



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

PROGRAMA BIOTOXINA MARINAS EN MOLUSCOS BIVALVOS: SUBPROGRAMA DETERMINACIÓN DE TOXINA AMNÉSICA.

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | SALUD AMBIENTAL | CÓDIGO RONDA-AÑO: SP13-2019 VERSIÓN: 00



INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA DE CHILE

DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL
SUBDEPARTAMENTO DE METROLOGÍA Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
SECCIÓN METROLOGÍA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS
UNIDAD DE COORDINACIÓN DE ENSAYOS DE APTITUD.

Av. Marathon 1000, Ñuñoa. Santiago. Chile.
Código Postal 7780050.

www.ispch.cl

Coordinador PEEC:

QF. María Natalia Gutiérrez Vargas

Autorizado por:

Jefe Departamento Salud Ambiental
Dra. Isel Cortés Nodarse

Informe Ronda -Año: SP13-2019

Fecha: 21/08/2019

Versión N°: 00

Contacto:

Oficina de Informaciones, Reclamos y Sugerencias (OIRS)

Lunes a Jueves de 08:00 a 17:30 horas

Viernes de 08:00 a 16:30 horas

Fono: +56 2 25755600 – +56 2 25755601

<http://www.ispch.cl/oirs/>



PROGRAMA EVALUACIÓN EXTERNA DE LA CALIDAD

SUBPROGRAMA DETERMINACIÓN DE TOXINA AMNÉSICA

CONTENIDO

1.	LISTA DE PARTICIPANTES.....	04
2.	RESPONSABLES.....	04
3.	INTRODUCCIÓN.....	04
4.	MATERIAL DE ENSAYO.....	05
5.	CRONOGRAMA.....	06
6.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	06
7.	RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES.....	07
8.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS.....	08
9.	EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO.....	09
10.	COMENTARIOS Y SUGERENCIAS.....	09
11.	REFERENCIAS.....	09
12.	ANEXOS.....	10

1. LISTADO DE PARTICIPANTES CONTENIDO

LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD AYSÉN	AYSEN
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 REGIÓN COQUIMBO	LA SERENA
LABORATORIO DEL ORGANISMO NACIONAL DE SANIDAD PESQUERA	LIMA
LABORATORIO AMBIENTAL LLANQUIHUE / SEREMI DE SALUD REGIÓN DE LOS LAGOS	PUERTO MONTT
CENTRO REGIONAL DE ANÁLISIS DE RECURSOS Y MEDIO AMBIENTE (CERAM) UNIVERSIDAD AUSTRAL DE CHILE	PUERTO MONTT
LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE LA SEREMI DE SALUD MAGALLANES, PUNTA ARENAS.	PUNTA ARENAS
LABORATORIO TOXINAS MARINAS- IFP	PUNTA ARENAS
LABORATORIO AMBIENTAL DE VIÑA DEL MAR DE LA SEREMI DE SALUD REGIÓN VALPARAÍSO	VIÑA DEL MAR

2. RESPONSABLES

2.1. Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- QF. María Natalia Gutiérrez Vargas – Coordinador de Ensayos de Aptitud

2.2. Colaboradores:

- Ing. Marcelo Soto Varas (Responsable de Elaboración del Material de Referencia del Ensayo de Aptitud Química Orgánica)
- Tec. Gabriel Zambrano Muñoz (Preparación, embalaje y etiquetado de ítems de ensayo)
- Ing. Karina González Navea (Revisión Informe)
- Ing. Marcelo Soto Varas (Revisión Informe)

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación del ensayo de intercomparación del Subprograma "Determinación de Toxina Amnésica". Este ensayo corresponde a la cuantificación de Ácido Domoico en extracto orgánico de marisco bivalvo, de un material elaborado por el Área de Química Orgánica Metrológica y corresponde a una herramienta utilizada para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en laboratorios de ensayos que realizan análisis de Toxina amnésica (Ácido Domoico). Esta ronda de ensayo de aptitud de tipo interlaboratorio de participación simultánea es realizada por el ISP desde el año 2007 para satisfacer los requerimientos de Laboratorios que requieren realizar control o vigilancia de acuerdo a el Programa Nacional de Vigilancia de Marea Roja del ministerio de Salud (Ord.4B/6518) (Informe Programa de Vigilancia de Floraciones Algas Nocivas (FAN) en Chile, MINSAL-ISP-SEREMIS DE SALUD año 2010, Página 3).

4. MATERIAL DE ENSAYO

El ítem de ensayo enviado contiene aproximadamente 2 mL de extracto orgánico de marisco bivalvo para la determinación cuantitativa del analito Ácido Domoico, envasado en vial cerrado herméticamente, previamente acondicionado, sellado, etiquetado y codificado.

El material de ensayo para análisis de Toxina Amnésica correspondió a un material preparado y caracterizado por el área de Metrología Química Orgánica y Etanol del Instituto de Salud Pública de Chile.

La evaluación de homogeneidad del ítem de ensayo preparado fue analizada en duplicado, 10 muestras obtenidas aleatoriamente utilizando la siguiente metodología:

Tabla N° 1
Métodologías de análisis

Componente/analito	Método
Toxina Amnésica de Molusco	Referencia ME-711.04-079 Determinación de toxina amnésica de moluscos (VAM) Según Foodstuffs – Determination of domoic Acid in Shellfish and Fish by RP-HPLC using UV detection. CEN/TC 275 European Standard

Tabla N° 2
Resultados evaluación de homogeneidad

Componente/analito	n	Criterio aceptabilidad	Resultado test
Toxina Amnésica de Molusco	10	$S^2_{sam} (0,0000) < \text{Valor crítico } C (0,06)$	Aceptable

n: número de muestras ensayadas en duplicado

La evaluación de estabilidad está basada de acuerdo al criterio presentado en ISO 13528.

Tabla N°3:
Resultados Test de Estabilidad

Componente/analito	n	Criterio aceptabilidad	Resultado test
Toxina Amnésica de Molusco	10	$ X (37,0) - Y (38,0) < 0,3 \times Spt (2,06)$ $b1 (0,1303) < t 0,95 ; n=2 (2,57)$	Aceptable

n: número de muestras ensayadas en duplicado

El resultado del test de homogeneidad y estabilidad realizado a los ítems de ensayo entregó los siguientes resultados demostrando que el material es estable para los fines previstos del Ensayo de Aptitud.

Tabla N°4:

Valor Asignado para la evaluación de desempeño de la ronda se estableció según Valor de la homogeneidad.

Componente/Analito	Valor Asignado ($\mu\text{g} / \text{mL}$) $\pm U_{(k=2)}$ ($\mu\text{g} / \text{mL}$)	Trazabilidad
Toxina Amnésica de Molusco	7,17 \pm 0,19	No aplica

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipulación e indicaciones prácticas de seguridad a tomar en cuenta, durante el desarrollo del ensayo. Se recomendó a los participantes el uso de métodos y técnicas analíticas rutinarias del laboratorio, considerando los ítems como muestras de rutina.

5. CRONOGRAMA

- 5.1. **Envío de material de ensayo**
04 / 06 / 2019
- 5.2. **Fecha límite de envío de resultados de los laboratorios participantes (Plazo de respuesta)**
03 / 07 / 2019
- 5.3. **Fecha publicación informe parcial en Portal PEEC**
30 / 07 / 2019

6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados. Se evaluó la existencia de datos anómalos, en base al método estadístico de Grubbs, una vez establecidos éstos, y sin ser excluidos, se procedió a realizar el análisis estadístico.

El análisis estadístico se basó en el valor establecido por Homogeneidad con Desviación Estándar de la evaluación de aptitud calculada por Horwitz.

Los resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios son transformados a valores estándares (z-score).

Para el desempeño de los resultados de los participantes, los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera: z-score, ejemplo:

$$z = \frac{x - X}{\hat{\sigma}}$$

Dónde;

Z : Valor z, z-score

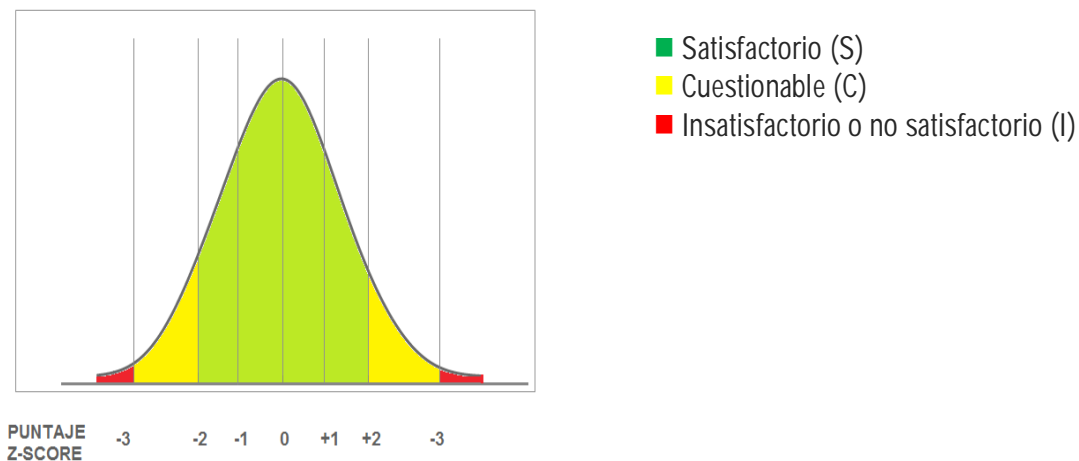
x : Resultado del participante

X : Valor asignado

$\hat{\sigma}$: Desviación estándar de la evaluación de aptitud

Figura 1.

Valor de z-score y criterios de aceptabilidad



$|z| \leq 2$: es decir, entre -2,00 y +2,00 el desempeño es **SATISFACTORIO**

$2 < |z| < 3$: entre -2,01 y -2,99 y; entre +2,01 y +2,99 el desempeño es **CUESTIONABLE**

$|z| \geq 3$: el resultado del laboratorio es **INSATISFACTORIO**, es decir, no satisfactorio.

Para fines de conservar la confidencialidad de los resultados y la evaluación de desempeño de los participantes, estos son reportados en el informe con el código CIL (Código de Identificación del Laboratorio), por lo cual el participante deberá ubicarse en las tablas y gráficas de acuerdo al código CIL asignado a su laboratorio para el año correspondiente de la presente ronda.

7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

7.1.- Datos

Los resultados enviados por los participantes para los diferentes analitos se presentan en las tablas Nº 7 (ver anexo). De los 10 laboratorios adscritos, el 90% enviaron resultados del analito.

Se solicitó a los laboratorios reportar sus resultados con mínimo 1 decimal para el analito Toxina Amnésica de Molusco.

7.2.- Técnicas y métodos

Respecto de los métodos informados por los laboratorios que fueron utilizados para la determinación del analito se puede comentar que:

- Para determinación de Toxina Amnésica de Molusco utilizan el 33,3% el Método CEN/TC 275 *European Standard*, 33,3% Método "In House", 11,1% AOAC 991.26, 11,1% IOC. *Manuals and Guides* No. 33 UNESCO 1995 y el 11,1% restante ISP PRT 711.04-079.
- El 100% de los laboratorios que enviaron resultados utilizaron la Técnica Cromatografía Líquida HPLC-UV.

8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

En relación a la recopilación y al análisis de datos, la evaluación estadística reportó los siguientes resultados:

Tabla N° 5:

Resumen análisis estadístico para la evaluación de desempeño

Parámetros	Toxina Amnésica de Molusco
	($\mu\text{g} / \text{mL}$)
N° datos reportados (n)	9
Valor asignado (X)	7,17
Desviación estándar ensayo de aptitud ($\hat{\sigma}$)	0,853
N° valores anómalos	0

En relación a los datos de la tabla N° 5, para fines de la evaluación de desempeño para el analito el valor asignado fue establecido por valor de homogeneidad y la desviación estándar del ensayo de aptitud por Horwitz.

Tabla N° 6:

Resumen análisis estadístico robusto de la ronda por analito

Parámetro	Media	Media Robusta	Mediana	MAD	MADe
Analito	($\mu\text{g} / \text{mL}$)	($\mu\text{g} / \text{mL}$)	($\mu\text{g} / \text{mL}$)	($\mu\text{g} / \text{mL}$)	($\mu\text{g} / \text{mL}$)
Toxina Amnésica de Molusco	7,48	7,29	7,13	0,310	0,459

MAD: Desviación absoluta media, Mediana del valor absoluto de todas las desviaciones o mediana de las diferencias absolutas.
MADe: Desviación estándar de consenso.

En la tabla N° 7, se resumen los resultados reportados por cada participante y los z-score alcanzados.

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

La evaluación de desempeño se estableció a través del modelo estadístico z-score, calculado con el valor asignado y la desviación estándar indicada en la tabla N° 5 del presente informe.

La calificación de z-score alcanzada y evaluación de desempeño respecto de la evaluación de análisis de Toxina Amnésica de Molusco, se puede observar en la tabla N°7, (ver anexo).

El gráfico circular de la evaluación de desempeño global por el analito, la evaluación de desempeño del analito versus método de referencia informado por los participantes y distribución de z-score se presentan en anexos numerados desde gráfica N° 1.

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) De un total de 10 adscrito para esta ronda, el 90% envió resultados para el analito de Toxina Amnésica de Molusco.
- b) Para el análisis estadístico del analito Toxina Amnésica de Molusco se presentaron 0 datos anómalos.
- c) Se observa que respecto del año anterior el desempeño para el analito Toxina Amnésica de Molusco ha disminuido a 88,9% de satisfactoriedad del 100% presentado el año 2018.
- d) El reporte de resultados por parte de los participantes fue con 1 decimal como mínimo.
- e) Se sugiere revisar datos, cálculos y unidades, como posible causa de desviación de resultados para laboratorios que cuenten con un z-score dentro del rango de cuestionables, así como también cuando se observen tendencias por defecto o exceso para determinados analitos.
- f) La versión autorizada del informe final se encuentra publicada en página web institucional: www.ispch.cl

11. REFERENCIAS

1. *ISO 13528:2015 (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 Committe, N° 6, A.*
4. *Thompson, M., Ellison, S.L.R and Wood, R. 2006. The International Harmonized Protocol for Proficiency*

5. *The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp. 145-196.*

12. ANEXOS

Tabla N° 7

Resultados de Toxina Amnésica reportados, valores de Z-score y evaluación de desempeño.

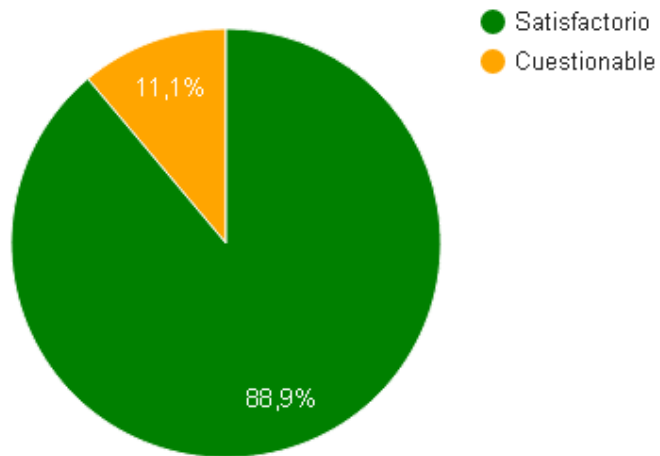
CIL	Resultados Unidades µg / mL	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1709	9,16	2,33	Cuestionable
QAMA1717	*	*	*
QAMA1719	6,82	-0,41	Satisfactoria
QAMA1740	8,28	1,30	Satisfactoria
QAMA1742	7,53	0,42	Satisfactoria
QAMA1743	7,13	-0,05	Satisfactoria
QAMA1744	6,93	-0,28	Satisfactoria
QAMA1745	6,97	-0,23	Satisfactoria
QAMA1766	7,46	0,34	Satisfactoria
QAMA1775	7,08	-0,11	Satisfactoria

* No reporta resultados

Satisfactoria
Cuestionable
Insatisfactoria

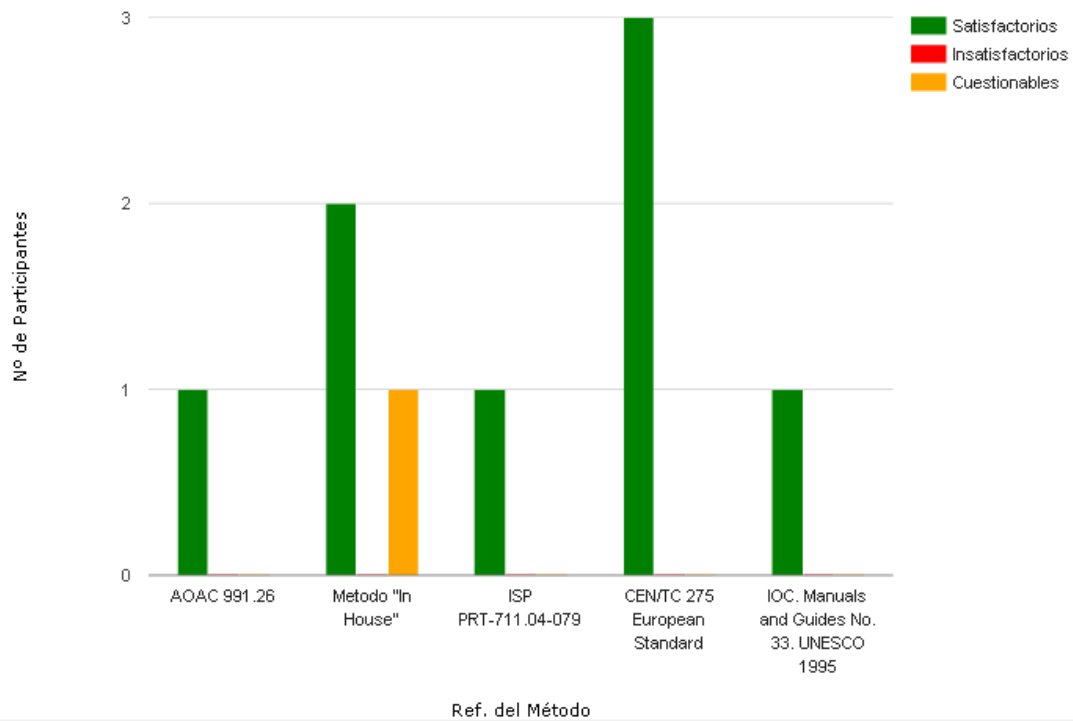
GRÁFICA N° 1

Evaluación de desempeño de Toxina Amnésica

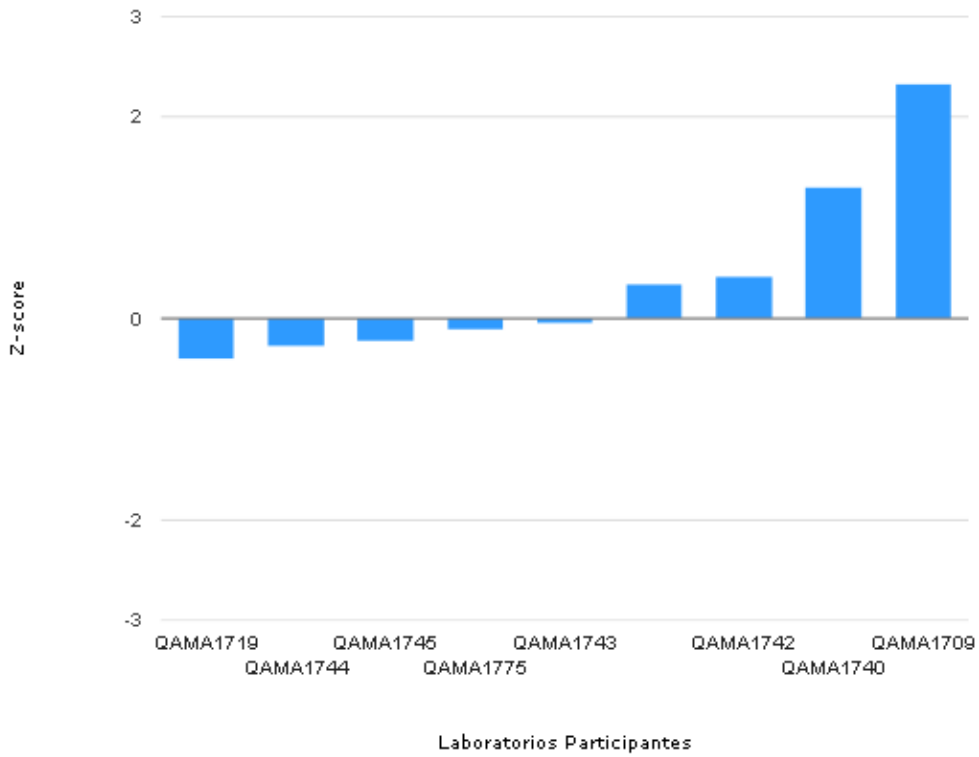


GRÁFICA N° 2.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorios para determinación de Toxina Amnésica.



GRÁFICA N° 3.
Distribución de z-score para determinación de Toxina Amnésica.



GRÁFICA N° 4.
Dispersión de datos para determinación de Toxina Amnésica.

