International Harmonized Protocol for Proficiency*

5. *The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp. 145-196.*

13. ANEXOS

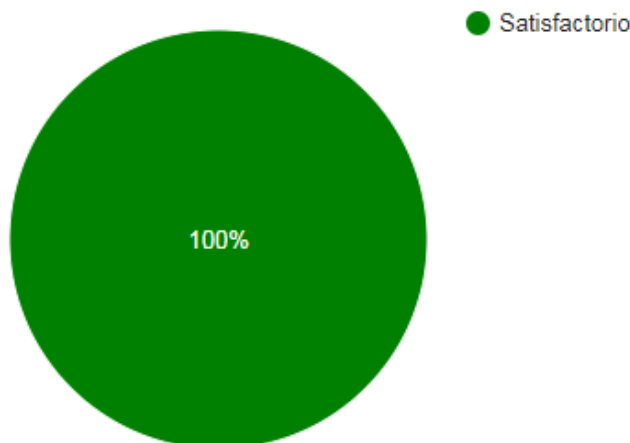
Tabla N° 7

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

CIL	Resultados Unidades SXT eq/100 g	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1717	41,00	0	Satisfactoria
QAMA1719	39,56	-0,20	Satisfactoria
QAMA1740	48,48	0,99	Satisfactoria
QAMA1742	35,70	-0,71	Satisfactoria
QAMA1743	43,00	0,26	Satisfactoria
QAMA1744	40,39	-0,09	Satisfactoria
QAMA1745	39,53	-0,20	Satisfactoria
QAMA1751	51,90	1,45	Satisfactoria
QAMA1753	38,40	-0,35	Satisfactoria
QAMA1755	40,20	-0,11	Satisfactoria
QAMA1756	40,85	-0,02	Satisfactoria
QAMA1766	43,87	0,38	Satisfactoria

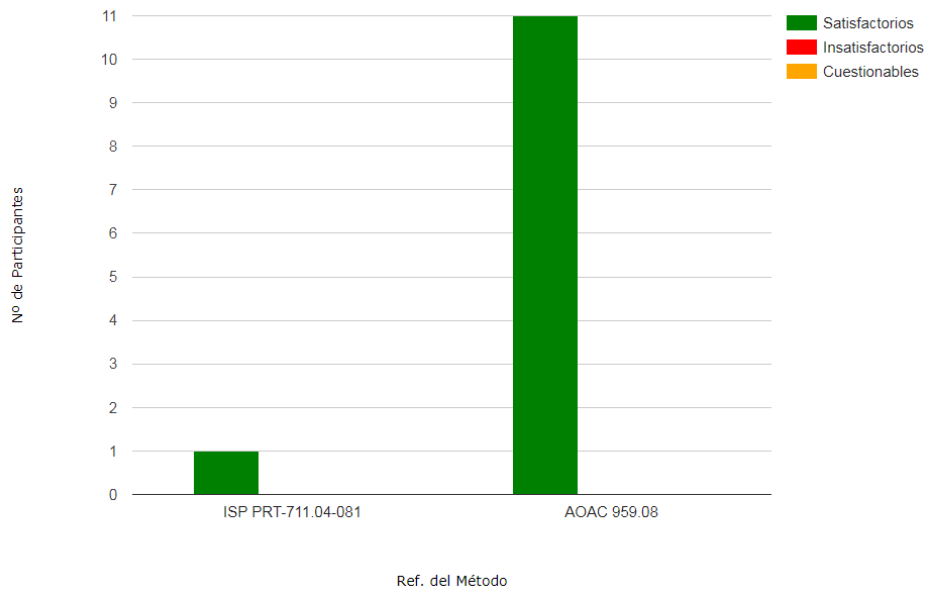
GRÁFICA N° 1

Evaluación de desempeño de Veneno Paralizante



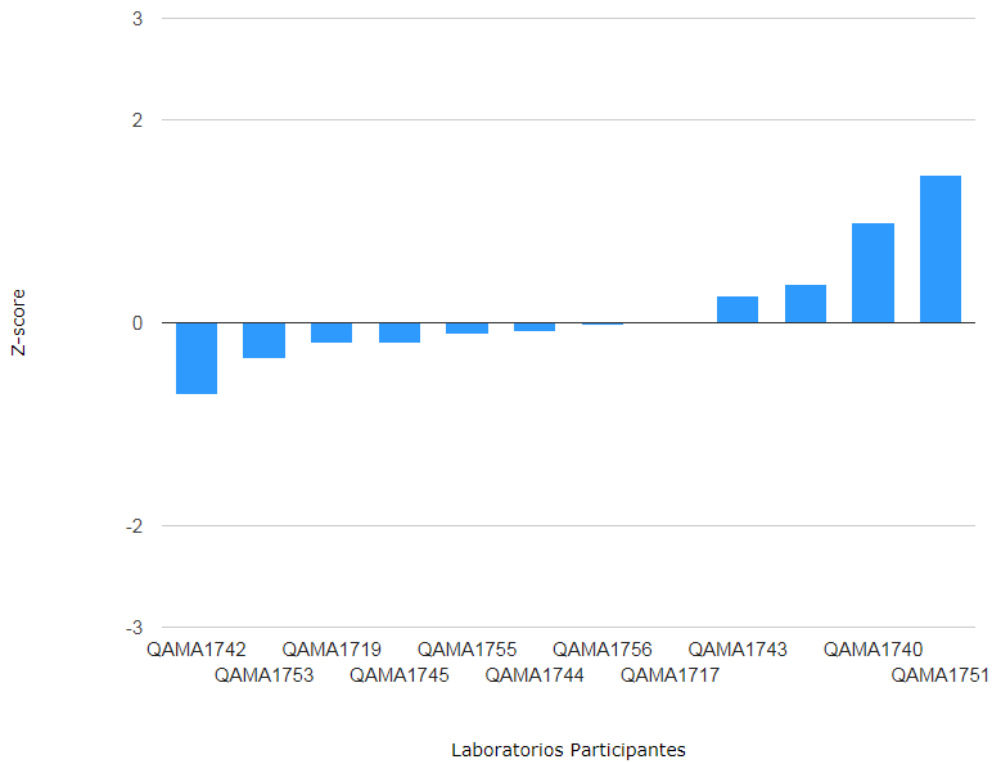
GRÁFICA N° 2.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorios para determinación de Veneno Paralizante.



GRÁFICA N° 3.

Distribución de z-score para determinación de Veneno Paralizante.



GRÁFICA N° 4.

Dispersión de datos para determinación de Veneno Paralizante.

