

SUBPROGRAMA DE BIOTOXINAS MARINAS

INFORME DE RESULTADOS
PEEC - SP6 - 2007

PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD
PEEC QUIMICA DE ALIMENTOS Y AMBIENTAL



INSTITUTO DE SALUD PUBLICA DE CHILE
DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL

**INFORME DE RESULTADOS DEL
PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD
QUIMICA DE ALIMENTOS Y AMBIENTAL**

SUBPROGRAMA 6: "DETERMINACIÓN DE TOXINA PARALIZANTE"

PEEC-SP6-2007

PEEC – Química de Alimentos y Ambiental
Departamento Salud Ambiental
Instituto de Salud Pública de Chile
Av. Maratón 1000, Ñuñoa
Santiago de Chile

Redactor Técnico:
Q.F. Soraya Sandoval R.

soraya@ispch.cl

Teléfono: (56)(2)3507526

Fax: (56)(2)3507589

<http://www.ispch.cl>



CONTENIDO

LISTA DE PARTICIPANTES.....	6
PROFESIONALES RESPONSABLES.....	7
INTRODUCCION.....	7
MATERIAL DE ENSAYO –ENVIO.....	7
TEST DE HOMOGENEIDAD.....	7
CRONOGRAMA.....	8
ANALISIS ESTADISTICO.....	9
RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANES DEL PEEC.....	10
ANALISIS ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS.....	11
EVALUACION DE DESEMPEÑO.....	103
COMENTARIOS.....	14
GLOSARIO.....	14
REFERENCIAS.....	15

1. Lista de Participantes

CERPER
CERTIFICACIONES DEL PERU S.A.
LIMA, PERU

LABORATORIO DEL AMBIENTE ANTOFAGASTA
SEREMI DE SALUD REGION DE ANTOFAGASTA
ANTOFAGASTA, CHILE

LABORATORIO DEL AMBIENTE COQUIMBO
SEREMI DE SALUD REGION DE COQUIMBO
LA SERENA, CHILE

LABORATORIO DEL AMBIENTE LLANCHIPAL
SEREMI DE SALUD REGION DE LOS LAGOS
PUERTO MONTT, CHILE

LABORATORIO MAREA ROJA
HOSPITAL DE CASTRO
SEREMI DE SALUD REGION DE LOS LAGOS
CASTRO, CHILE

LABORATORIO DE TOXINAS MARINAS
UNIVERSIDAD DE CHILE- SEDE CASTRO
CASTRO, CHILE

CERAM
UNIVERSIDAD AUSTRAL
PUERTO MONTT, CHILE

MESSAMAR
ANCUD, CHILE

LABORATORIO DEL AMBIENTE AYSEN
SEREMI DE SALUD REGION DE AYSEN DEL GRAL. C. IBAÑEZ DEL CAMPO
PUERTO AYSEN, CHILE

LABORATORIO DEL AMBIENTE MAGALLANES
SEREMI DE SALUD REGION DE MAGALLANES Y ANTARTICA CHILENA
PUNTA ARENAS, CHILE

LABORATORIO DE MAREA ROJA
SEREMI DE SALUD REGION DE MAGALLANES Y ANTARTICA CHILENA
PORVENIR, CHILE

LABORATORIO DE TOXINAS MARINAS
UNIVERSIDAD DE CHILE
SANTIAGO, CHILE

CORTHORN QUALITY
LABORATORIO DE ALIMENTOS
SANTIAGO, CHILE

2. Profesionales Responsables

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

- Q.F. Soraya Sandoval (Coordinador de Ensayos de Intercomparación Química de Alimentos y Ambiental)
- M.V. Luis Rodríguez (Estadístico ISP)
- Q.F. Orialis Villarroel (Jefe Subdepartamento de Alimentos y Nutrición ISP)
- T. María Isabel Ormazabal (Laboratorio de Toxinas marinas – ISP)
- T. Luisa Moreno (Laboratorio de Toxinas Marinas ISP)
- T. Fabiola Muñoz (Unidad de Coordinación de Laboratorios Ambientales)

3. Introducción

El presente informe corresponde a la evaluación de la 12ª Ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma 6 (SP6) “Determinación de Toxina Paralizante”, 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 fue una muestra de material de referencia, correspondiente a un **EXTRACTO DE MOLUSCO CONTAMINADO CON TOXINA PARALIZANTE**, proporcionado por el laboratorio de Toxinas Marinas del Instituto de Salud Pública de Chile, envasado en un vial de vidrio herméticamente sellado.

5. Test de homogeneidad

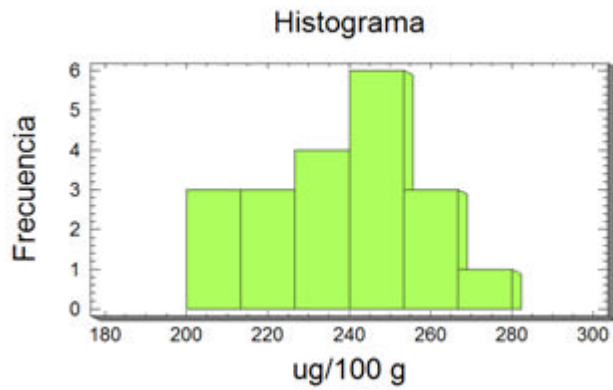
La homogeneidad de los materiales de ensayo fue comprobada por el análisis de 20 muestras seleccionada aleatoriamente, de acuerdo a lo establecido en el método oficial – Determinación de Toxina Paralizante por Bioensayo en ratón AOAC.

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.

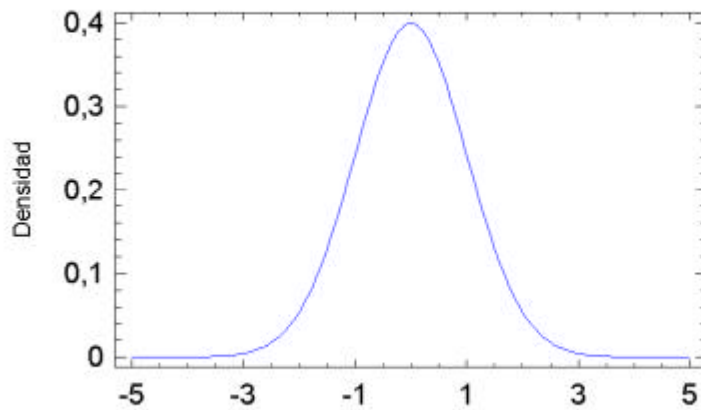
n	20
---	----

Promedio	236,9
Mediana	239,6
Desviación estándar	18,81

Los resultados obtenidos demuestran la homogeneidad de la muestra de ensayo y un comportamiento estadístico normal.



Estudio homogeneidad Toxina Paralizante - Distribución Normal



6. Cronograma

Envío de Material de Ensayo
 Fecha límite de Envío de Resultados
 Envío Informe Final de Evaluación de Resultados

17 / Julio /2007
 20 / Agosto /2007
 12 / Septiembre /2007*

(* Ver ítem 11- Comentarios)

7. Análisis Estadístico

7.1. Datos Inconsistentes:

Se evaluaron estadísticamente los datos inconsistentes en base al método estadístico de media Robusta (MAD) para cada metal en estudio. Una vez establecido los datos aberrantes se procedió a realizar el análisis estadístico basado en el Z-Score.

7.2. 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 de referencia del material de ensayo, y la desviación estándar del material de referencia o de los participantes.

El Z-Score es definido por la siguiente ecuación, para la evaluación:

$$Z = \frac{X - \mu}{s}$$

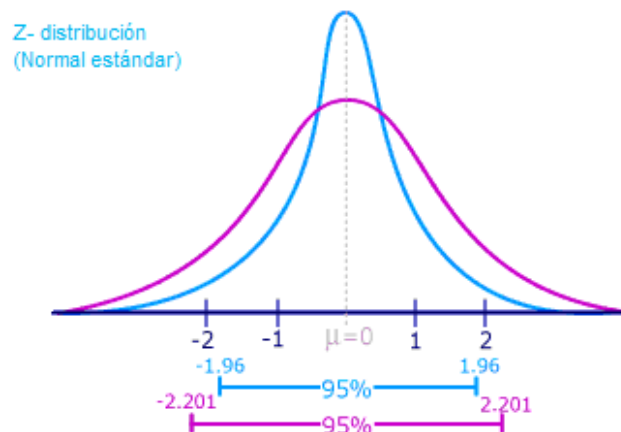
Donde:

Z = Valor Z-Score

X = Concentración reportada del analito en el material de ensayo por el participante

μ = Valor asignado o de referencia

s = Desviación estándar robusta de los laboratorios, sin la eliminación de los resultados outliers (aberrantes).



En cualquier grupo de datos con distribución normal, los Z-Score deberán estar entre el rango de $[\pm 2]$ a $[\pm 3]$. Los criterios de aceptabilidad, están definidos por la puntuación obtenida por cada laboratorio, que son clasificados de la siguiente manera.

$[Z] \leq 2$: es decir, entre -2 y $+2$, el resultado del laboratorio es satisfactorio.

$2 < [Z] \leq 3$: es decir, entre $-2,01$ y ≤ -3 y;
entre $+2,01$ y $\leq +3$, el resultado del laboratorio es cuestionable.

$[Z] \geq 3$: es decir, mayor de -3 ó $+3$, el resultado del laboratorio es 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.

Los resultados obtenidos del estudio de Z-Score se encuentran en la tabla de resultados recibidos por código y cálculo de Z- Score.

8. Resultados Informados por los Participantes del PEEC

8.1. Datos:

Los resultados enviados por los participantes se presentan en la siguiente tabla:

Nº	Código Laboratorio	pH	Peso ratón (g)	Tiempo de muerte	Mediana URC	Factor de Conversión	Resultado μg toxina/100 g
1	0-563	2,9	19	5 min. 47seg.	1,62	0,169	257,0
2	3-641	3,5	19,94	5 min. 07seg.	1,86	0,170	211
3	5-518	3,0	No informa	6 min. 13seg.	1,58	0,152	235,3
4	18-584	2,5	19,5	5 min. 05seg.	1,69	0,184	248,5
5	18-2671	3,0	20,1	5 min. 58seg.	1,61	0,170	219,0
6	18-4202	2,5	20,1	5 min. 44seg.	1,67	0,178	237,8
7	18-4346	3,0	20,2	5 min. 03seg.	1,91	0,174	233,0
8	18-7585	*	*	*	*	*	*
9	19-587	3,0	20,4	6 min. 21seg.	1,55	0,170	260,8
10	20-588	2,5	19,6	6 min. 09seg.	1,58	0,180	228,0
11	20-830	No informa	19	5 min. 50seg.	1,59	0,180	229,0
12	25-4940	3,0	18,9	5 min. 39seg.	1,64	0,167	192,0
13	25-9057	No informa	---	---	---	---	No detectable

*: No se recepciónó respuesta del laboratorio participante

Un laboratorio de los 13 adscritos no envió su resultado para el analito. Por lo cual se obtuvo un 92% de respuesta.

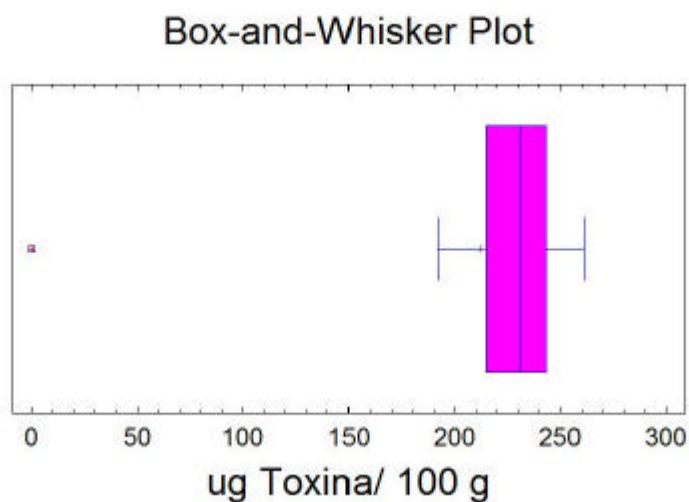
8.2. Métodos

Los métodos informados por los laboratorios corresponden en la mayoría al método oficial de la AOAC -958.08 correspondiente al Bioensayo en Ratón (Método biológico), como referencia mencionan el manual de la AOAC y el manual de procedimientos del ISP. Solo un laboratorio informo un método de Cromatografía gaseosa con detección de Masas para realizar el análisis.

Nº	Código Laboratorio	Método	Referencia
1	0-563	Bioensayo en ratón	AOAC-858.08, c 45, 18 th Ed 2005.
2	3-641	Bioensayo en ratón	Manual ISP. 1998.
3	5-518	Bioensayo en ratón	Manual ISP. 1998.
4	18- 584	Bioensayo en ratón	Manual ISP. 1998.
5	18-2671	Bioensayo en ratón	Manual ISP. 1998.
6	18-4202	Bioensayo en ratón	AOAC. 14 th. Ed 1984.
7	18-4346	Bioensayo en ratón	AOAC. 18 th Ed 2005.
8	18- 7585	*	*
9	19-587	Bioensayo en ratón	AOAC. 14 th Ed 1984.
10	20- 588	Bioensayo en ratón	Manual ISP. 1998.
11	20- 830	Bioensayo en ratón	Manual ISP. 1998.
12	25-4940	Bioensayo en ratón	AOAC. 14 th. Ed. 1984
13	25-9057	HPLC- MS	Michael A. Quilliam – LC- MS of Seafood Toxins

9. Análisis Estadístico de los Resultados Informados

En relación a la determinación de datos aberrantes informados, se encontró un resultado outlier.



Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la siguiente tabla se señalan, los antecedentes trabajados:

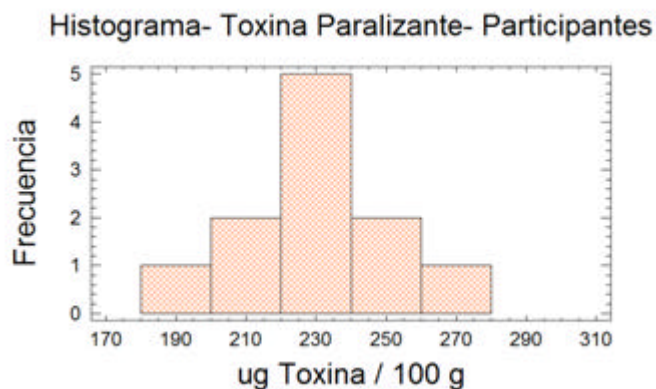
	Toxina µg/100 g
n	12
Valor de referencia	236,9
s robusta	22,43
Nº outliers	1

En relación a los cálculos de valores Z- store, los resultados obtenidos se observan en la siguiente tabla:

Nº	Código Laboratorio	Resultado μg toxina/100 g	Z- Score
1	0-563	257,0	0,898
2	3-641	211,0	-1,153
3	5-518	235,3	-0,070
4	18- 584	248,5	0,519
5	18-2671	219,0	-0,796
6	18-4202	237,8	0,042
7	18-4346	233,0	-0,172
8	18- 7585	*	*
9	19-587	260,8	1,067
10	20- 588	228,0	0,395
11	20- 830	229,0	0,350
12	25-4940	192,0	-2,000
13	25-9057	No detectable	-10,560

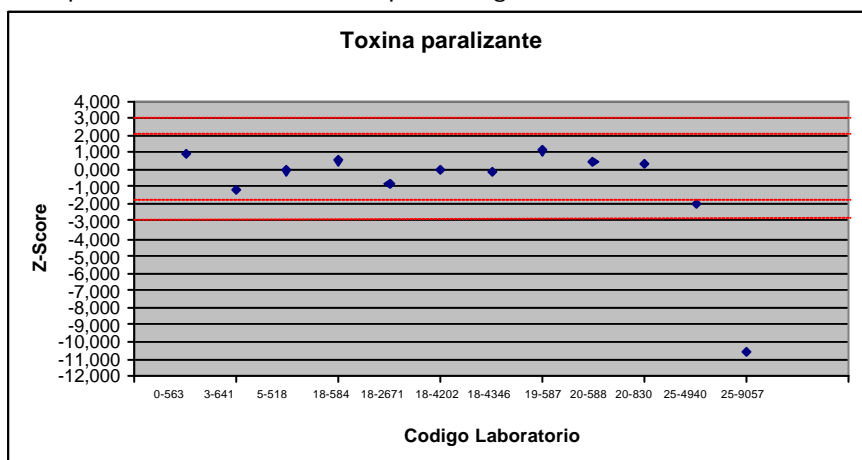
Se realizo el histograma en base a los valores obtenidos, respecto al valor de referencia y la desviación estándar del material de referencia.

Gráfico 2:



Se realizaron los gráficos de dispersión lineal, sobre los resultados Z-Score obtenidos por los laboratorios para el analito. Indicándose los límites de satisfactorio y cuestionable.

Gráfico 3: Comportamiento de Z-Score por códigos.



8. Evaluación de desempeño

En relación a la evaluación de desempeño de los laboratorios, respecto al análisis de toxina paralizante en extracto de mariscos. Se asigno de acuerdo al Z-Score obtenido una puntuación:

Z-Score	Puntaje
$Z \leq 1$	7
$1 \leq Z \leq 2$	5
$2 < Z \leq 3$	3
$Z > 3$	1

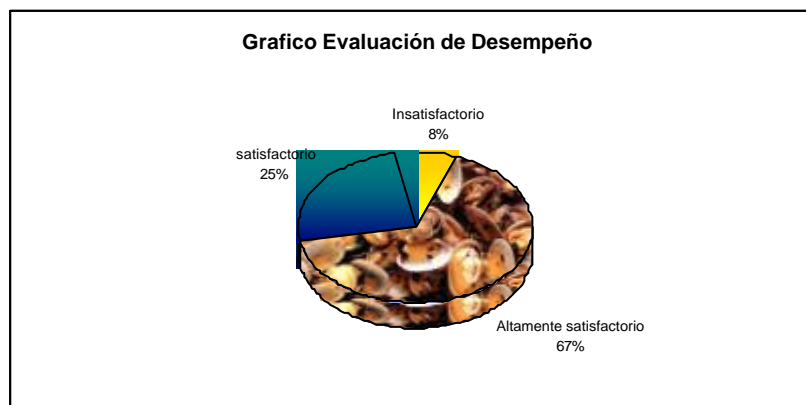
Respecto al puntaje, la evaluación en cuanto a calificación es la siguiente:

- 7: Altamente satisfactoria o muy satisfactoria
- 6-5: Satisfactoria
- 4-3: Cuestionable
- 1-2: Insatisfactoria

La calificación obtenida respecto a la evaluación de desempeño es la siguiente:

Nº	Código Laboratorio	Z-Score	Puntaje	Evaluación
1	0-563	0,898	7	Altamente satisfactoria
2	3-641	-1,153	5	Satisfactoria
3	5-518	-0,070	7	Altamente satisfactoria
4	18- 584	0,519	7	Altamente satisfactoria
5	18-2671	-0,796	7	Altamente satisfactoria
6	18-4202	0,042	7	Altamente satisfactoria
7	18-4346	-0,172	7	Altamente satisfactoria
8	18- 7585	*	*	
9	19-587	1,067	5	Satisfactoria
10	20- 588	0,395	7	Altamente satisfactoria
11	20- 830	0,350	7	Altamente satisfactoria
12	25-4940	-2,000	5	Satisfactoria
13	25-9057	-10,560	1	Insatisfactoria

En relación a la distribución de la calificación de los laboratorios en valores de porcentaje los resultados obtenidos son:



9. Comentarios

- a) Un laboratorio realizó el ensayo de toxina paralizante por un método diferente al establecido en el protocolo de envío. El resultado informado, fue evaluado con un Z-Score muy superior a 3, por lo cual sugerimos a dicho laboratorio evaluar las posibles causas de error.
- b) En general, el 92% de los laboratorios obtuvo una evaluación aceptable, y sobre el 65% obtuvo resultados altamente satisfactorios.
- c) El retraso del envío y recepción de la encomienda de material de referencia al Perú, significó, un retraso en el desarrollo del informe, por lo cual, el despacho de material de referencia que podría considerarse una sustancia de riesgo químico, deberá coordinarse con anterioridad con los países extranjeros, a fin de conocer los requisitos establecidos en las respectivas aduanas para el ingreso de dicha encomienda.

10. Glosario

Ensayo de Aptitud : Es una evaluación independiente y no sesgada del rendimiento de todos los aspectos del laboratorio, tanto humanos como materiales., a través de la cual se puede determinar el desempeño de un laboratorio.

Ensayo Interlaboratorio: Tipo de ensayo de aptitud que realiza con una distribución simultánea de laboratorios participantes, se selecciona un material con un valor asignado o certificado contra el cual es comparado el resultado obtenido por el o los participantes. Sirve para indicar el desempeño individual o grupal de los laboratorios.

Material de referencia (MR): material o sustancia en la 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, evaluación de desempeño, o la asignación de valores a los materiales.

9. Referencias

- a) ISO Guide 43-1. 1997. Development and operation of laboratory Proficiency testing.
- b) ILAC – G13: 2000. Guidelines for requirements for the Competence of providers of proficiency testing schemes.
- c) Abdi, H (2007). Z-Scores. In N.J. Salkind (Ed.) , Encyclopedia of measurement and statistics. Thousand Oaks, CA: Sage.
- d) " Robust Statistics: method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, Apr 2001.