

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

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS: TOXINA AMNÉSICA

INFORME FINAL PEEC SP13-2016 V.0

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:
TOXINA AMNÉSICA

Coordinador (S) PEEC:

Ing. Karina González Navea
20-09-2016 V.0

Autorizado por:

Jefe (S) Departamento Salud Ambiental
Claudia López Gómez



P E E C
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS: TOXINA AMNÉSICA

CONTENIDO

1. LISTA DE PARTICIPANTES	4
2. RESPONSABLES	4
3. INTRODUCCIÓN	4
4. MATERIAL DE ENSAYO	4
5. CRONOGRAMA	5
6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO	5
7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC	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

CENTRO REGIONAL DE ANÁLISIS DE RECURSOS Y MEDIO AMBIENTE (CERAM) UNIVERSIDAD AUSTRAL DE CHILE	PUERTO MONTT
LABORATORIO AMBIENTAL DE VIÑA DEL MAR DE LA SEREMI DE SALUD REGIÓN VALPARAÍSO	VIÑA DEL MAR
LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE LA SEREMI DE SALUD MAGALLANES, PUNTA ARENAS.	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

2. RESPONSABLES

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- Ing. Karina González N. (Coordinador(S) Ensayos de aptitud)

Colaboradores:

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

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma (SP13) "Determinación de Toxina Amnésica", desarrollado por el PEEC Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile (ISP), herramienta para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en productos pesqueros, específicamente en el área de biotoxinas marinas.

4. MATERIAL DE ENSAYO - ENVÍO

El ítem de ensayo enviado correspondió a un extracto de marisco, Material de Referencia Certificado (MRC) adquirido. El valor del analito de acuerdo a lo señalado en el certificado es:

Ácido domoico $49 \pm 3 \mu\text{g} / \text{g}$ $(\pm U_{k=2})$

A partir del MRC se preparó el ítem de ensayo correspondiente a un extracto orgánico de ácido domoico realizado de acuerdo a las instrucciones del proveedor. Esta actividad fue ejecutada por el Laboratorio Designado en biotoxinas en mariscos de la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos (SMAA) y perteneciente a la Red Nacional de Metrología. El lote de extracto producido fue analizado en cuanto a su homogeneidad por el Laboratorio de Toxinas Marinas del ISP, con el método CEN/TC 275 European Standard.

Para el test de homogeneidad se analizaron 10 muestras independientes en replicado. Obteniéndose un resultado aceptable de $S_{sam2}(0,106) < C_{crítico}(0,17)$. Para fines del ensayo de aptitud, el valor asignado se obtuvo del test de homogeneidad:

Valor asignado en extracto de marisco: Ácido domoico 9,99 µg/mL

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

16 / Agosto / 2016

Fecha de informe parcial

26 / Agosto / 2016

6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados y analizados estadísticamente.

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

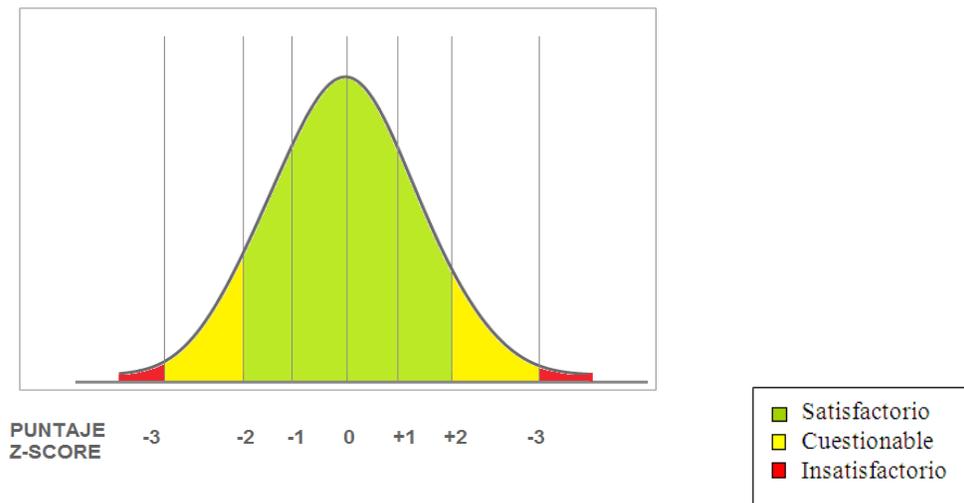
El Z-Score estima el error que existe entre el resultado informado por el laboratorio participante y el valor asignado del material de ensayo, y la desviación estándar del ensayo de aptitud.

El valor asignado para la evaluación del analito, se obtuvo en base a los datos obtenidos del test de homogeneidad. Por lo tanto, la desviación estándar de la ronda, fue calculada en base al modelo estadístico de Horwitz.

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"

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al CIL (código Identificación de Laboratorio) asignado a su laboratorio.

RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC

7.1.- Datos

De los 7 laboratorios adscritos: todos los laboratorios enviaron resultados, lo que se expresa en un 100 % de respuesta.

Los resultados enviados por los participantes se presentan en la tabla N° 2 que se encuentra en los anexos.

7.2.- Técnicas y métodos

La técnica informada por los seis laboratorios participantes para el análisis de ácido domoico (toxina amnésica) es Cromatografía Líquida HPLC-UV.

Se indican como métodos de referencia: Procedimiento del ISP PRT-711.04-079, CEN/TC 275 European Standard, AOAC 991.26 e IOC. Manuals and Guides N° 33, UNESCO 1995 y método in house. (Ver gráfico n°3)

8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

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

Tabla N° 1:

Resumen análisis estadístico muestra extracto de marisco

Parámetros	Resultados
n	7
Valor asignado, µg/mL	9,99
σ_{pt} , µg/mL	0,981
Nº anómalos	0

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 2 (en anexos) se señalan los Z-Score obtenidos.

Se presentan las gráficas 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 en cada caso.

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

Los laboratorios evaluados con desempeño satisfactorio Z-Score ≤ 2 fueron cinco y un laboratorio resultó con 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

- Un 85,7% de los laboratorios participantes que reportaron resultados, obtuvieron un desempeño satisfactorio, correspondiente a cinco (6) laboratorios. En cambio sólo un (1) laboratorio obtuvo un desempeño insatisfactorio, equivalente a un 14,3%.
- Para el laboratorio que cuente con un Z-Score en el rango insatisfactorio se recomienda evaluar el/los análisis de causa que dieron origen a la desviación de los resultados reportados, según lo definido en sus procedimientos.
- La versión final de este informe se encuentra publicada en 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 y Z-Score para muestra de extracto de marisco.

CIL	Resultados ($\mu\text{g} / \text{mL}$)	Z-Score	Evaluación
QAMA 1143	9,94	-0,16	Satisfactorio
QAMA 1144	9,99	-0,11	Satisfactorio
QAMA 1145	9,92	-0,18	Satisfactorio
QAMA 1146	9,77	-0,33	Satisfactorio
QAMA 1148	10,25	0,16	Satisfactorio
QAMA 1170	10,33	0,24	Satisfactorio
QAMA 1182	13,47	3,44	No Satisfactorio

Evaluación de desempeño	
Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

Gráfico N° 1:

Gráfico de distribución Z-Score.

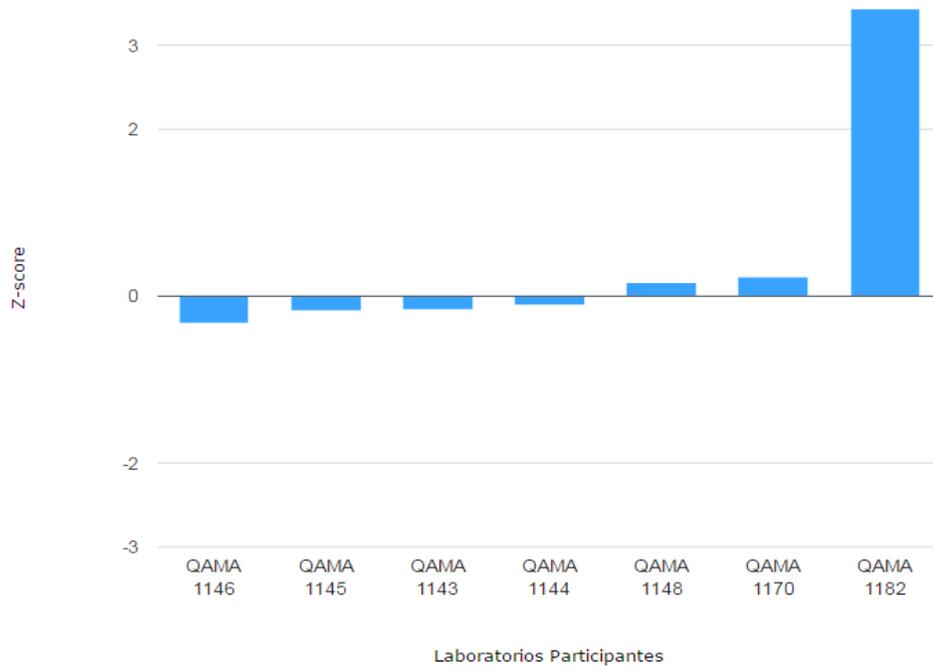


Gráfico N° 2:

Gráfico porcentual evaluación de desempeño- Muestra extracto de marisco

Gráfica Porcentual de Evaluación de Desempeño

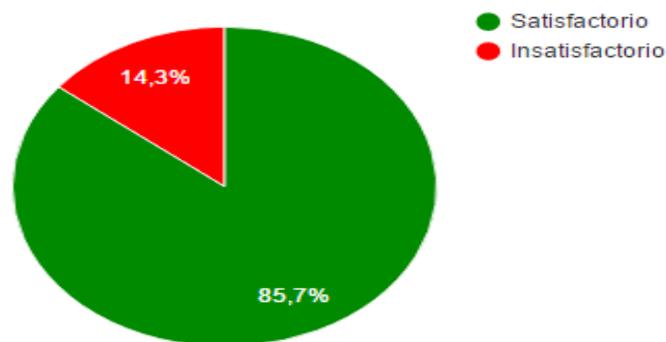


Gráfico N° 3:

Gráfico de Evaluación de desempeño vs. Método de referencia.

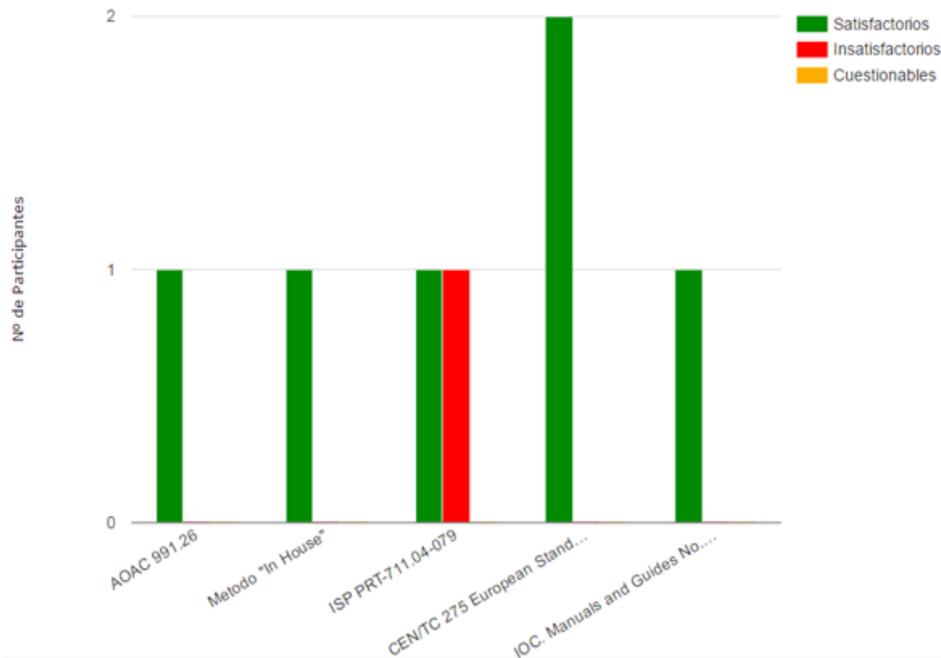


Gráfico N° 4:

Gráfico de Dispersión de los datos de acuerdo al sesgo.

