

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

# SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS: TOXINA AMNÉSICA

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD SP13-2015 | V.0



P E E C  
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD



**SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:**  
TOXINA AMNÉSICA

**COORDINADOR (S) ENSAYO DE APTITUD PEEC:**

Soraya Sandoval  
02.07.2015 V.0

**AUTORIZADO POR:**

Jefe (S) Departamento Salud Ambiental  
M.V. Claudia López

metrologia@ispch.cl  
Teléfono: (56) 225755605

# SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS: TOXINA AMNÉSICA

---

## CONTENIDO

---

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

## 1. LISTA DE PARTICIPANTES

---

1	Centro regional de análisis de recursos y medio ambiente (ceram) Universidad Austral de Chile	Llanquihue
2	Laboratorio ambiental de Viña del Mar de la Seremi de Salud Región Valparaíso	Valparaíso
3	Laboratorio ambiental Llanquihue / Seremi de Salud Región de los Lagos	Llanquihue
4	Laboratorio de salud pública de la Seremi de Salud Magallanes, Punta Arenas.	Magallanes
5	Laboratorio de toxinas marinas- sede Castro facultad de medicina - Universidad de Chile	Chiloé
6	Laboratorio de toxinas marinas sede Santiago facultad de medicina - Universidad de Chile	Santiago
7	Laboratorio del ambiente seremi de Salud Aysén	Aysen
8	Laboratorio del ambiente Seremi de Salud Región cCoquimbo	Elqui
9	Laboratorio del organismo nacional de sanidad pesquera	Lima
10	Laboratorio toxinas marinas- instituto de fomento pesquero-ifp	Magallanes
11	Laboratorios acuicolas	Lima

## 2. RESPONSABLES

---

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

- Soraya Sandoval (Coordinador PEEC)

### Colaboradores:

- Marcelo Soto (revisión de informe).
- Gabriel Zambrano (embalaje y despacho de ítems de ensayo).
- Sección Cámara y Despacho ISP
- Subdepartamento de Estudios y Evaluación de Tecnologías Sanitarias- Portal PEEC

### 3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma (SP13) para la determinación de toxina amnésica, desarrollado por el PEEC Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile (ISP), herramienta para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en productos pesqueros, específicamente en el área de biotoxinas marinas. Herramienta para la evaluación del desempeño de los laboratorios asociados al programa Nacional de vigilancia de Marea Roja y aquellos reconocidos por SERNA-PESCA.

### 4. MATERIAL DE ENSAYO - ENVÍO

El ítem de ensayo enviado correspondió a un extracto de marisco, Material de Referencia Certificado (MRC) adquirido. El valor del analito de acuerdo a lo señalado en el certificado es:

**Ácido domoico  $49 \pm 3 \mu\text{g/g}$  ( $\pm U_{k=2}$ )**

A partir del MRC se preparó el ítem de ensayo correspondiente a un extracto realizado de acuerdo a las instrucciones del proveedor. Esta actividad fue ejecutada por el Laboratorio Designado en biotoxinas de la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos (SMAA) y perteneciente a la Red Nacional de Metrología. El lote de extracto producido fue analizado en cuanto a su homogeneidad por el Laboratorio de Referencia de Toxinas Marinas del ISP, con el método CEN/TC 275 European Standard.

Para el test de homogeneidad se analizaron 10 muestras independientes en replicado. Obteniéndose un resultado aceptable de  $S_{sam2}(0,106) < C_{crítico}(0,17)$ . Para fines del ensayo de aptitud, el valor asignado se obtuvo del test de homogeneidad:

Valor asignado en extracto de marisco:  
Ácido domoico  $8,5 \mu\text{g/mL}$

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

5 de Mayo

#### Fecha límite de envío de resultados

3 de Junio

#### Fecha de informe parcial

10 de Junio

#### Fecha informe final

2 de Julio

### 6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

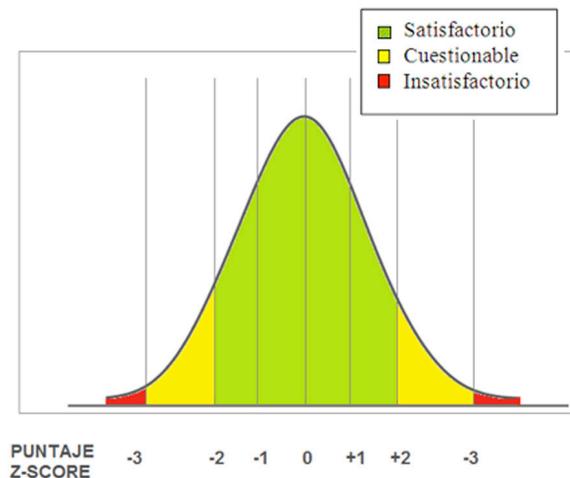
Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados y analizados estadísticamente. Para poder comparar los diferentes resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios, estos son transformados a valores estándares (Z-score). El Z-score estima el error que existe entre el resultado informado por el laboratorio participante y el valor asignado del material de ensayo, y la desviación estándar del ensayo de aptitud.

El valor asignado para la evaluación del analito, se obtuvo en base a los datos obtenidos del test de homogeneidad. Por lo tanto, la desviación estándar de la ronda, fue calculada en base al modelo estadístico de Horwitz.

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:

**Figura 1.**

Valor de Z-score y criterios de aceptabilidad



**[ Z ] ≤ 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 ] > 3:** el resultado del laboratorio es “no satisfactorio” o “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 DEL PEEC

### 7.1.- Datos

De los 11 laboratorios adscritos se obtuvo un 100% de respuesta general. Los resultados enviados por los participantes se presentan en la tabla N° 2 que se encuentra en los anexos.

### 7.2.- Técnicas y métodos

La técnica informada por los once laboratorios participantes para el análisis de ácido domoico (toxina amnésica) es Cromatografía Líquida HPLC-UV.

Se indican como métodos de referencia: Procedimiento del ISP PRT-711.04-079, CEN/TC 275 European Standard, AOAC 991.26, AOAC 2006.02 e IOC. Manuals and Guides N° 33, UNESCO 1995 y método in house. (Ver gráfico n°3)

## 8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

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

**Tabla N° 1:**

Resumen análisis estadístico muestra extracto de marisco

PARÁMETROS	RESULTADOS
n	11
Valor asignado, µg/mL	8,50
σ pt, µg/mL	0,985
N° anómalos	0

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 2 (en anexos) se señalan los z-score obtenidos.

Se presentan las gráficas de los z-score obtenidos por los laboratorios para la muestra. (Ver anexos gráfico N°1). Se presentan gráficas circulares para expresar porcentualmente los resultados satisfactorios obtenidos en cada caso (Ver gráfico N°2).

## 9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

Los laboratorios evaluados con desempeño satisfactorio Z-score ≤ 2 fueron diez (10) y un laboratorio (1) resultó con desempeño insatisfactorio. En anexos se presentan gráficamente los porcentajes (Ver gráfico N°2) de desempeño obtenido para la ronda, representación de z-score obtenido por los participantes y los métodos de referencia asociados a cada desempeño.

## 10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

---

- a) Un (1) laboratorio de los once (11) adscritos obtuvo un resultado insatisfactorio.
- b) Un 90,9 % de los laboratorios participantes que reportaron resultados, obtuvieron un desempeño satisfactorio, correspondiente a diez (10) laboratorios. En cambio sólo un (1) laboratorio obtuvo un desempeño insatisfactorio, equivalente a un 9,1 %.
- c) Para el laboratorio que cuente con un Z-Score en el rango insatisfactorio se recomienda evaluar el/los análisis de causa que dieron origen a la desviación de los resultados reportados, según lo definido en sus procedimientos.
- d) La versión final de este informe se encuentra publicado en [www.ispch.cl](http://www.ispch.cl).

## 11. REFERENCIAS

---

- 1. The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp 145-196.
- 2. Thompson, M., Ellison, S.L.R and Wood, R. 2006. The International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 78, pp 145-196.
- 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. NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud

## 12. ANEXOS

### Tabla N° 2.

Resultados reportados y z-score para muestra de extracto de marisco.

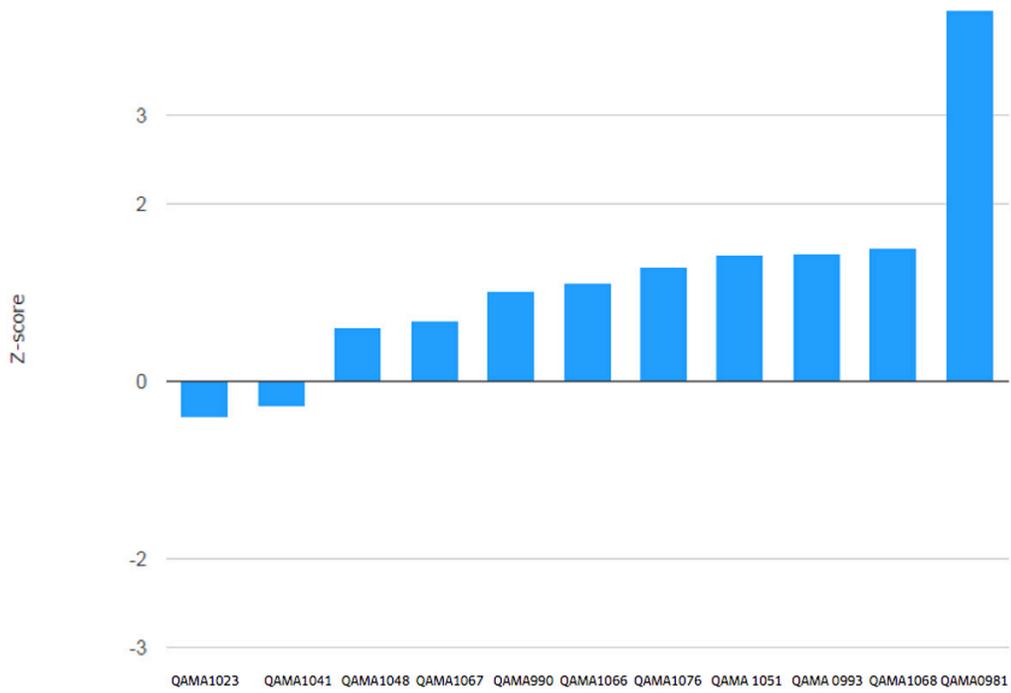
CIL	RESULTADOS μG / ML	Z-SCORE	EVALUACIÓN
QAMA 0981	12,62	+4,18	Insatisfactorio
QAMA 0990	9,50	+1,01	Satisfactorio
QAMA 0993	9,92	+1,44	Satisfactorio
QAMA 1023	8,10	-0,41	Satisfactorio
QAMA 1041	8,21	-0,29	Satisfactorio
QAMA 1048	9,10	+0,61	Satisfactorio
QAMA 1051	9,90	+1,42	Satisfactorio
QAMA 1066	9,58	+1,10	Satisfactorio
QAMA 1067	9,17	+0,68	Satisfactorio
QAMA 1068	9,98	+1,50	Satisfactorio
QAMA 1076	9,76	+1,28	Satisfactorio

\*: No envía resultados.

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

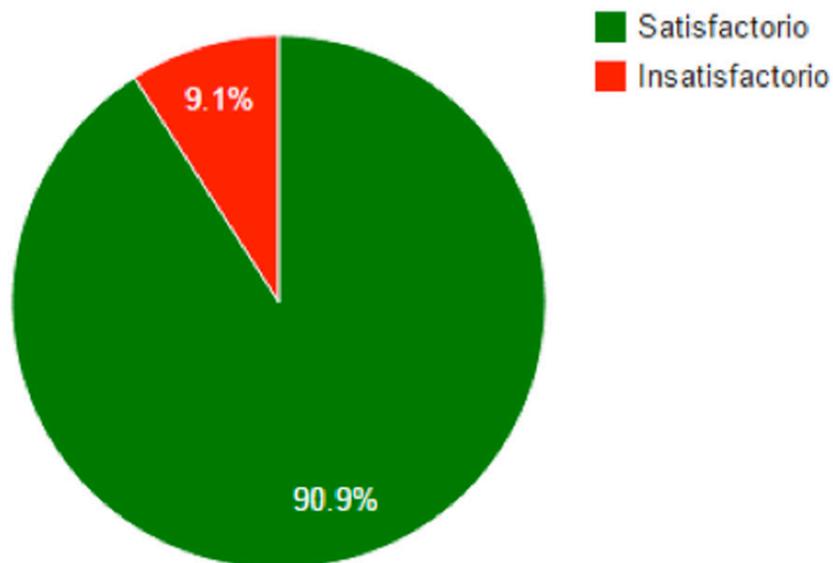
**Gráfico N° 1:**

Gráfico de distribución Z-score.



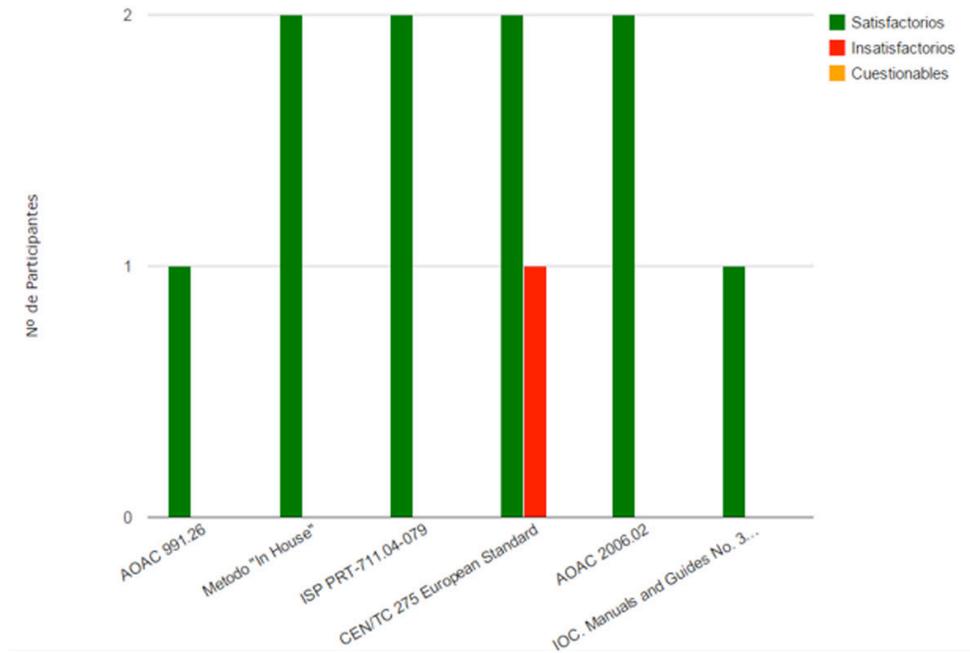
**Gráfico N° 2:**

Gráfico porcentual evaluación de desempeño- Muestra extracto de marisco



### Gráfico N° 3:

Gráfico de Evaluación de desempeño vs. Método de referencia.



### Gráfico N° 4:

Dispersión de los datos de acuerdo al sesgo ( $D$ =Diferencia)

