

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:
TOXINA PARALIZANTE

INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD
PEEC- EAP-SP6-2011

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.
24.07.2011

soraya@ispch.cl

Teléfono: (56) (2) 5755498

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

Centro Regional de Análisis y Recursos y Medio Ambiente (CERAM). Universidad Austral de Chile	Puerto Montt	Chile
Cesmec Perú S.A.C -Empresa Bureau Veritas	Lima	Perú
Laboratorio de Marea Roja Castro SEREMI Salud Región de los Lagos	Castro	Chile
Laboratorio de Marea Roja Quellón SEREMI Salud Región de los Lagos	Quellón	Chile
Laboratorio de Salud Pública Punta Arenas SEREMI de Salud Magallanes.	Punta Arenas	Chile
Laboratorio de Toxinas Marinas Facultad de Medicina Universidad de Chile	Santiago	Chile
Laboratorio de Toxinas Marinas Facultad de Medicina Universidad de Chile	Castro	Chile
Laboratorio de Toxinas Marinas Facultad de Medicina Universidad de Chile	Santiago	Chile
Laboratorio del Ambiente Llanquihue SEREMI de Salud Región de los Lagos	Puerto Montt	Chile
Laboratorio Regional Mar del Plata de SENASA Departamento de Toxinas Marinas Servicio Nacional de Sanidad y Calidad Agroalimentaria	Buenos Aires	Chile
Laboratorio Satélite Porvenir SEREMI de Salud Magallanes	Porvenir	Chile
Laboratorio Satélite Puerto Natales SEREMI de Salud Magallanes	Puerto Natales	Chile
Laboratorio SEREMI de Salud Aysén SEREMI Salud Región de Aysén	Puerto Aysén	Chile
SENSA Coordinación de A.P.A.C (DILAB)	Buenos Aires	Argentina

2. Responsables

Los profesionales que colaboraron en el desarrollo de este trabajo fueron:

- Q.F. Soraya Sandoval (Coordinador (S) de Ensayos de Aptitud PEEC)
- 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 aptitud piloto del Subprograma 6 (EAP-SP6) "Determinación de Toxina Paralizante", desarrollado por el el Instituto de Salud Pública de Chile (ISP) en el marco del Convenio de Colaboración con el Instituto Nacional de Normalización INN, dirigido al análisis de toxina paralizante en una matriz de marisco bivalvo congelado.

Este ensayo de aptitud tiene como objetivo evaluar el desempeño de los laboratorios con un material de referencia matricial, elaborado por el Instituto de Salud Pública, a fin de desarrollar en el corto plazo un material de referencia trazable que pueda ser usado a nivel nacional como una herramienta de control de calidad los laboratorios de ensayo 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) El materia de ensayo piloto (tipo 1), de matriz marisco congelado.

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 realizó la evaluación de valores anómalos por test de Cochran obteniéndose un C_{Tabla} de 0,602 y $C_{\text{calculado}}$ 0,416, determinándose que no existía la presencia de valores anómalos. En cuanto a la evaluación de la homogeneidad se obtuvo un S_{am}^2 de 73,12 frente a un valor crítico (C) de 257,94, 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 obtenidos del test de homogeneidad y certificación:

n	20
Promedio µg/100 g	256,6

5. Cronograma

Envío de material de ensayo	7/Mayo/2011
Fecha límite de envío de resultados	1/Junio/2011
Publicación informe de ensayo de aptitud	4/Julio/2011*

* 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 .

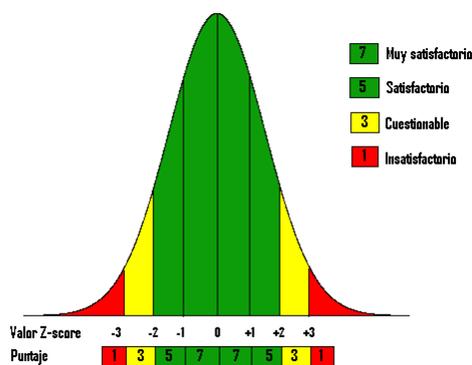


Figura 1

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 14 laboratorios participantes, 4 laboratorios no enviaron los resultados dentro del plazo establecido, lo que se expresa en un 71,4 % 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.

Código Laboratorio	Código de Muestra	Método Determinación
QAA0388		
QAA0389		
QAA0409	7	Bioensayo en ratón-AOAC
QAA0410	15	Bioensayo en ratón-AOAC
QAA0414	20	Bioensayo en ratón-AOAC
QAA0415	13	Bioensayo en ratón-AOAC
QAA0417	5	Bioensayo en ratón-AOAC
QAA0429		
QAA0444	9	Bioensayo en ratón-ISP
QAA0445	4	
QAA0464	18	Bioensayo en ratón-AOAC
QAA0465	12	Bioensayo en ratón-AOAC
QAA0466		
QAA0469	2	Bioensayo en ratón-AOAC

Los porcentajes de recuperación obtenidos fueron:

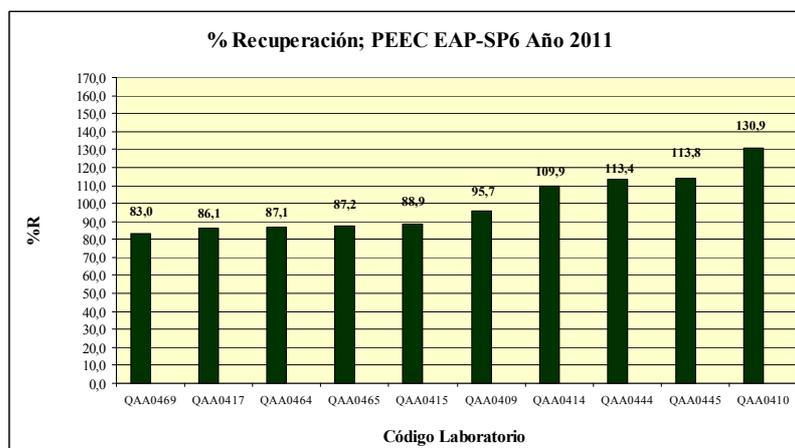


Figura 2

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	10
Valor asignado, µg/100 g	256,6
σ_p	17,81
N° anómalos	0
N° no considerados	0

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 2 (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 (ver gráfico N° 3 en anexos).

9. Evaluación de Desempeño

Tratándose del segundo ensayo de aptitud piloto, desarrollado con una matriz de marisco congelado, con el objetivo de poder realizar una evaluación de desempeño de los laboratorios con este material, se determino el valor z-score.

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

- El gráfico circular de la evaluación de desempeño se encuentra en los anexos ver gráfico N° 2.
- El 80% de los laboratorios participantes presentan resultados satisfactorios.

10. Comentarios y Sugerencias

- a) El objetivo de la ronda fue evaluar el desempeño de los laboratorios con un material de referencia piloto tipo matricial. El material de referencia fue evaluado con un método de ensayo tipo III. Siendo la segunda experiencia realizada con esta matriz y optimizándose el proceso de elaboración, se calcularon los valores Z-Score de los laboratorios, sin embargo, sugerimos a los laboratorios evaluar los resultados obtenidos de esta experiencia bajo esta consideración.
- b) 4 laboratorios de los 14 laboratorios participantes no envió sus resultados.
- c) Sugerimos al laboratorio que cuenten con un Z-Score dentro del rango de cuestionable, evaluar las posibles causas de desviación de resultados.
- d) Existiendo un valor de Z-Score 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.
- e) 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 de marisco congelado , valores z-scores y evaluación:

Código Laboratorio	Código de Muestra	Promedio Resultado $\mu\text{g}/100\text{g}$	z-score	Evaluación
QAA0388	*	*	*	*
QAA0389	*	*	*	*
QAA0409	7	245,5	-0,62	Satisfactoria
QAA0410	15	336,0	4,46	Insatisfactoria
QAA0414	20	282,0	1,43	Satisfactoria
QAA0415	13	228,0	-1,61	Satisfactoria
QAA0417	5	221,0	-2,00	Satisfactoria
QAA0429	*	*	*	*
QAA0444	9	291,0	1,93	Satisfactoria
QAA0445	4	292,0	1,99	Satisfactoria
QAA0464	18	223,5	-1,86	Satisfactoria
QAA0465	12	223,7	-1,85	Satisfactoria
QAA0466	*	*	*	*
QAA0469	2	213,0	-2,45	Cuestionable

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

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

Toxina Paralizante, Ronda PEEC, EAP-SP6-2011.
Distribución de Z-score.
Valor Asignado: 256,6 Unidades: ug/100 g.

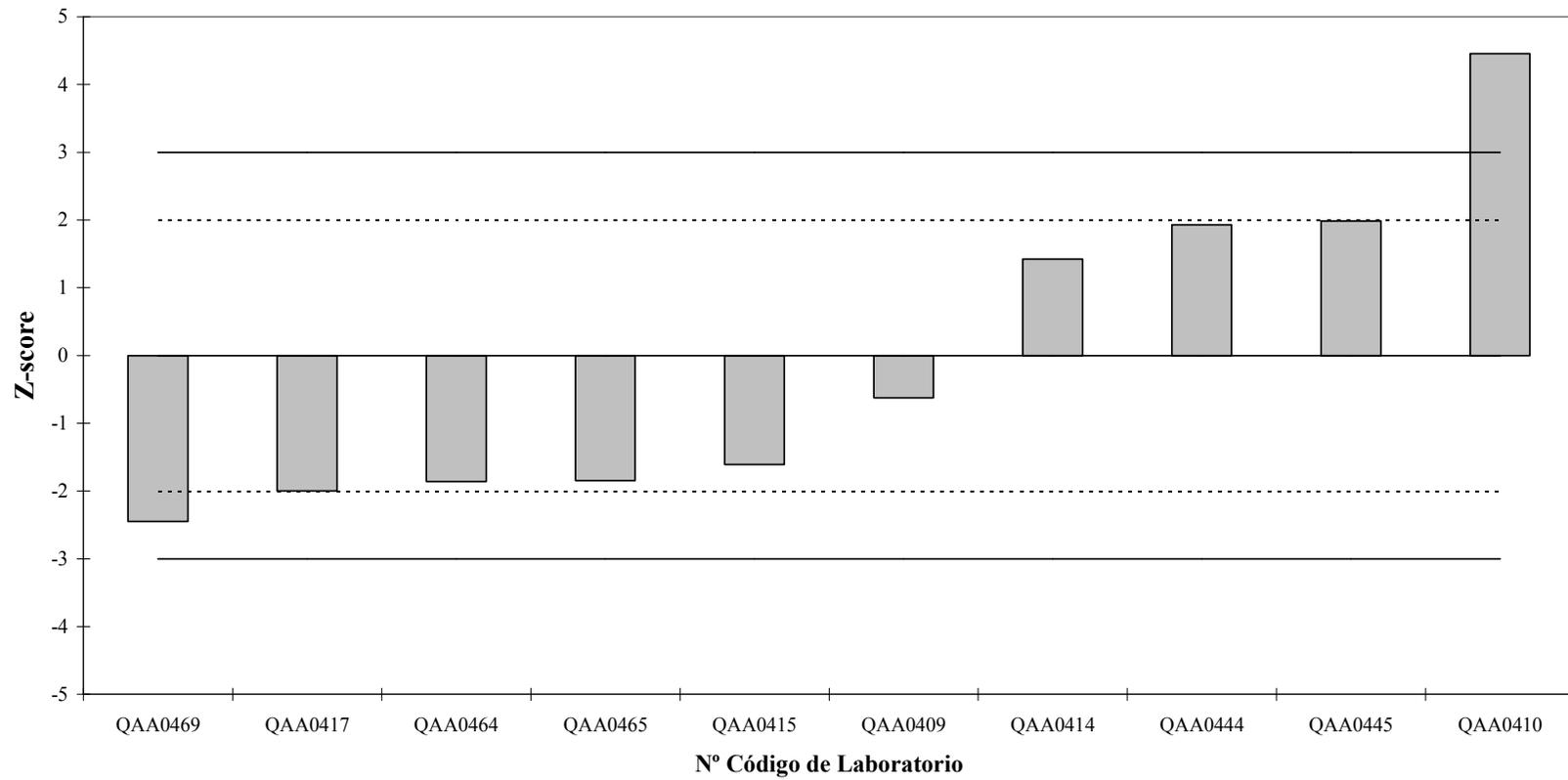
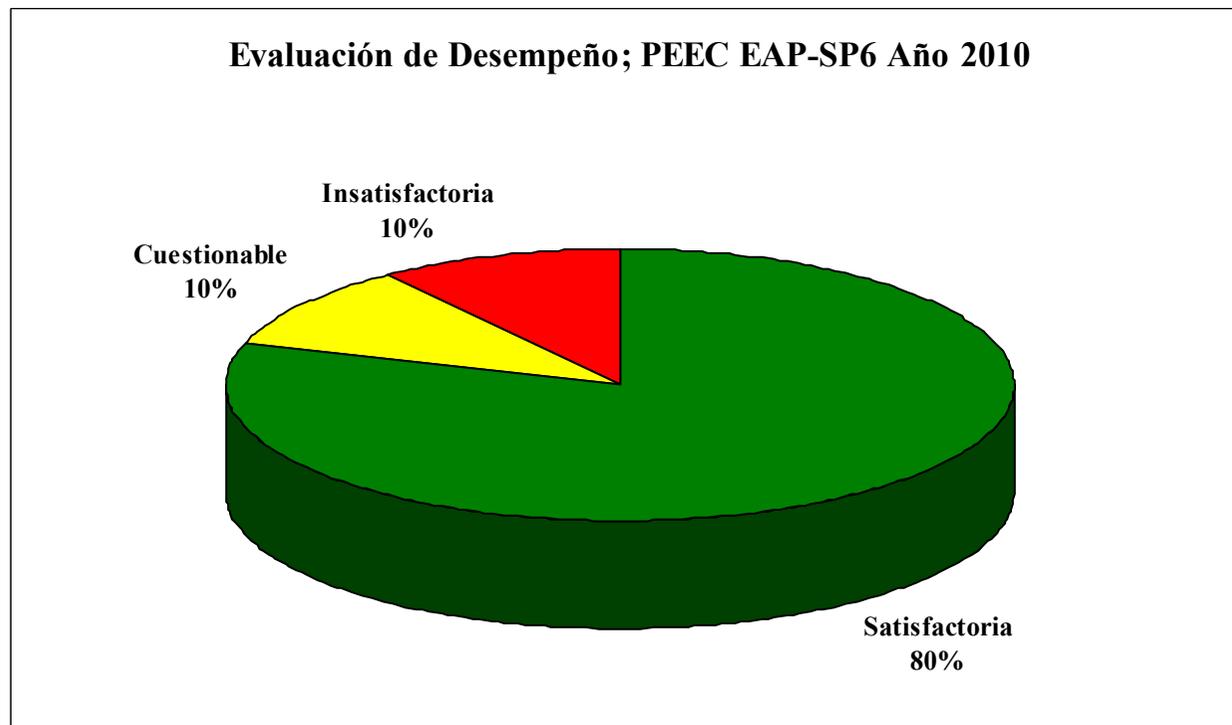
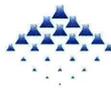


Gráfico N° 3: Gráfico de Evaluación de Desempeño- muestra de marisco congelado





PEEC

PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

