

SUBPROGRAMA DE BIOTOXINAS MARINAS

INFORME DE RESULTADOS RONDA DE ENSAYO DE APTITUD PEEC - SP6 - 2008

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



INSTITUTO DE SALUD PUBLICA DE CHILE
DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL



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

SUBPROGRAMA 6: "DETERMINACIÓN DE TOXINA PARALIZANTE"

PEEC-SP6-2008

PEEC – Química Ambiental y de Alimentos
Departamento Salud Ambiental
Instituto de Salud Pública de Chile
Av. Marathon 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.....	5
PROFESIONALES RESPONSABLES	6
INTRODUCCION.....	6
MATERIAL DE ENSAYO-ENVIO.....	6
TEST DE HOMOGENEIDAD.....	6
CRONOGRAMA	7
ANALISIS ESTADISTICO	8
RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANES DEL PEEC.....	9
ANALISIS ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS.....	11
EVALUACION DE DESEMPEÑO	11
COMENTARIOS.....	13
GLOSARIO.....	13
REFERENCIAS.....	13
ANEXO: GRAFICOS Z-SCORE.....	14

1. Lista de Participantes

CERPER
CERTIFICACIONES DEL PERU S.A.
CALLAO, PERU

LABORATORIO DEL INSTITUTO TECNOLOGICO PESQUERO
CALLAO, 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 SATELITE DE QUELLON
SEREMI DE SALUD REGION DE LOS LAGOS
QUELLON, CHILE

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

CERAM
UNIVERSIDAD AUSTRAL
PUERTO MONTT, 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
PUERTO NATALES, 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

JAPAN FOOD SAFETY CENTER S.A.
UNIVERSIDAD DE CHILE
SANTIAGO, CHILE

2. Profesionales Responsables

Colaboraron en el desarrollo de este trabajo fueron:

Elaboración del material de ensayo:

- Q.F. Lorena Delgado (Jefe Laboratorio de Toxinas Marinas- ISP)
- T. Luisa Moreno (Laboratorio de Toxinas Marinas – ISP)
- T. Karina Gonzalez (Sección metrología Ambiental y de Alimentos- ISP)

Envío de Ensayo de Aptitud:

- T. Fabiola Muñoz (Unidad de Coordinación de Laboratorios Ambientales)
- T. Rosario Montecinos (Sección Metrología Ambiental y de Alimentos)

Evaluación estadística y documentación:

- Q.F. Soraya Sandoval (Coordinador de Ensayos de Intercomparación Química de Alimentos y Ambiental)
- Ing. Marcelo Soto Vara

3. Introducción

El presente informe corresponde a la evaluación de la 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.

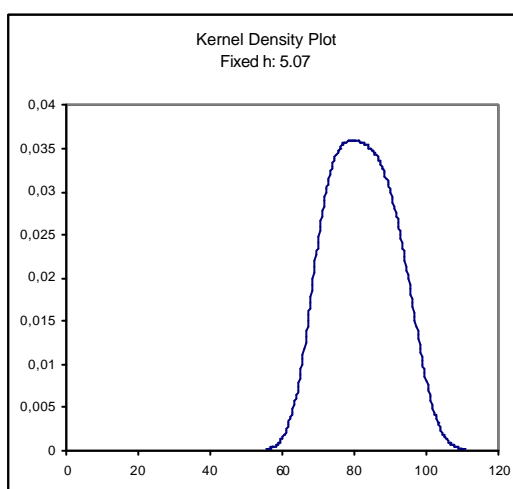
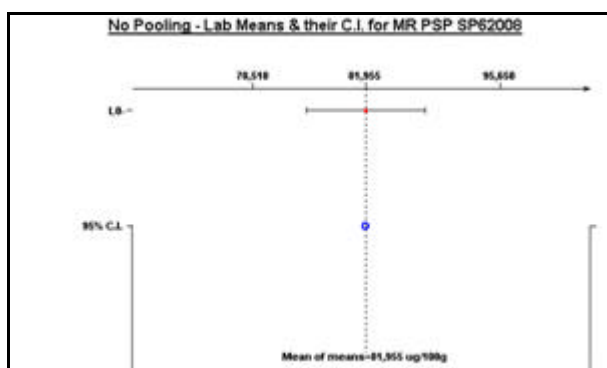
5. Test de homogeneidad

La homogeneidad de los materiales de ensayo fue comprobada por el análisis de 10 muestras seleccionada aleatoriamente, analizadas 20 mediciones 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 mg/100 g	81,96
CV%	10,3

Los resultados obtenidos y el estudio ANOVA realizado demuestran que la homogeneidad de la muestra de ensayo y un comportamiento estadístico normal.



6. Cronograma

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

15 / Julio /2008
 20 / Agosto /2008
 15 / Septiembre /2008

7. Análisis Estadístico

7.1. Datos Inconsistentes:

Se evaluaron estadísticamente los datos anómalos en base al método estadístico de Grubbs. Una vez establecido los datos anómalos, se procedió a realizar el análisis estadístico basado en el Z-Score, sin ser excluidos.

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 asignado del material de ensayo, y la desviación estándar de Hortwiz. El z-Score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:

$$Z = \frac{X - m}{S_h}$$

Donde:

Z= Valor Z-Score

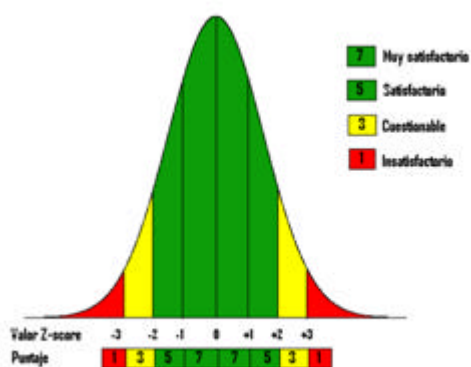
C= concentración reportada del analito en el material de ensayo

m= valor asignado o de referencia

s_h = desviación estándar de Hortwiz.

En cualquier grupo de datos con distribución normal (Ver figura 1), los ZScore 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.

$[Z] \geq 3$: el resultado del laboratorio no satisfactorio, es decir, insatisfactorio.

Se asignó un puntaje a cada valor zScore obtenido para cada analito y se calculó el promedio obtenido por el laboratorio con el fin de realizar una evaluación global de desempeño.

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

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

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

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.

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	Código de Muestra	Promedio Resultado
1	0-563	6	89,4
2	0-569	2	91,80
3	3-641	23	98,20
4	5-518	17	93,80
5	18-584	42	87,90

N°	Código Laboratorio	Código de Muestra	Promedio Resultado
6	18-2671		82,000
7	18-2672	7	83,00
8	18-4204	37	95,50
9	18-4346	33	91,00
10	19-587	30	98,50
11	20-588	40	90,00
12	20-821	35	88,00
13	20-830	11	221,75
14	25-4940	43	82,45
15	25-9072	41	104,600

Se recibieron el 100% de respuesta de los 15 laboratorios adscritos.

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.

N°	Código Laboratorio	Método Determinación	Observación	Iniciales analista responsable
1	0-563	AOAC 959.08(2005)	FC:0,17	OFS
2	0-569	AOAC 958.08 (2005)	Factor de dilución: 5/3*200. colocar casilla para idéntica cepa de ratón utilizada. FC: 0,19	JHA
3	3-641	Determinación de Toxina Paralizante en Molusco Bivalvos (PSP) Método Bioensayo	Factor de dilución 1,4286- FC: 0,175	MRB
4	5-518	Determinación Bioensayo en Ratón ISP	FC:0,166	LPV
5	18-584	Determinación de Toxina Paralizante en Molusco Bivalvos (PSP) Método Bioensayo	pH recepción de muestra 3,0-FC:1,5	CAV
6	18-2671	Guía PEEC de Biotoxinas marinas ISP 1998	Muestra madres murió ratón en 4,55 seg., se hace dilución 1+0,5-FC: 0,177	JPF
7	18-2672	Determinación de Toxina Paralizante en Molusco Bivalvos (PSP) Método Bioensayo	Se efectuó un dilución de 1,5. Se utilizó factor de conversión ISP (0,177)	MARG
8	18-4204	AOAC 958.08 (1990)	FC:0,189	MLLIB
9	18-4346	AOAC (2005)	Factor de dilución 1,5 .- FC:0,174	PQ-PS
10	19-587	AOAC (1984)	FC:0,17	GMVD
11	20-588	Manual de técnicas ISP 1998	Factor de dilución 1,5-FC:0,180	MTFN
12	20-821	Determinación Bioensayo en Ratón ISP	Factor de dilución: (1+0,5)=1,5-FC:0,180	JCLH
13	20-830	Manual de técnicas ISP 1997	Cantidad de extracto escasa -FC:0,18	MCVE
14	25-4940	AOAC 959.08(1990)	Factor de delusión 1,5-FC: 0,168	CCS
15	25-9072	AOAC (1994)	FC:0,181	AMG

9. Análisis Estadístico de los Resultados Informados

En relación a la determinación de datos aberrantes informados, se encontró un valor anómalo, correspondiente al informado por el laboratorio código: 20-830

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

	Toxina µg/100 g
n	15
Valor de referencia	81,96
s h	6,76
Nº valores anómalos	1

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

Nº Código Laboratorio	Toxina Paralizante (mg/ 100 g molusco)	Z-Score
18-2671	82,00	0,0
25-4940	82,45	0,1
18-2672	83,00	0,2
18-584	87,90	0,9
20-821	88,00	0,9
0-563	89,40	1,1
20-588	90,00	1,2
18-4346	91,00	1,3
0-569	91,80	1,5
5-518	93,80	1,8
18-4204	95,50	2,0
3-641	98,20	2,4
19-587	98,50	2,4
25-9072	104,60	3,4
20-830	221,75	20,7

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.

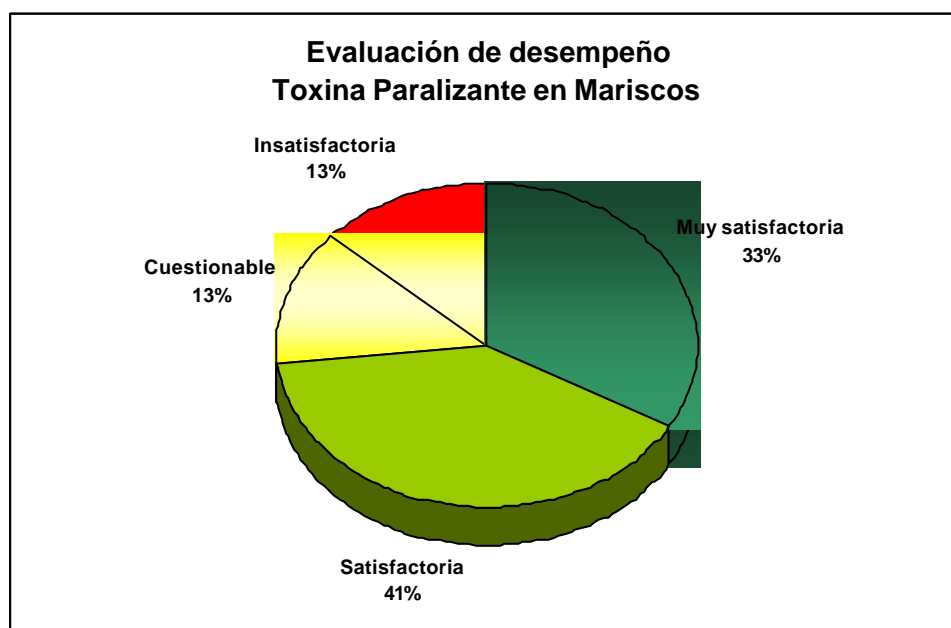
10. Evaluación de desempeño

En relación a la evaluación de desempeño de los laboratorios, respecto al análisis de toxina paralizante en extracto de mariscos.

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

Nº Código Laboratorio	Z-Score	Puntaje	Evaluación
18-2671	0,0	7	Muy Satisfactoria
25-4940	0,1	7	Muy Satisfactoria
18-2672	0,2	7	Muy Satisfactoria
18-584	0,9	7	Muy Satisfactoria
20-821	0,9	7	Muy Satisfactoria
0-563	1,1	5	Satisfactoria
20-588	1,2	5	Satisfactoria
18-4346	1,3	5	Satisfactoria
0-569	1,5	5	Satisfactoria
5-518	1,8	5	Satisfactoria
18-4204	2,0	5	Satisfactoria
3-641	2,4	3	Cuestionable
19-587	2,4	3	Cuestionable
25-9072	3,4	1	Insatisfactoria
20-830	20,7	1	Insatisfactoria

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



11. Comentarios

- a) Un sólo laboratorio reporto un resultado notoriamente insatisfactorio y 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, sobre el 70% de los laboratorios obtuvo una evaluación aceptable, y sobre el 30% obtuvo resultados altamente satisfactorios.

12. 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 simultanea 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.

13. Referencias

- 1) ISO Guide 43-1. 1997. Development and operation of laboratory Proficiency testing.
- 2) NCh 2445/1 y2 (1999). Ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorio. INN
- 3) "Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A
- 4) ISO 13528: 2005 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- 5) The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp 145-196.
- 6) AMC technical brief (2006). Representing data distribution with kernel density estimates.

14. Anexo: Gráfico Z-Score

Toxina Paralizante en Mariscos, Ronda Chile, SP6, 2008.

Distribucion de Z-score.

Valor de Referencia: 81,96 u g/100 g.

