



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

# PROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS EN MOLUSCOS BIVALVOS: SUBPROGRAMA DETERMINACIÓN DE TOXINA AMNÉSICA

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | SALUD AMBIENTAL | CÓDIGO RONDA-AÑO: SP13-2020 VERSIÓN: 00



RG-03-IT-751.01-002.  
Versión 3.  
Fecha 08/08/2020

## 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](http://www.ispch.cl)

### **Coordinador PEEC:**

QF. María Natalia Gutiérrez Vargas

### **Autorizado por:**

Jefe Departamento Salud Ambiental  
Dra. Isel Cortés Nodarse

Informe Ronda - Año: SP13 - 2020

Fecha: 04 / 12 / 2020

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.....	07
7.	RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES.....	08
8.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS.....	08
9.	EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO.....	09
10.	COMENTARIOS Y SUGERENCIAS.....	09
11.	REFERENCIAS.....	10
12.	ANEXOS.....	10

## 1. LISTADO DE PARTICIPANTES

---

CENTRO REGIONAL DE ANÁLISIS DE RECURSOS Y MEDIO AMBIENTE (CERAM) - UNIVERSIDAD AUSTRAL DE CHILE	PUERTO MONTT
LABORATORIO AMBIENTAL DE VIÑA DEL MAR DE LA SEREMI DE SALUD REGIÓN VALPARAÍSO	VIÑA DEL MAR
LABORATORIO AMBIENTAL LLANQUIHUE DE LA SEREMI DE SALUD REGIÓN DE LOS LAGOS	PUERTO MONTT
LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE LA SEREMI DE SALUD MAGALLANES	PUNTA ARENAS
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	SANTIAGO
LABORATORIO DEL AMBIENTE DE LA SEREMI DE SALUD AYSÉN	AYSEN
LABORATORIO DEL AMBIENTE DE LA SEREMI DE SALUD REGIÓN COQUIMBO	LA SERENA

## 2. RESPONSABLES

---

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

- QF. María Natalia Gutiérrez Vargas – Coordinador de Ensayos de Aptitud, Preparación, embalaje y etiquetado ítemes de ensayo.

### 2.2. Colaboradores:

- Oco. Paola Cornejo (Elaboración del material de referencia del Ensayo de Aptitud)
- Ms. Karina González Navea (Revisión informe)
- Ing. Marcelo Soto Varas (Revisión informe)
- Ms. Soraya Sandoval Riquelme (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 laboratorio metrológico de química orgánica y etanol, el cual corresponde a una herramienta utilizada para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en laboratorios de ensayos que realizan análisis de toxinas marinas en moluscos bivalvos. Esta ronda de ensayo de aptitud de tipo interlaboratorio de participación simultánea es realizada por el Instituto de Salud Pública (ISP) desde el año 2007 para satisfacer los requerimientos de laboratorios que requieren realizar control o vigilancia de acuerdo con el Programa Nacional de Vigilancia de Marea Roja del Ministerio de Salud (Ord.4B/6518) (Informe Programa de Vigilancia de Floraciones Algales Nocivas (FAN) en Chile, MINSAL-ISP-SEREMIS DE SALUD año 2010, Página 3).

#### 4. MATERIAL DE ENSAYO

El ítem de ensayo enviado contiene aproximadamente de 2 a 5 mL de extracto orgánico de marisco bivalvo para determinación cuantitativa del analito ácido domoico, envasado en vial de vidrio ámbar, cerrado herméticamente previamente acondicionado, sellado, etiquetado y codificado.

El material de ensayo para análisis de toxina amnésica correspondió a un extracto preparado y caracterizado a partir de un Material de Referencia Certificado por el laboratorio metrológico de química orgánica y etanol del ISP.

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 Finfish by RP-HPLC using UV detection. CEN/TC 275 European Standard.

Los análisis fueron realizados por el Laboratorio de Marea Roja de la Sección de Química de Alimentos y Nutrición del Departamento de Salud Ambiental.

**Tabla N° 2**  
*Resultados evaluación de homogeneidad*

Componente/analito	n	Criterio aceptabilidad	Resultado test
Toxina Amnésica de Molusco	10	$S^2_{sam} < C$ $0,000 < 0,06$	Aceptable

n: número de muestras ensayadas en duplicado.

La evaluación de estabilidad está basada de acuerdo a criterio ISO 13528:2015.

**Tabla N°3:**

*Resultados Test de Estabilidad*

Componente/analito	n	Criterio aceptabilidad	Resultado test
Toxina Amnésica de Molusco	6	$ X-Y  < 0,3 S_{pt}$ $0,07 < 0,3 \times 0,853$	Aceptable

n: número de muestras ensayadas en duplicado

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

**Tabla N°4:**

*El Valor Asignado para la evaluación de desempeño de la ronda se estableció según valor de referencia.*

Componente/Analito	Valor Asignado ( $\mu\text{g/mL}$ )	Incertidumbre Valor Asignado ( $\mu\text{g/mL}$ )	Trazabilidad
Toxina Amnésica de Molusco	7,17	0,82	No aplica.

La incertidumbre del vValor asignado fue obtenida a través de la incertidumbre expandida, considerando las incertidumbres estándar de la homogeneidad y estabilidad del material.

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.

## 5. CRONOGRAMA

---

**5.1. Envío de material de ensayo.**

08 / 09 / 2020

**5.2. Fecha límite de envío de resultados de los laboratorios participantes (Plazo de respuesta).**

07 / 09 / 2020

**5.3. Fecha publicación informe parcial en Portal PEEC.**

02 / 11 / 2020

## 6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados fueron recolectados. Se evaluó la existencia de datos anómalos en base al método estadístico de Grubbs. No se pudo establecer valores extremos a través del criterio de  $\pm 50\%$  de mediana del Protocolo internacional Armonizado IUPAC, ya que no se contó con valores mínimos para establecer la mediana de los resultados.

El análisis estadístico se basó en el valor de referencia del Material con desviación estándar 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: (Indicar *z-score* ó el método correspondiente), ejemplo:

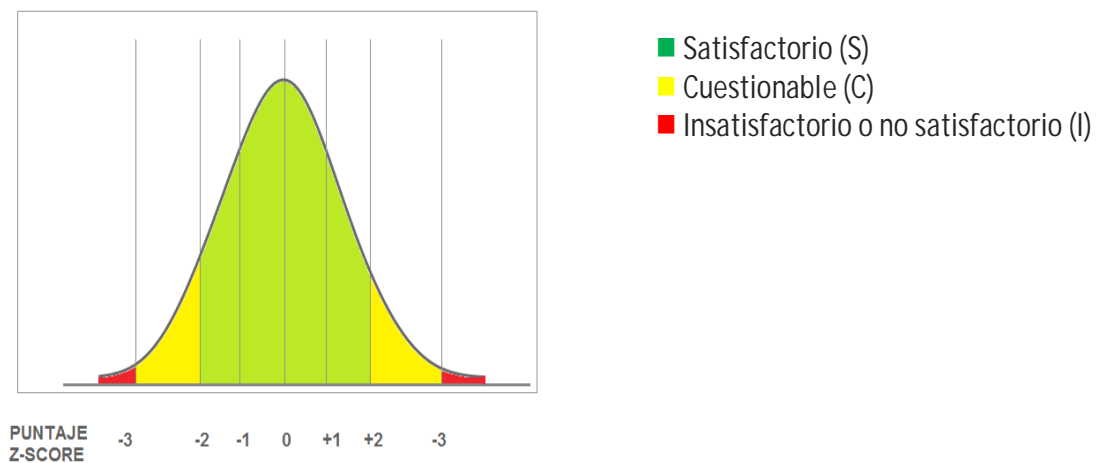
$$z = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

dónde:

- $z$  = Valor  $z$ , *z-score*.
- $x_i$  = Resultado del participante.
- $x_{pt}$  = Valor asignado.
- $\sigma_{pt}$  = 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 (Anexos) 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 el analito se presenta en la tabla N° 7 (ver anexo). De los 8 laboratorios adscritos, el 100 % enviaron resultados.

Se solicitó a los laboratorios reportar sus resultados con 2 cifras decimales para el analito ácido domoico (toxina amnésica de molusco).

### 7.2.- Técnicas y métodos

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

- 3 laboratorios utilizan CEN/TC 275 *European Standard*.
- 3 laboratorios utilizan Método "*In House*".
- 1 Laboratorio utiliza AOAC 991.26.
- 1 Laboratorio utiliza IOC *Manuals and Guides* No. 33 UNESCO 1995.

## 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	Ácido Domoico (Toxina Amnésica de moluscos)
	(unidades $\mu\text{g/mL}$ )
N° datos reportados ( $n$ )	8
Valor asignado ( $x_{pt}$ )	7,17
Desviación estándar ensayo de aptitud $\sigma_{pt}$	0,85284
Incertidumbre Valor Asignado $u(x_{pt})$	0,82
N° valores anómalos	0
N° valores extremos	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 referencia del material de referencia y la desviación estándar de Horwitz.

Para esta ronda no se presentan análisis estadístico robusto ya que no se contó con el número mínimo de datos ( $n > 10$ ) para el análisis para su realización.

En la tabla N° 6, 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 Ácido domoico (Toxina amnésica) en extracto orgánico de molusco, se puede observar en la tabla N° 7, (ver anexo).

Los gráficos circulares de la evaluación de desempeño global, la evaluación de desempeño 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

---

- El 100% de los 8 laboratorios adscritos para esta ronda envió sus resultados.
- Para el análisis estadístico del analito ácido domoico no se evidenciaron datos anómalos ni

extremos.

- c) Se observa que respecto del año anterior el desempeño para el analito ácido domoico ha aumentado al 100 % de satisfactoriedad respecto el 88,9% del año 2019.
- d) Se sugiere revisar datos, cálculos y unidades, cuando se observen tendencias por defecto o exceso para determinado analito.
- e) La versión autorizada del informe final se encuentra publicada en página Web institucional: [www.ispch.cl](http://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 Committee, 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 IUPAC (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp. 145-196.*

## 12. ANEXOS

---

**Tabla N° 6**

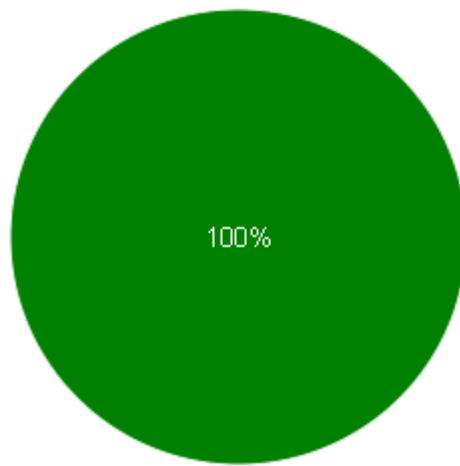
*Resultados de ácido domoico reportados, valores de z-score y evaluación de desempeño.*

CIL	Resultados Unidades µg/mL	z-score	Evaluación de desempeño	Valor Anómalo (A) / Valor Extremo (E)
QAMA2009	8,21	1,22	Satisfactoria	-
QAMA2015	7,6	0,50	Satisfactoria	-

QAMA2017	6,64	-0,62	Satisfactoria	-
QAMA2041	6,26	-1,07	Satisfactoria	-
QAMA2043	8	0,97	Satisfactoria	-
QAMA2044	7,26	0,11	Satisfactoria	-
QAMA2045	6,85	-0,38	Satisfactoria	-
QAMA2046	6,8	-0,43	Satisfactoria	-

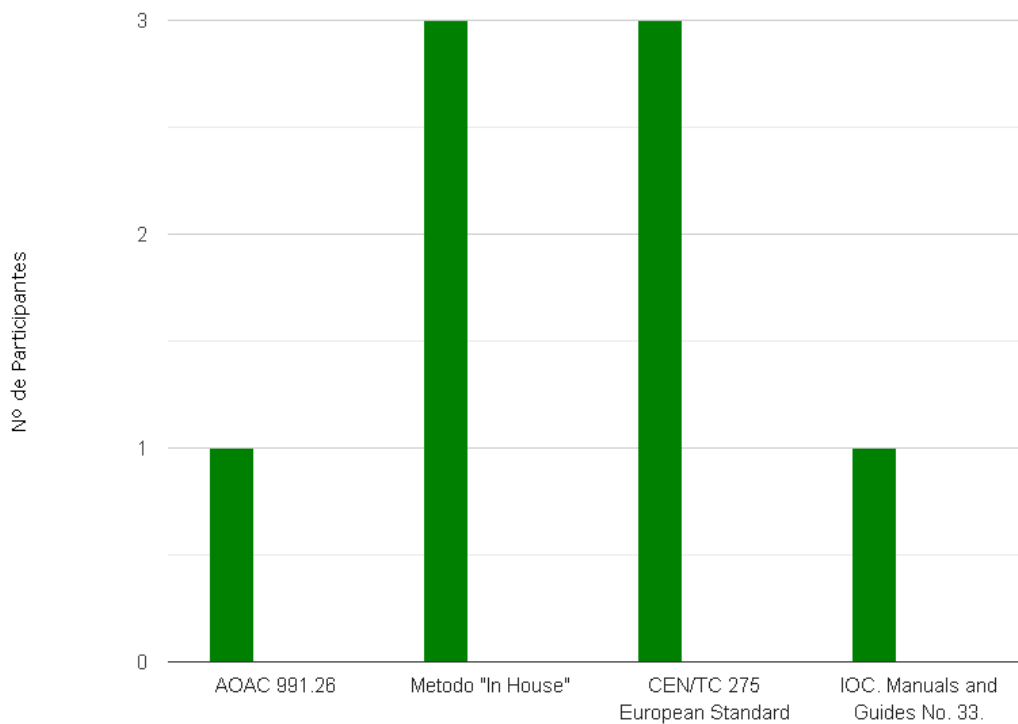
**GRÁFICA N° 1**

*Evaluación de desempeño de ácido domoico.*

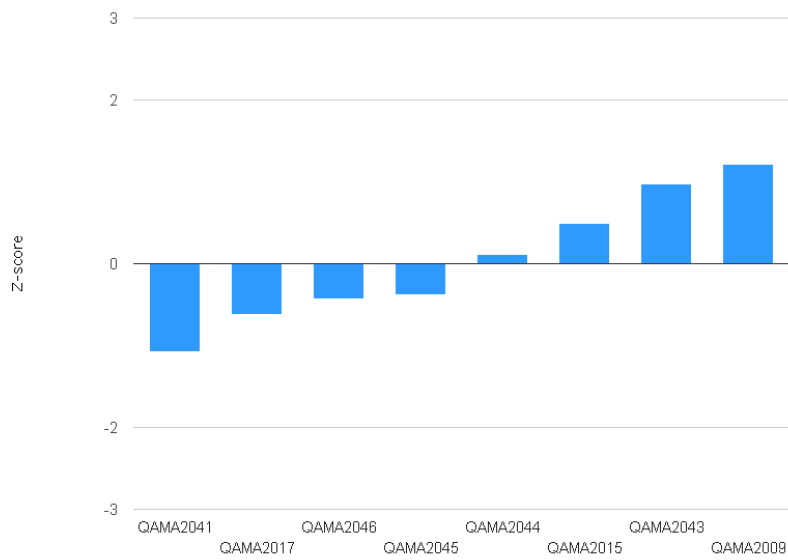


**GRÁFICA N° 2.**

*Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorios para determinación de ácido domoico.*



**GRÁFICA N° 3.**  
*Distribución de z-score para determinación de ácido domoico.*



**GRÁFICA N° 4.**  
*Dispersión de datos para determinación de ácido domoico.*

