

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

# PROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS: SUBPROGRAMA TOXINA PARALIZANTE

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | PEEC SP6-2017 V.1

**PROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:**  
SUBPROGRAMA TOXINA PARALIZANTE

**Coordinador Ensayos de Aptitud:**

QF. Ma. Natalia Gutiérrez  
V. 14.06.2017 V.1

**Autorizado por:**

Jefe Departamento Salud Ambiental  
Dra. Isel Cortés Nodarse



**P E E C**  
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

# PROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS: SUBPROGRAMA TOXINA PARALIZANTE

---

## CONTENIDO

---

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

## 1. LISTA DE PARTICIPANTES

CENTRO REGIONAL DE ANÁLISIS DE RECURSOS Y MEDIO AMBIENTE (CERAM) UNIVERSIDAD AUSTRAL DE CHILE	PUERTO MONTT
CERTIFICACIONES DEL PERÚ S.A.	LIMA
LABORATORIO AMBIENTAL LLANQUIHUE / SEREMI DE SALUD REGIÓN DE LOS LAGOS	PUERTO MONTT
LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE LA SEREMI DE SALUD MAGALLANES, PUNTA ARENAS	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	INDEPENDENCIA
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD AYSÉN	AYSÉN
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD REGIÓN COQUIMBO	LA SERENA
LABORATORIO DEL ORGANISMO NACIONAL DE SANIDAD PESQUERA	LIMA
LABORATORIO MAREA ROJA CASTRO	CASTRO
LABORATORIO SATELITE DE MAREA ROJA QUELLÓN	QUELLÓN
LABORATORIO SATELITE PORVENIR, SEREMI DE SALUD MAGALLANES	PORVENIR
LABORATORIO SATELITE PUERTO NATALES	PUNTA ARENAS
LABORATORIOS ACUICOLAS	LIMA
SECCIÓN QUÍMICA DE ALIMENTOS Y NUTRICIÓN	ÑUÑO A

## 2. RESPONSABLES

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

- QF. María Natalia Gutiérrez Vargas (Coordinador Ensayos de Aptitud).

### Colaboradores:

- Tec. Gabriel Zambrano (Preparación de cajas y etiquetado, preparación y embalaje de ítems de ensayo).
- Ing. Karina González Navea (Revisión de informe).
- QF. Soraya Sandoval (Revisión de informe).

### 3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma (SP6-2017) “Determinación de Toxina Paralizante”, enfocada al análisis de veneno paralizante en mariscos por Bioensayo en ratón. El que se encuentra enmarcado para apoyar el Programa Nacional de Vigilancia de Marea Roja.

Este ensayo de aptitud ha sido desarrollado para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en el área de moluscos procesados.

### 4. MATERIAL DE ENSAYO

El ítem de ensayo enviado fue elaborado por el Laboratorio Designado en biotoxinas marinas en mariscos de la Sección de Metrología Ambientales y de Alimentos (SMAA) del Instituto de Salud Pública, y consistió en una matriz de marisco congelado que fue fortificada con marisco contaminado de veneno paralizante, la cual fue fraccionada en frascos de 100 gramos aprox.

Las muestras de ensayo fueron enviadas para la cuantificación de la concentración de saxitoxina equivalente (STX eq) y los análisis de homogeneidad al ítem de ensayo, se subcontrataron al laboratorio de toxinas marinas del Subdepartamento de Alimentos y Nutrición, donde se utilizó el método AOAC Official Method 959.08 Paralytic Poison Biological Method y cuyo factor de conversión (FC) fue de 0,166.

**Tabla N° 1:**

*Valor Material de Referencia*

Valor	U (k=2)
45,13 µg SXT eq / 100 g	1,35 µg SXT eq / 100 g

El test de homogeneidad entregó los siguientes resultados  $F_{\text{observado}} (1,16) < F_{\text{crítico}} (6,59)$  y  $p - \text{value} (\alpha=0,05) 0,42854$  demostrando que la homogeneidad del material es aceptable.

Cada participante recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el análisis de rutina correspondiente. De igual manera, se indicó que debían cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo. A los participantes, se les recomendó analizar las muestras de ensayo utilizando los métodos rutinarios de análisis de sus laboratorios.

### 5. CRONOGRAMA

**Envío de material de ensayo**

28 / Marzo / 2017

**Fecha límite de envío de resultados**

21 / Abril / 2017

**Fecha efectiva publicación informe parcial**

28 / Abril / 2017

## 6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados y analizados estadísticamente. En base al método estadístico de Grubbs, se evalúa la presencia de datos anómalos, posteriormente se procedió a realizar el análisis estadístico.

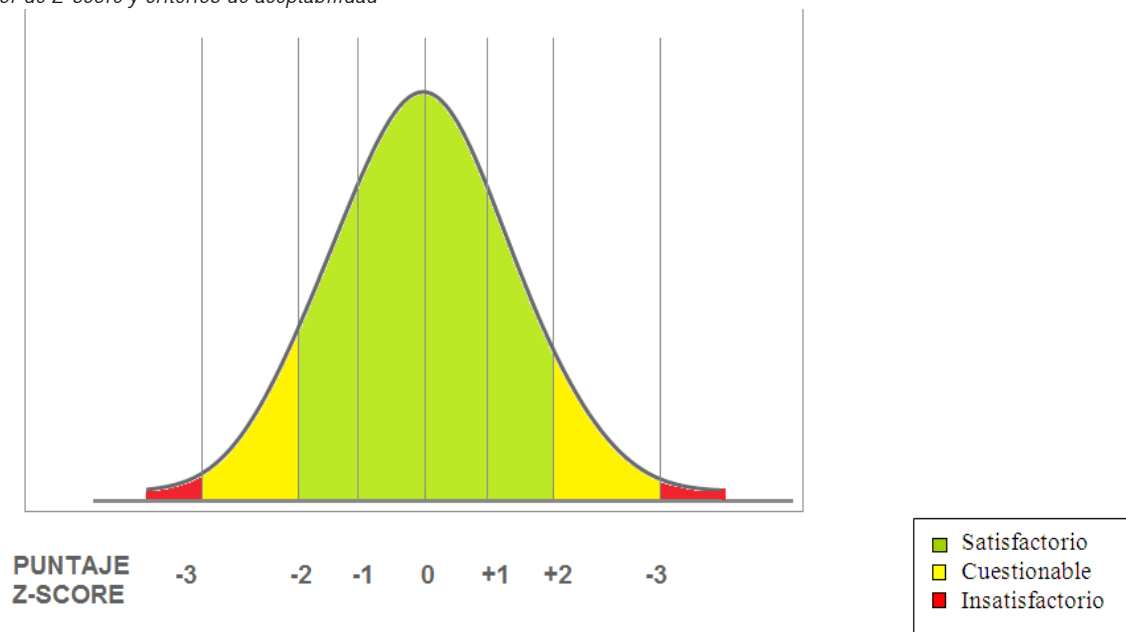
Para poder comparar los diferentes resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios, estos son transformados a valores estándares (Z-score).

El Z-score estima el error que existe entre el resultado informado por el laboratorio participante y el valor asignado del material de ensayo, y la desviación estándar del ensayo de aptitud.

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:

### Figura 1.

Valor de Z-score y criterios de aceptabilidad



$[ Z ] \leq 2$ : es decir, entre -2,00 y +2,00 el resultado del laboratorio es "satisfactorio".

$2 < [ Z ] < 3$ : es decir, entre -2,01 y < -2,99 y; entre +2,01 y < +2,99 el resultado del laboratorio es "cuestionable".

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

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al CIL (Código Identificación de Laboratorio) asignado a su laboratorio.

## 7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

### 7.1.- Datos

De los 15 laboratorios adscritos, el 100% envió resultados. El test de Grubbs aplicado al conjunto de datos detectó sólo un valor anómalo. Los resultados enviados por los participantes se presentan en la tabla N° 3 (en anexos).

### 7.2.- Técnicas y métodos

La técnica reportada por todos los laboratorios participantes para la determinación de veneno paralizante (saxitoxina equivalente) fue la de bioensayo en ratón.

La cepa de ratón informada corresponde mayoritariamente a CF1(80%), siendo la otra cepa informada BALB/C.

Los factores de conversión se encuentran indicados en la tabla N°2.

El 93,3% de los laboratorios indican como métodos de referencia el AOAC 959.08 mientras que el 6,7% restante indica el método de referencia ISP PRT-711.04-081.

## 8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

En relación a la evaluación estadística se reportaron los siguientes resultados:

### Tabla N° 2:

*Resumen análisis estadístico*

Parámetros	Resultados
n	15
Valor asignado, $\mu\text{g STX Eq/100g}$	56,9381
$\sigma_{pt}$ , $\mu\text{g STX Eq/100g}$	9,91605
N° anómalos	1

El valor asignado, se obtuvo en base a estadística robusta utilizando los datos entregados por los participantes. La desviación estándar de la ronda fue calculada con la ecuación de Horwitz.

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 3 (en anexos) se indican los resultados de Z-score obtenido.

Se presentan las gráficas de dispersión lineal de los Z-score obtenidos por los laboratorios para la muestra. (Ver anexos gráfico N°1).

Se presenta gráfica circular para expresar porcentualmente los resultados satisfactorios obtenidos (Ver Anexo N°2).

## 9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

---

Los laboratorios evaluados con desempeño satisfactorio fueron doce (13) equivalentes al 86,66%. Los laboratorios con resultados cuestionables fueron 1 (6,67%), mientras que aquellos con resultados Insatisfactorios fue solo 1 (6,67%).

En anexos se presentan gráficamente los porcentajes de desempeño obtenido para la ronda, representación de z-score obtenido por los participantes y el método de referencia utilizado por los laboratorios

## 10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

---

- a) El valor asignado para la evaluación del analito, se obtuvo en base a estadística robusta utilizando los datos entregados por los participantes.
- b) Todos los laboratorios indican que utilizaron el Método de Bioensayo en ratón. Así como el 93,3% indica como Método de Referencia AOAC 959.08 mientras que el 6,7% restante indica el Método de Referencia ISP PRT-711.04-081.
- c) El 86,66% de los laboratorios participantes obtuvieron resultados satisfactorios, 6,67% resultados cuestionables y 6,67% resultados insatisfactorios para ésta ronda.
- d) Versión 1 del presente informe reemplaza versión 0 con fecha 02/05/2017, debido a cambios en la desviación estándar de la ronda calculada, valores de Z-Score y evaluación de los participantes.
- e) La versión oficial del presente informe se publicará en la página web [www.ispch.cl](http://www.ispch.cl).

## 11. REFERENCIAS

---

1. ISO 13528:2005 (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. Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 78, pp 145- 196.



## 12. ANEXOS

**Tabla N° 3.**

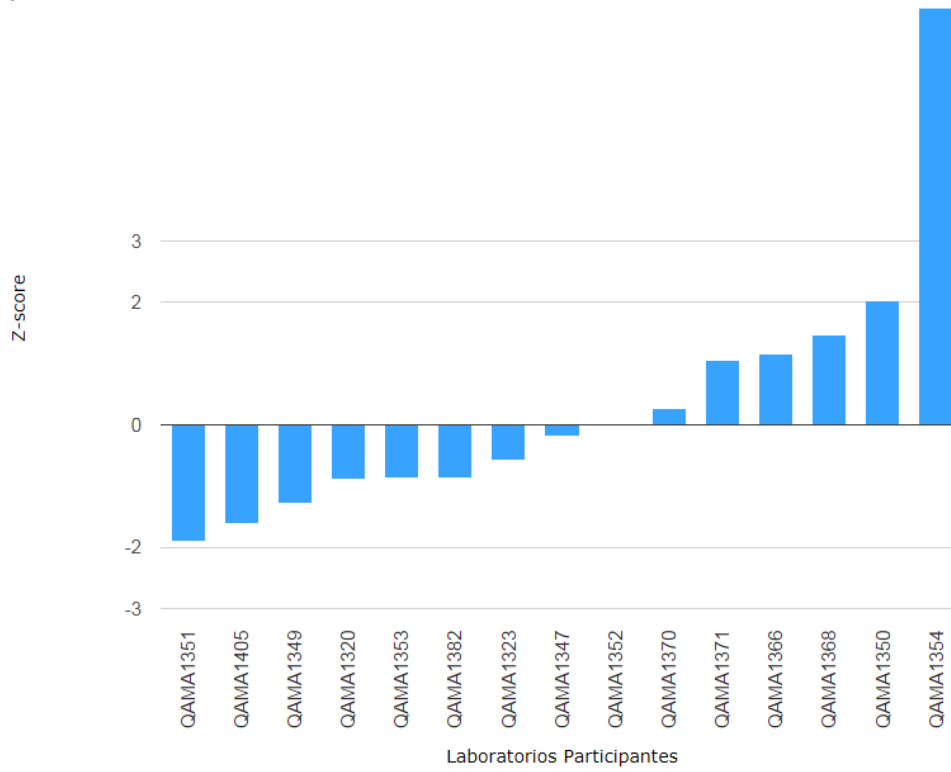
Resultados reportados por los laboratorios para determinación de Toxina Paralizante en mariscos.

Código Laboratorio	Resultados $\mu\text{g STX Eq/100g}$	Factor de corrección	Z-Score	E
QAMA 1320	48	0,1	-0,90	S
QAMA 1323	51,21	0,1	-0,58	S
QAMA 1347	55,06	0,1	-0,19	S
QAMA 1349	44,17	0,1	-1,29	S
QAMA 1350	77	0,1	2,02	C
QAMA 1351	38	1,0	-1,91	S
QAMA 1352	56,78	0,1	-0,02	S
QAMA 1353	48,25	0,1	-0,88	S
QAMA 1354	124,35	0,1	6,8	I
QAMA 1366	68,3	0,1	1,15	S
QAMA 1368	71,41	0,1	1,46	S
QAMA 1370	59,5	0,1	0,26	S
QAMA 1371	67,47	0,1	1,06	S
QAMA 1382	48,36	0,1	-0,87	S
QAMA 1405	41	0,1	-1,61	S

Evaluación de desempeño	<b>E</b>
Satisfactorio	<b>S</b>
Cuestionable	<b>C</b>
No Satisfactorio	<b>I</b>

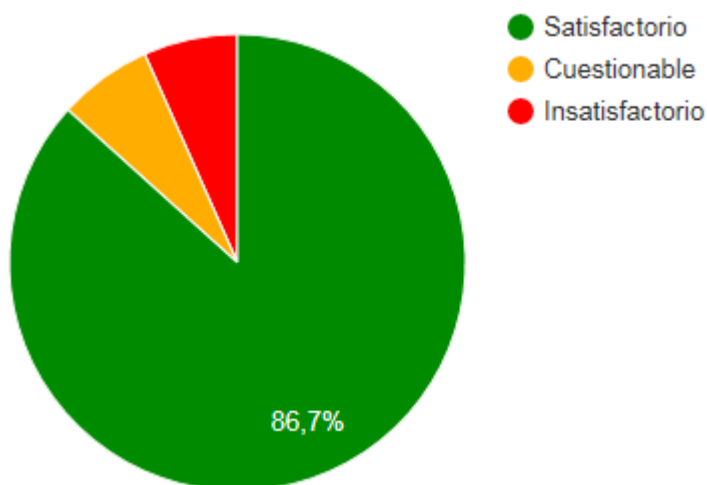
### Gráfico N° 1:

Gráfico de distribución Z-score.



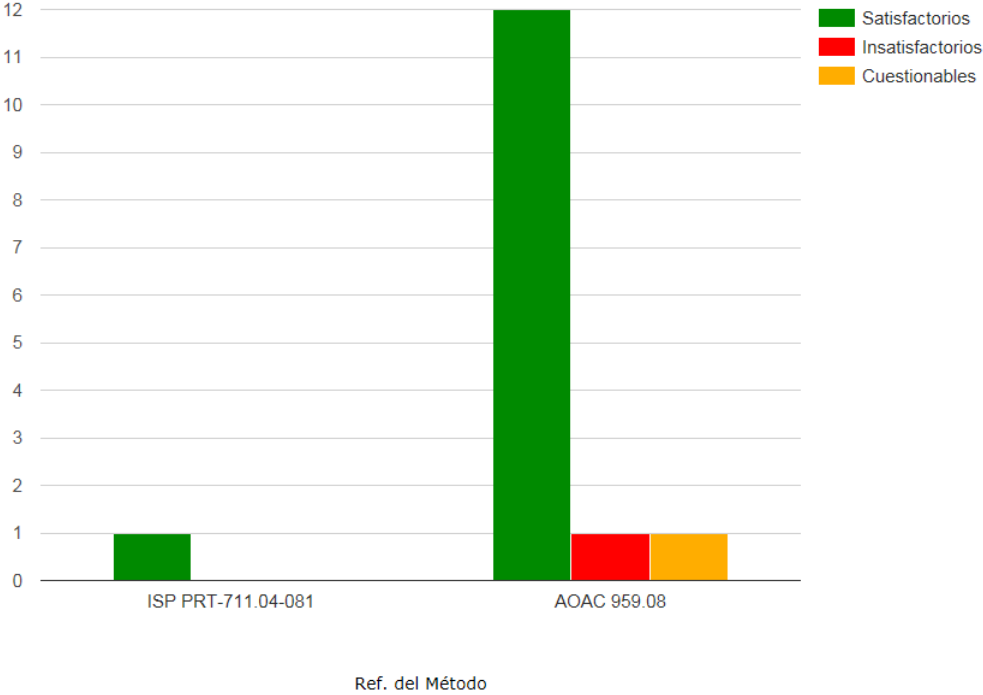
### Gráfico N° 2:

Gráfico porcentual de evaluación de desempeño.



**Gráfico N° 3:**

Gráfico de Evaluación de desempeño vs. Método de referencia.



**Gráfico N° 4:**

Gráfico de Dispersión de acuerdo a sesgo (D).

