

SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:  
TOXINA AMNÉSICA

INFORME DE ENSAYO DE APTITUD  
PEEC- SP13-2009

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

Departamento Salud Ambiental  
Instituto de Salud Pública de Chile  
Avda. Marathón 1000, Ñuñoa  
Santiago de Chile

**Redactor Técnico:**

Q.F. Soraya Sandoval R.

[soraya@ispch.cl](mailto:soraya@ispch.cl)

Teléfono: (56)(2)3507526

Fax: (56)(2)3507589

## CONTENIDO

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

## 1. Lista de Participantes

---

CERPER S.A.  
La Perla, Perú

Laboratorio del Ambiente Aysén  
SEREMI de Salud Región de Aysén y Gral. C.J. del Campo  
Puerto Aysén, Chile

CERAM  
Universidad Austral de Chile  
Puerto Montt, Chile

Laboratorio del Ambiente  
SEREMI de Salud Región de Coquimbo  
La Serena, Chile

Japan Food Safety Center  
Santiago, Chile

Laboratorio del Ambiente Viña del Mar  
SEREMI de Salud región de Valparaíso  
Valparaíso, Chile

Laboratorio de Toxinas Marinas- Sede Santiago  
Universidad de Chile  
Santiago, Chile

Laboratorio del Ambiente Puerto Montt  
SEREMI de Salud Región de los Lagos  
Puerto Montt, Chile

Laboratorio de Toxinas Marinas- Sede Castro  
Universidad de Chile  
Castro, Chile

Laboratorio de Microbiología, Biología Molecular  
y Biotoxinas Marinas  
Instituto Tecnológico Pesquero del Perú ITP  
Callao, Perú

Sección Química de Alimentos y Nutrición  
Instituto de Salud Pública de Chile ISP  
Santiago, Chile

## 2. Responsables

Los profesionales que colaboraron en el desarrollo de este trabajo fueron:

- Q.F. Soraya Sandoval (Coordinador de Ensayos de Aptitud PEEC- Química Ambiental y de Alimentos)
- Ing. E. Amb. Marcelo Soto
- QF. Lorena Delgado
- T. Claudia Nuñez

## 3. Introducción

---

El presente informe corresponde a la evaluación de la Ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma 13 (SP13) "Determinación de Toxina Amnésica", 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 enviado al laboratorio fue una muestra de:

- a) Material de Ensayo PEEC: Corresponde a una muestra de extracto de marisco de MRC adquirido.

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el ensayo de aptitud, tipo interlaboratorios. Indicándose a los participantes que se debían cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo. Se recomendó a los participantes el uso de los métodos rutinarios del laboratorio para analizar la muestra de ensayo, así como incluir, si es posible, la muestra, dentro de una partida analítica. Además, se solicitó a los participantes que informarán el tipo de método analítico utilizado para la realización de cada ensayo.

El valor asignado al Material de Referencia Certificado de acuerdo a lo señalado en el certificado es:

ácido domoico	41 ± 2 ug/g
---------------	-------------

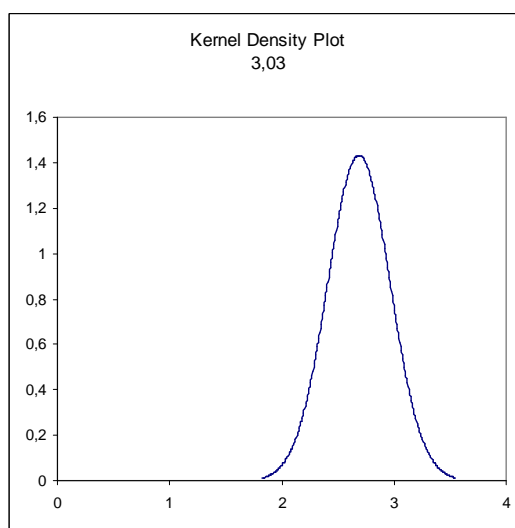
El MRC fue manipulado y el extracto elaborado de acuerdo a las instrucciones del proveedor por el Laboratorio de Toxinas Marinas del ISP, Laboratorio reconocido por la FDA como Laboratorio de Referencia para SERNAPESCA en el Programa de Sanidad de Moluscos Bivalvos para Estados Unidos.

Este material fue evaluado el test de homogeneidad, los resultados obtenidos fueron:

Lectura	$\mu\text{g/mL}$	$\mu\text{g ácido domoico /g tejido}$
1	2,70	35,04
2	2,67	34,65
3	2,66	34,52
4	2,67	34,65
5	2,68	34,78
6	2,69	34,91
7	2,69	34,91
8	2,69	34,91
9	2,69	34,91
10	2,71	35,17
11	2,71	35,17
12	2,70	35,04
<b>Promedio</b>	<b>2,69</b>	<b>34,89</b>
<b>CV%</b>	<b>0,59</b>	<b>0,59</b>

Para fines del ensayo de aptitud, el valor asignado se obtuvo del test de densidad de kernel realizado a los resultados informados por los laboratorios participantes. El valor obtenido del test de Kernel:

**Valor asignado en extracto de marisco : Ácido domoico 3,03  $\mu\text{g/mL}$**



## 5. Cronograma

---

Envío de material de ensayo	31/Julio/2009
Fecha límite de envío de resultados	28/Agosto/2009
Envío informe de ensayo de aptitud	2/Octubre/2009*

\* Reprogramación debido a la requerimientos de aduana en cuanto a la recepción de PEEC de laboratorios extranjeros participantes.

## 6. Análisis estadístico

---

Se evaluaron estadísticamente los datos anómalos en base al método estadístico de Grubbs. Una vez establecido los datos anómalos, sin ser estos excluidos, se procedió a realizar el análisis estadístico basado en el 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 del ensayo de aptitud. El z-score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:

$$Z = \frac{X - X_a}{\sigma_p}$$

Donde:

**Z**= Valor Z-score

**X**= Concentración reportada del analito en el material de ensayo

**X<sub>a</sub>**= Valor asignado o de referencia

**σ<sub>p</sub>** = Desviación estándar del ensayo de aptitud.

La desviación estándar del ensayo de aptitud, fue calculada en base al modelo estadístico de Horwitz. El valor de Horwitz es reconocido como un criterio de "adecuación para los fines establecidos" en los ensayos de aptitud.

$$\sigma = 0,02 c^{0.8495}$$

Donde:

**c** es la concentración expresada en fracción masa (%=10<sup>-2</sup>, mg/kg=10<sup>-4</sup>).

En cualquier grupo de datos con distribución normal (Ver figura 1), los z-scores deberán estar entre el rango de ± 2 a ± 3.

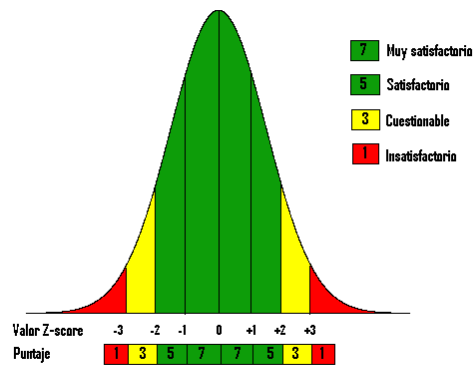


Figura 1

Los criterios de aceptabilidad, están definidos por el valor obtenido por cada laboratorio, que son clasificados de la siguiente manera:

$[ Z ] \leq 2$ : 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.

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.

## 7. Resultados informados por los participantes del PEEC

### 7.1.- DATOS

Los resultados enviados por los participantes se presentan en las tablas N° 2 que se encuentran en los anexos.

De los 11 laboratorios adscritos: un solo laboratorio no envió los resultados dentro del plazo establecido, lo que se expresa en un 91 % de respuesta en general.



## 7.2.- Métodos

Los métodos referenciados por los laboratorios para el análisis de toxina amnésica es a través de cromatografía líquida de alta resolución, haciendo referencia a la AOAC Internacional o basándose en Método de Qulliam et al.

## 8. Análisis estadístico de los resultados informados

---

En relación a la determinación de datos anómalos informados, la evaluación estadística reporto los siguientes resultados:

**TABLA N° 1: Resumen análisis estadístico muestra extracto de marisco**

	Ácido domoico
n	9
Valor asignado, µg/mL	3,03
$\sigma_p$	0,41
N° anómalos	1

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

Se realizaron los gráficos (ver anexos gráfico N°1) de dispersión lineal, sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios para cada analito. Indicándose los limites de satisfactorio y cuestionable.

Se realizaron gráficas circulares para expresar los resultados satisfactorios obtenidos en cada caso del análisis proximal en alimentos.

## 9. Evaluación de desempeño

---

El 89% de los laboratorios presento un resultado satisfactorio.

Los gráficos circulares de la evaluación de desempeño se encuentran en los anexos gráficos N° 2.

## 10. Comentarios y Sugerencias

---

- Sólo 1 laboratorio de los 11 laboratorios adscritos no envió sus resultados.
- Un solo laboratorio tuvo una evaluación insatisfactoria, con un valor de Z-Score muy superiores a [3] es importante que este evalúe las causas del error del resultado, desde el punto de vista de cálculos de resultados y analítico, a fin de realizar las correspondientes medidas correctivas.
- La versión oficial del presente informe se encuentra publicado en la página Web: [www.ispch.cl](http://www.ispch.cl)

## 11. Glosario

---

**Material de Referencia (MR):** Es el material o sustancia en el 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 o la asignación de valores a los materiales.

**Valor de Referencia:** Un valor que sirve como referencia de comparación previamente acordada y el cual deriva de:

A.- Un valor establecido o teórico, basado en principios científicos.

B.- Un valor asignado o certificado, basado en el trabajo experimental de algunas organizaciones nacionales e internacionales.

C.- Un valor consensuado o certificado, basado en el trabajo experimental colaborativo bajo el auspicio de un grupo científico o de ingeniería.

D.- Cuando a), b) y c) no están disponibles, la experimentación de una cantidad (mensurable), es decir, la medida de una población especificada de medidas.

**Desviación estándar ( $\sigma$ , *SD*):** Es la medida de cómo se dispersan los valores alrededor de la medida en la distribución de valores.

**z-score:** Puntuación estadística estándar, puntuación típica, puntuación de la Z. Corresponde a una puntuación estadística. El Z-score es el valor de una medida en un individuo dado comparado con un grupo similar, se calcula, en base a la media y la desviación estándar del grupo o el valor de referencia establecido, es decir, representa el número de DS por encima o debajo del valor medio o de referencia

## 12. Referencias

---

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

## 13. Anexos

---

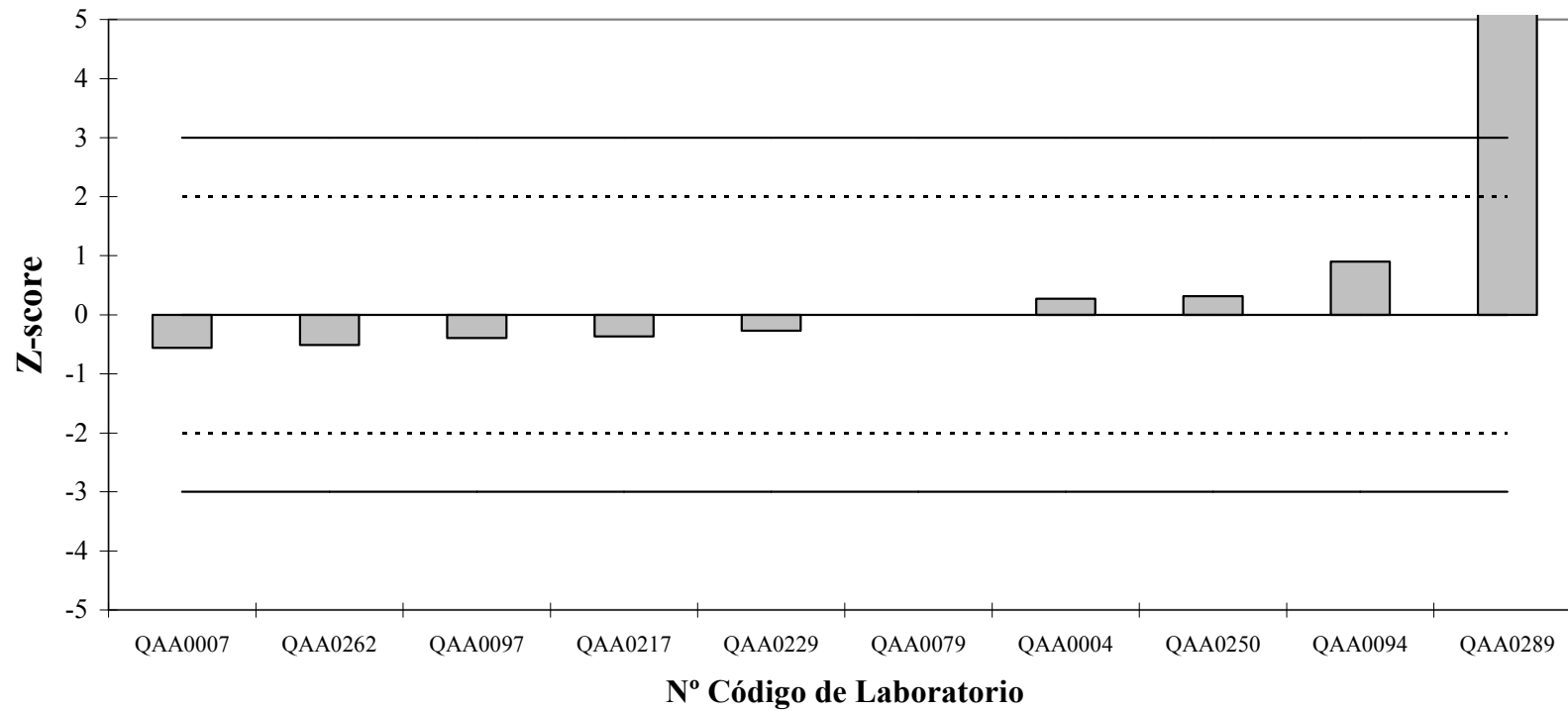
Tabla N° 2. Resultados promedios reportados por los laboratorios para muestra extracto de marisco

Código Laboratorio	N°	ácido domoico	Z-score	Evaluación
QAA0004	15	3,14	0,27	SATISFACTORIO
QAA0007	8	2,80	-0,56	SATISFACTORIO
QAA0025	*			
QAA0079	5	3,03	0,00	SATISFACTORIO
QAA0094	9	3,40	0,90	SATISFACTORIO
QAA0097	No indica	2,87		
QAA0217	12	2,88	-0,37	SATISFACTORIO
QAA0229	1	2,92	-0,27	SATISFACTORIO
QAA0250	2	3,16	0,32	SATISFACTORIO
QAA0262	10	2,82	-0,51	SATISFACTORIO
QAA0289	13	17,89	36,22	INSATISFACTORIO

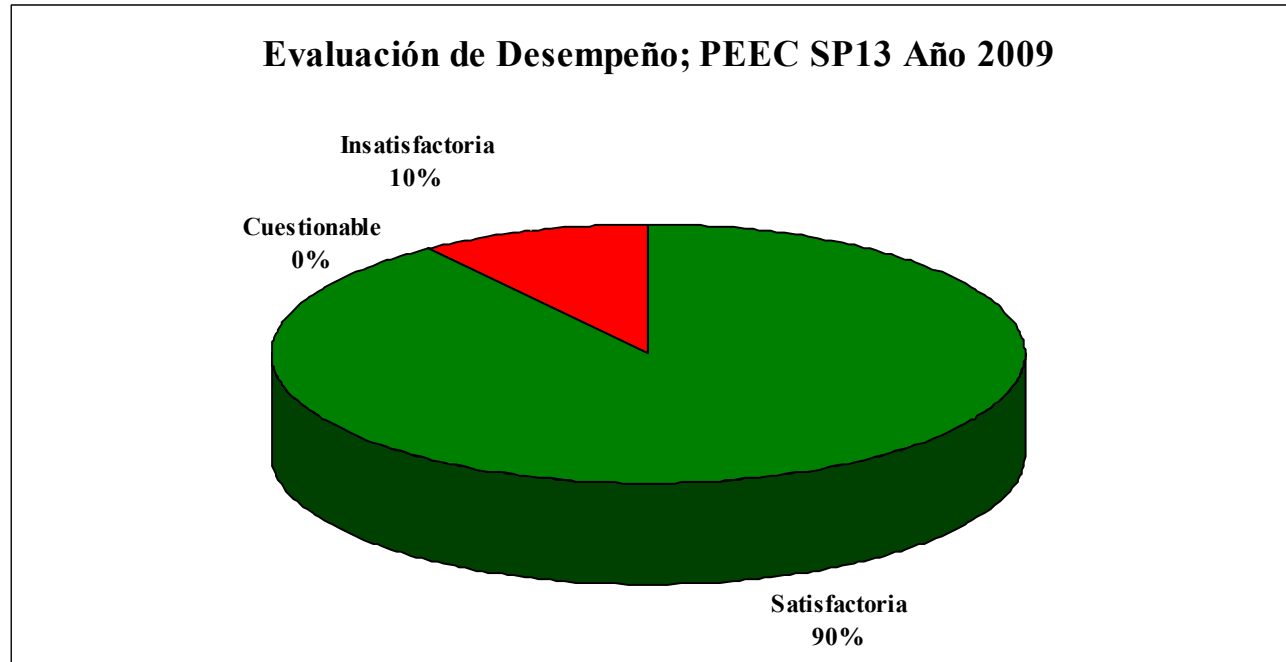
\*: No informa los resultados

Gráfico N° 1: Gráfico de distribución Z-score Muestra extracto de marisco

**Toxina Amnésica, Ronda PEEC, SP13-2009.**  
**Distribución de Z-score.**  
**Valor Asignado: 3,03 Unidades: ug/mL.**



**Gráfico N° 2:** Gráfico de Evaluación de Desempeño- Muestra Extracto de Marisco





**PEEC**

PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

