

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:
TOXINA AMNÉSICA

INFORME DE ENSAYO DE APTITUD **Versión N° 1**
PEEC- SP13-2010

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

14.06.2010: "Modificación en letras rojas pág. 11 y 12".

Autorizado por:

B.Q. María Cristina Martínez
26.05.2010

soraya@ispch.cl

Teléfono: (56)(2)5755498

CONTENIDO

LISTA DE PARTICIPANTES.....	2
RESPONSABLES.....	3
INTRODUCCIÓN.....	3
MATERIAL DE ENSAYO.....	3
CRONOGRAMA.....	5
ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	5
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 (CERPER)	Callao	Perú
Japan Food Safety Center S.A.	Santiago	Chile
Laboratorio Ambiental Llanquihue - SEREMI de Salud Región de los Lagos	Puerto Montt	Chile
Laboratorio de Análisis de productos Pesqueros - Dirección Nacional de Recursos Acuáticos (DINARA)- Ministerio de Ganadería, Agricultura y Pesca (MGAP)	Montevideo	Uruguay
Laboratorio de Microbiología Molecular y Biotoxinas Marinas	Lima	Perú
Laboratorio de Toxinas Marinas Sede Santiago Universidad de Chile	Santiago	Chile
Laboratorio del Ambiente SEREMI de Salud Región de Coquimbo	La Serena	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

3. Introducción

El presente informe corresponde a la evaluación de la Ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma 13 (SP13) "Determinación de Toxina Amnésica", 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 fueron 2 muestras correspondientes a un de extracto de marisco de MRC adquirido.

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 recomendó 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 valor asignado al Material de Referencia Certificado MUS-1, de acuerdo a lo señalado en el certificado es:

ácido domoico	98 ± 5 µg/g (± 95%IC)
----------------------	------------------------------

El MRC fue manipulado y el extracto elaborado de acuerdo a las instrucciones del proveedor por 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 acreditado por INN NCh 17.025/2005.

Este material fue evaluado el test de homogeneidad, los resultados obtenidos fueron:

Muestra Tipo 1: $F_{\text{observado}}$ 1,57 y $F_{\text{crítico}}$ 3,02

Muestra Tipo 2: $F_{\text{observado}}$ 1,26 y $F_{\text{crítico}}$ 3,02

$F_{\text{observado}} < F_{\text{crítico}}$, indica que no existen diferencias significativa entre grupos en ambos casos.

Para fines del ensayo de aptitud, el valor asignado se obtuvo del test de Homogeneidad.

Muestra Tipo 1:

Valor asignado en extracto de marisco : Ácido domoico 18,57 µg/mL

Muestra Tipo 2:

Valor asignado en extracto de marisco : Ácido domoico 3,68 µg/mL
--

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 SP13**

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.

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=10⁻⁴).

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

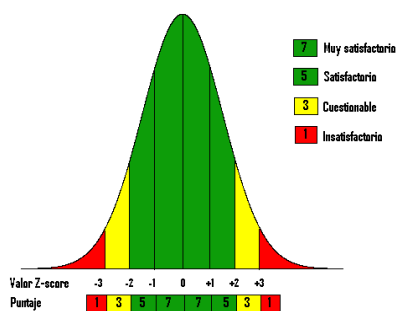


Figura 1

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 10 laboratorios adscritos: 2 no enviaron los resultados dentro del plazo establecido, lo que se expresa en un 80 % de respuesta en general.

7.2.- Métodos

Los métodos referenciados por los laboratorios para el análisis de toxina amnésica es a través de cromatografía líquida de alta resolución, haciendo referencia a la AOAC Internacional Vol.78 N° 2 1995 o basándose en Método de Qulliam et al (1995).

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- Muestra Tipo 1

	Ácido domoico
n	7
Valor asignado, $\mu\text{g/ml}$	18,57
σ_p	1,914
N° anómalos	0

TABLA N° 2: Resumen análisis estadístico muestra extracto de marisco- Muestra Tipo 2

	Ácido domoico
n	7
Valor asignado, $\mu\text{g/ml}$	3,68
σ_p	0,484
N° anómalos	1

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 3 y 4 (en anexos) se señalan los resultados z-score obtenidos.

Se realizaron los gráficos (ver anexos gráfico N°1 y 2) de dispersión lineal, sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios para cada muestra. Indicándose los límites de satisfactorio y cuestionable.

Se realizaron gráficas circulares para expresar los resultados satisfactorios obtenidos en cada caso.

9. Evaluación de desempeño

El 100 % de los laboratorios presentó resultado satisfactorio para las muestras tipo 1 y tipo2.

Los gráficos circulares de la evaluación de desempeño se encuentran en los anexos gráficos N° 3 y 4.

10. Comentarios y Sugerencias

- a) Sólo 2 laboratorios de los 10 laboratorios adscritos no envió sus resultados.
- b) La versión oficial del presente informe se encuentra publicado en la página Web: www.ispch.cl

11. 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

12. 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.

13. Anexos

Tabla Nº 2. Resultados promedios reportados por los laboratorios para muestra extracto de marisco- Muestra Tipo 1

Código del Laboratorio	Nº Muestra	Ácido domoico µg/ml	Z-score	Evaluación
QAA0309	19	18,850	0,15	Satisfactoria
QAA0316	27	16,940	-0,85	Satisfactoria
QAA0322	34	18,860	0,15	Satisfactoria
QAA0339	17	20,000	0,75	Satisfactoria
QAA0347	38	17,860	-0,37	Satisfactoria
QAA0349	2	17,700	-0,45	Satisfactoria
QAA0360	3	16,700	-0,98	Satisfactoria
QAA0367	*	*	*	*
QAA0368	*	*	*	*
QAA0376	*	*	*	*

*: No informa los resultados dentro del plazo.

Tabla Nº 3. Resultados promedios reportados por los laboratorios para muestra extracto de marisco- Muestra Tipo 2

Código del Laboratorio	Nº Muestra	Acido Domoico µg/mL	Z-score	Evaluación
QAA0309	24	3,65	-0,06	Satisfactoria
QAA0316	3	3,55	-0,27	Satisfactoria
QAA0322	22	3,70	0,04	Satisfactoria
QAA0339	17	3,97	0,60	Satisfactoria
QAA0347	1	3,61	-0,14	Satisfactoria
QAA0349	13	3,62	-0,12	Satisfactoria
QAA0360	2	3,70	0,04	Satisfactoria
QAA0367	*	*	*	*
QAA0368	*	*	*	*
QAA0376	*	*	*	*

*: No informa los resultados dentro del plazo.

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

Toxina Amnésica, Ronda PEEC, SP13-2010.
Distribución de Z-score.
Muestra Tipo 1 - Valor Asignado: 18,57 Unidades: ug/mL.

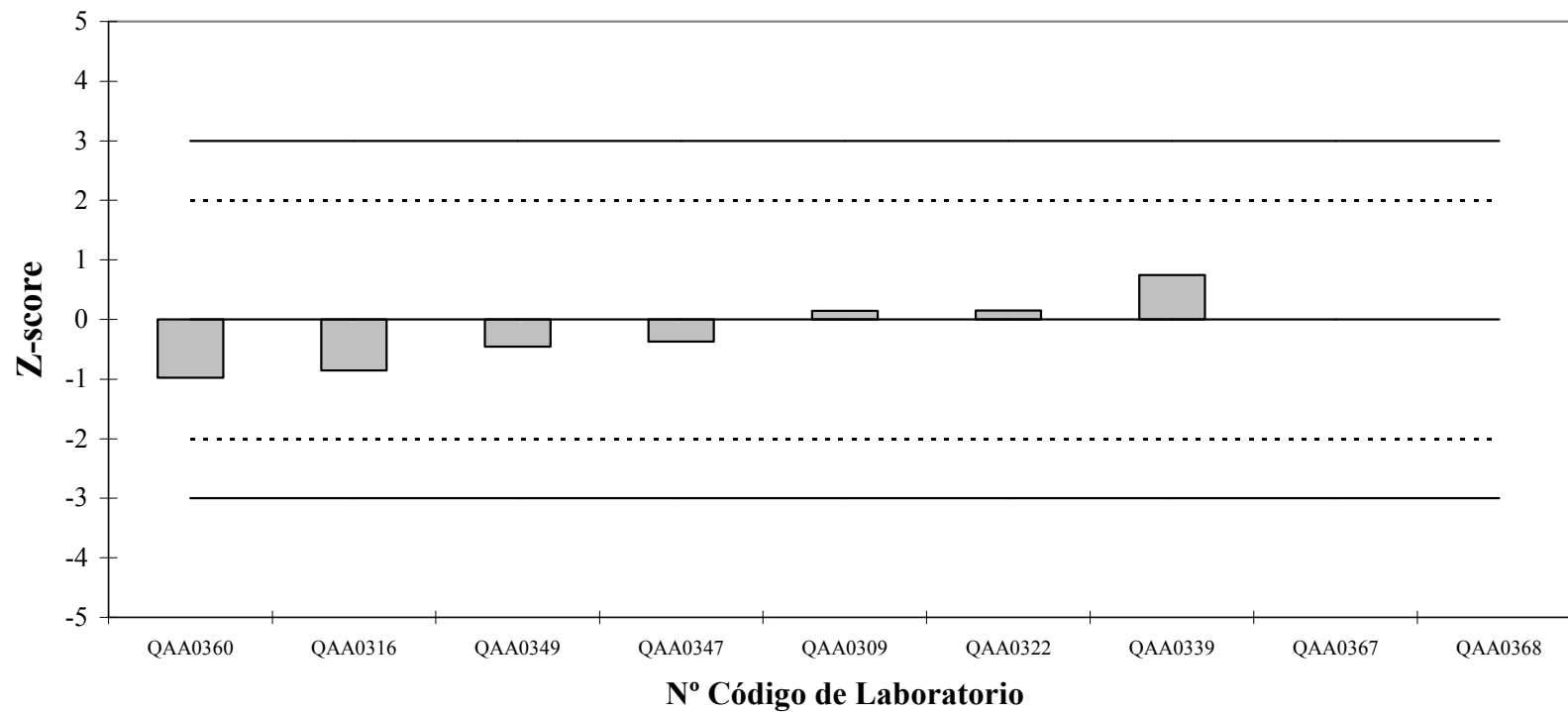


Gráfico N° 2: Gráfico de distribución Z-score Muestra extracto de marisco- Muestra Tipo 2

Toxina Amnésica, Ronda PEEC, SP13-2010.
Distribución de Z-score.
Muestra Tipo 2- Valor Asignado: 3,68 Unidades: ug/mL.

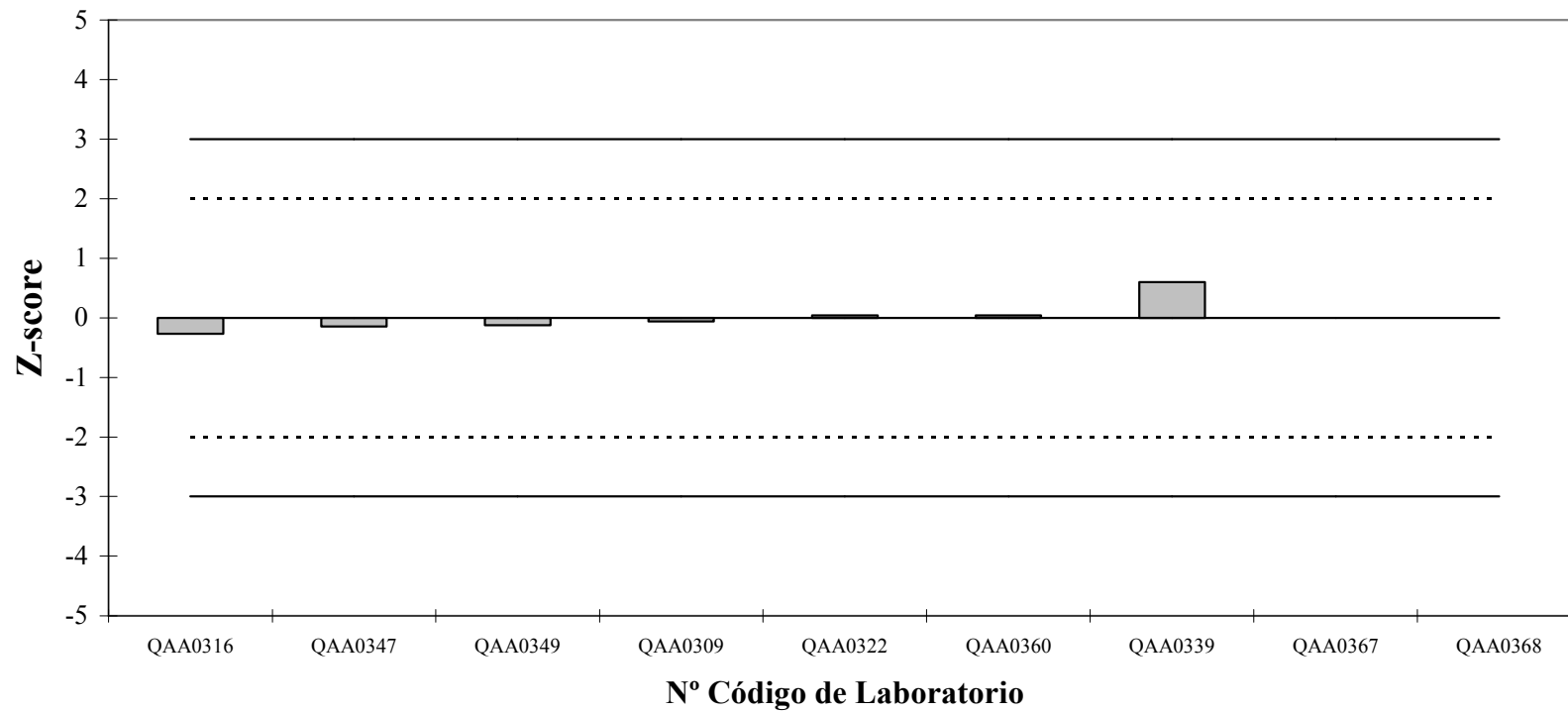
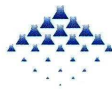


Gráfico N° 3: Gráfico de Evaluación de Desempeño- Muestra Extracto de Marisco – Muestra Tipo 1



Gráfico N° 4: Gráfico de Evaluación de Desempeño- Muestra Extracto de Marisco – Muestra Tipo 2





PEEC

PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

