



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

PROGRAMA CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS (RESPEL): SUBPROGRAMA DETERMINACIÓN DE METALES EN RESIDUOS PELIGROSOS INORGÁNICOS.

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | SALUD AMBIENTAL | CÓDIGO RONDA-AÑO: SP12-2019 VERSIÓN: 00



RG-03-IT-751.01-002.
Versión 2.
Fecha 15/07/2019

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: SP12-2019

Fecha: 30/09/2019

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 METALES EN RESIDUOS PELIGROSOS INORGÁNICOS

CONTENIDO

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

1. LISTADO DE PARTICIPANTES CONTENIDO

ALS LIFE SCIENCES CHILE S.A.	COLINA
ANDES ANALYTICAL ASSAY	QUILICURA
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALITICOS	CORONEL
LABORATORIO ENVIROMENTAL SERVICES DE SGS CHILE, SEDE SANTIAGO	PUDAHUEL

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:

- Tec. Gabriel Zambrano Muñoz (Preparación, embalaje y etiquetado de ítemes de ensayo)
- Ing. Karina González Navea (Revisión Informe)
- Ing. Marcelo Soto Varas (Revisión Informe y V°B° Jefatura de Sección)

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación del ensayo de intercomparación del Subprograma "DETERMINACIÓN DE METALES EN RESIDUOS PELIGROSOS INORGÁNICOS". Este ensayo corresponde a la cuantificación de metales en ResPel de suelo o sedimento contaminado, de un material adquirido por la Coordinación de Ensayos de Aptitud y corresponde a una herramienta utilizada para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en laboratorios de ensayos que realizan análisis de Residuos Peligrosos Inorgánicos. 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 Reglamento Sanitario sobre Manejo de Residuos Peligrosos D.S. 148/2003 MINSAL.

4. MATERIAL DE ENSAYO

El ítem de ensayo enviado contiene aproximadamente 100 gramos de suelo o sedimento para determinación de cuantitativa de metales de los analitos Arsénico, Bario, Cadmio, Cromo, Mercurio, Plata, Plomo y Selenio, envasada en de vidrio ámbar y tapa rosca previamente acondicionado, sellado, etiquetada y codificada.

Tabla N°1:

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

Componente/Analito	Valor Asignado (mg/L) $\pm U_{(k=2)}$ (mg/L)	Trazabilidad
Arsénico	6,69 \pm 0,221	No aplica
Bario	45,1 \pm 1,16	No aplica

Cadmio	43,1 ± 2,31	No aplica
Cromo	0,104 ± 0,0102	No aplica
Mercurio	0,459 ± 0,0475	No aplica
Plata	0,0349 ± 0,00336	No aplica
Plomo	3,23 ± 0,460	No aplica
Selenio	42,6 ± 1,73	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.

5. CRONOGRAMA

- 5.1. **Envío de material de ensayo**
09 / 07 / 2019
- 5.2. **Fecha límite de envío de resultados de los laboratorios participantes (Plazo de respuesta)**
16 / 08 / 2019
- 5.3. **Fecha publicación informe parcial en Portal PEEC**
05 / 09 / 2019

6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados.

El análisis estadístico se basó en asignación de valor por certificado y desviación estándar calculada por Horwitz.

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

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:

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

Dónde;

z: Valor z, z-score

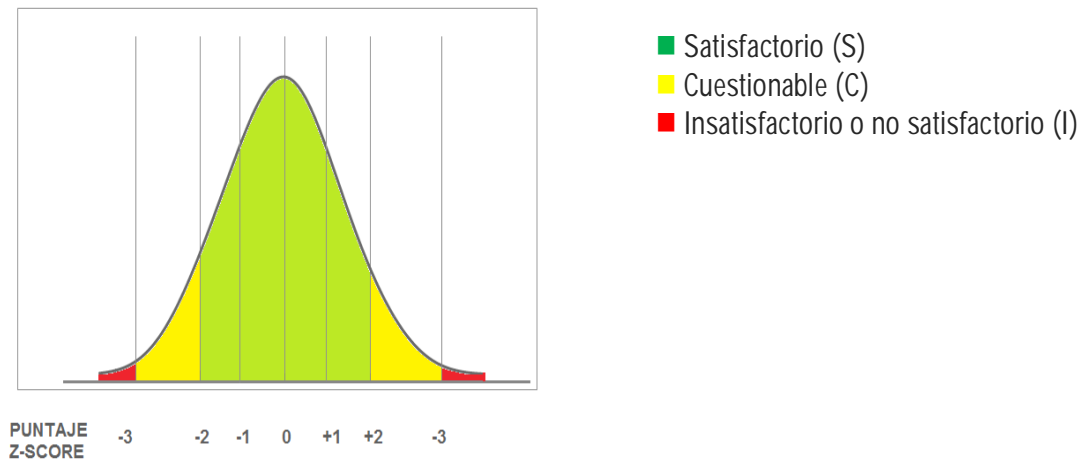
x: Resultado del participante

X: Valor asignado

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

Figura1.

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 a partir de la N° 3 (ver anexo). De los 4 laboratorios adscritos, el 100 % enviaron resultados de al menos un parámetro (analito).

Se solicitó a los laboratorios reportar sus resultados con 3 decimales para todos los analitos.

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:

- a) Para determinación de todos los analitos utilizan el método de Referencia EPA 1311.
b) Las Técnicas utilizadas para los analitos son: EAA-Llama / Digestión vía Húmeda, ICP-OES / Digestión Microondas, ICP-MA / Digestión vía Húmeda, EAA- Generación de Hidruros y EAA – Vapor frío.

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° 2:A)

Resumen análisis estadístico para la evaluación de desempeño

Parámetros	Arsénico	Bario	Cadmio	Cromo
	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)
N° datos reportados (<i>n</i>)	4	4	4	4
Valor asignado (<i>X</i>)	6,690	45,100	43,100	0,104
Desviación estándar ensayo de aptitud ($\hat{\sigma}$)	0,804	4,067	3,914	0,023
N° valores anómalos	No aplica	No aplica	No aplica	No aplica

Tabla N° 2:B)

Resumen análisis estadístico para la evaluación de desempeño

Parámetros	Mercurio	Plata	Plomo	Selenio
	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)
N° datos reportados (<i>n</i>)	4	3	4	4
Valor asignado (<i>X</i>)	0,460	0,030	3,230	42,600
Desviación estándar ensayo de aptitud ($\hat{\sigma}$)	0,083	0,009	0,433	3,875
N° valores anómalos	No aplica	No aplica	No aplica	No aplica

En relación a los datos de las tablas N° 2 A) y B), para fines de la evaluación de desempeño para los analitos el valor asignado fue establecido por certificado y la desviación estándar del ensayo de aptitud por Horwitz.

En las tablas a partir de la N° 3, 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° 2 del presente informe.

La calificación de z-score alcanzada y evaluación de desempeño respecto de la evaluación de análisis de metales en ResPel, se puede observar a partir de la tabla N°3, (ver anexo).

Los gráficos circulares de la evaluación de desempeño global por cada analito, la evaluación de

desempeño de cada 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 4 laboratorios adscrito para esta ronda, el 100% envió resultados al menos para un parámetro.
- b) El 100% de los laboratorios participantes envió sus resultados para los analitos Arsénico, Bario, Cadmio, Cromo, Mercurio, Plomo y Selenio.
- c) El 75% de los laboratorios participantes envió sus resultados para el analito Plata.
- d) Se observa que respecto del año anterior el desempeño para los analitos Arsénico, Bario y Selenio se ha mantenido el 100% de satisfactoriedad.
- e) Se observa que respecto del año anterior el desempeño para el analito Cadmio ha disminuido de un 100% a un 75% de satisfactoriedad.
- f) Se observa que respecto del año anterior el desempeño para el analito Plomo se ha mantenido el 50% de satisfactoriedad y ha aumentado de un 16,7% a un 25% la nsatisfactoriedad.
- g) Se observa que respecto del año anterior el desempeño para los analitos Cromo y Plata ha aumentado al 100% de satisfactoriedad.
- h) Se observa que respecto del año anterior el desempeño para el analito Mercurio ha aumentado al 75% de satisfactoriedad y los resultados insatisfactorios han disminuido a un 25%.
- i) 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 o insatisfactorios, así como también cuando se observen tendencias por defecto o exceso para determinado(s) analito(s). (Cuando corresponda uno o el otro, o bien ambos).
- j) 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 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 (2006)*. Pure Appl. Chem. Vol78, pp. 145-196.

12. ANEXOS

Tabla N° 3

Resultados de Arsénico reportados, valores de z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1749	6,444	-0,31	Satisfactoria
QAMA1770	6,995	0,38	Satisfactoria
QAMA1778	5,231	-1,81	Satisfactoria
QAMA1786	6,900	0,26	Satisfactoria

Tabla N° 4

Resultados de Bario reportados, valores de z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1749	46,460	0,33	Satisfactoria
QAMA1770	43,835	-0,31	Satisfactoria
QAMA1778	49,783	1,15	Satisfactoria
QAMA1786	45,000	-0,02	Satisfactoria

Tabla N° 5

Resultados de Cadmio reportados, valores de z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1749	46,275	0,81	Satisfactoria
QAMA1770	44,250	0,29	Satisfactoria

QAMA1778	9,552	-8,57	Insatisfactoria
QAMA1786	46,500	0,87	Satisfactoria

Tabla N° 6

Resultados de Cromo reportados, valores de z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1749	0,105	0,04	Satisfactoria
QAMA1770	0,083	-0,90	Satisfactoria
QAMA1778	0,090	-0,60	Satisfactoria
QAMA1786	0,110	0,26	Satisfactoria

Tabla N° 7

Resultados de Mercurio reportados, valores de z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1749	0,444	-0,18	Satisfactoria
QAMA1770	0,406	-0,64	Satisfactoria
QAMA1778	0,099	-4,36	Insatisfactoria
QAMA1786	0,390	-0,84	Satisfactoria

Tabla N° 8

Resultados de Plata reportados, valores de z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1749	0,044	0,98	Satisfactoria
QAMA1770	0,034	-0,10	Satisfactoria
QAMA1778	*	*	*
QAMA1786	0,035	0,01	Satisfactoria

*: No reporta resultados

Tabla N° 9

Resultados de Plomo reportados, valores de z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1749	3,013	-0,50	Satisfactoria
QAMA1770	4,216	2,28	Cuestionable
QAMA1778	0,069	-7,30	Insatisfactoria
QAMA1786	3,000	-0,53	Satisfactoria

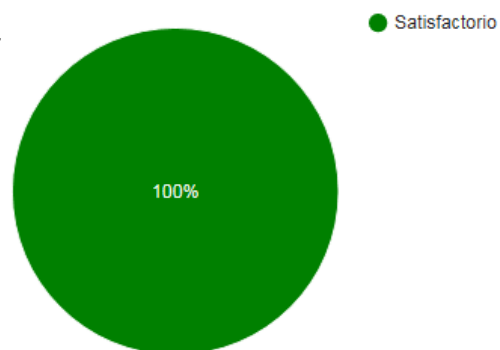
Tabla N° 10

Resultados de Selenio reportados, valores de z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1749	42,725	0,03	Satisfactoria
QAMA1770	39,759	-0,73	Satisfactoria
QAMA1778	48,050	1,41	Satisfactoria
QAMA1786	45,600	0,77	Satisfactoria

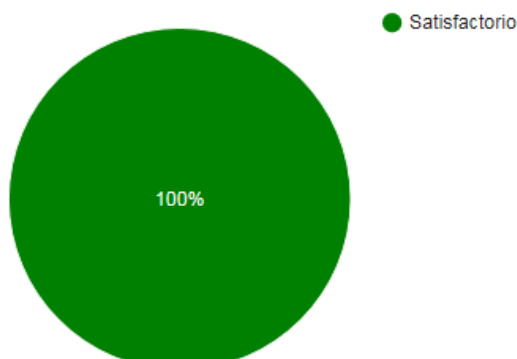
GRÁFICA N° 1

Evaluación de desempeño de Arsénico.



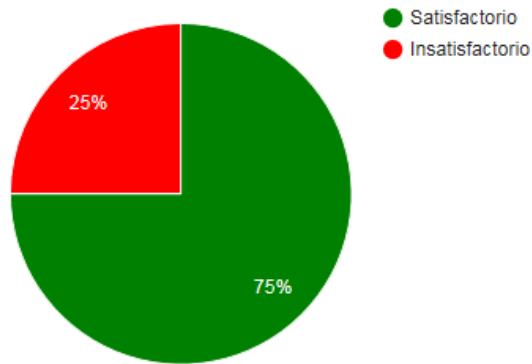
GRÁFICA N° 2

Evaluación de desempeño de Bario.



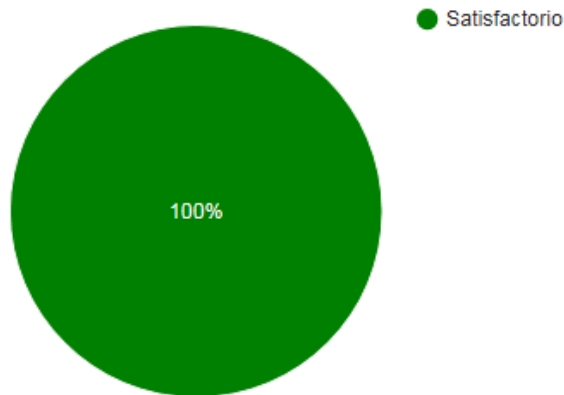
GRÁFICA N° 3

Evaluación de desempeño de Cadmio.



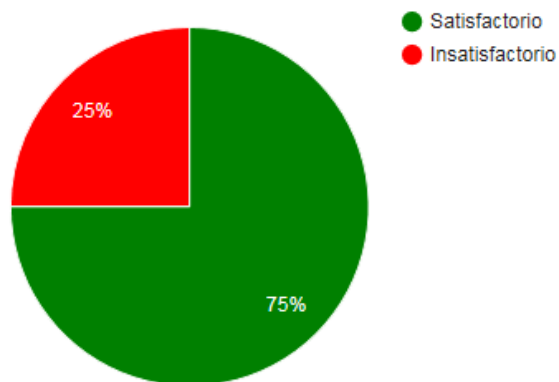
GRÁFICA N° 4

Evaluación de desempeño de Cromo.



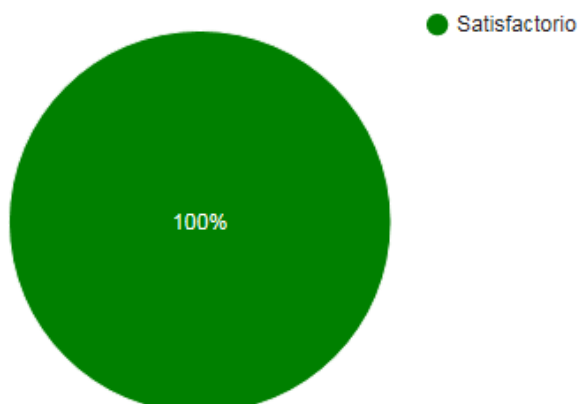
GRÁFICA N° 5

Evaluación de desempeño de Mercurio.



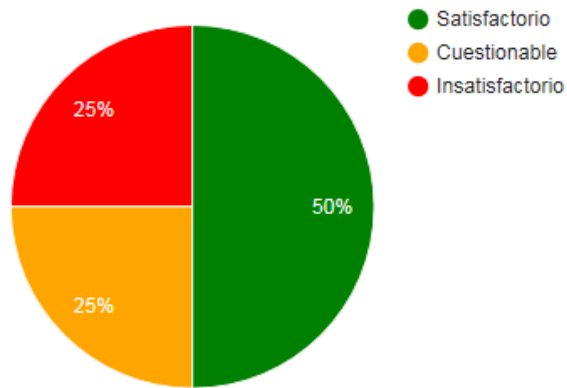
GRÁFICA N° 6

Evaluación de desempeño de Plata.



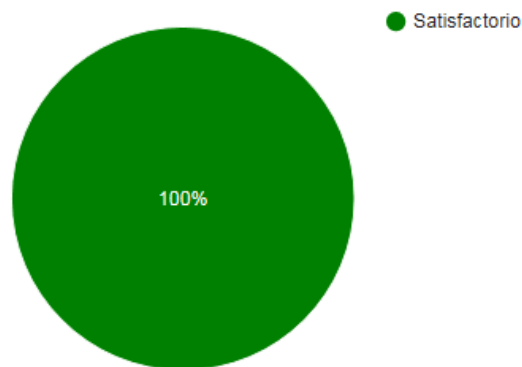
GRÁFICA N° 7

Evaluación de desempeño de Plomo.



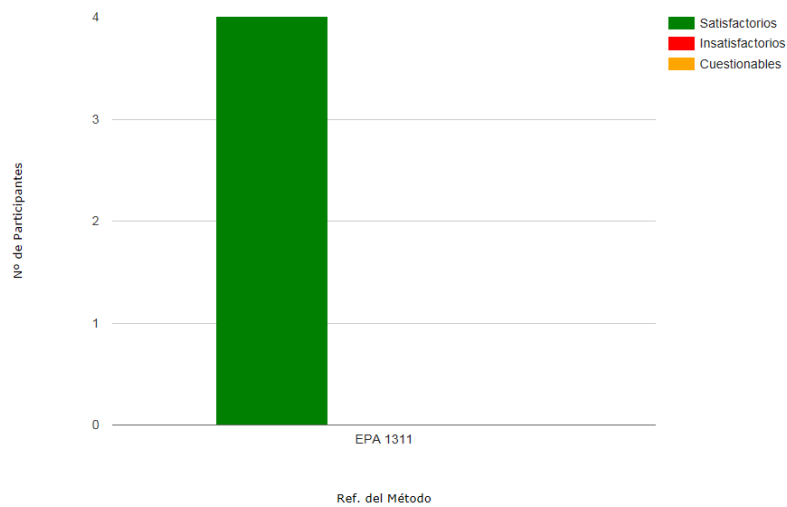
GRÁFICA N° 8

Evaluación de desempeño de Selenio.



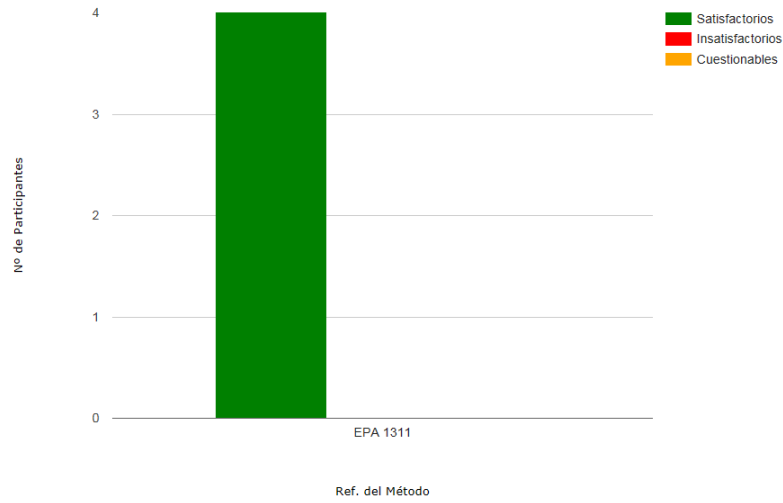
GRÁFICA N° 9.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorio para determinación de Arsénico.



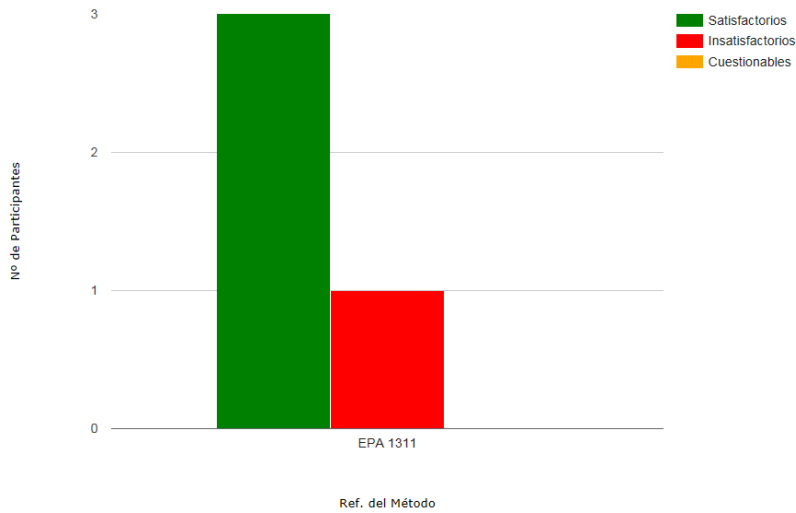
GRÁFICA N° 10.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorio para determinación de Bario.



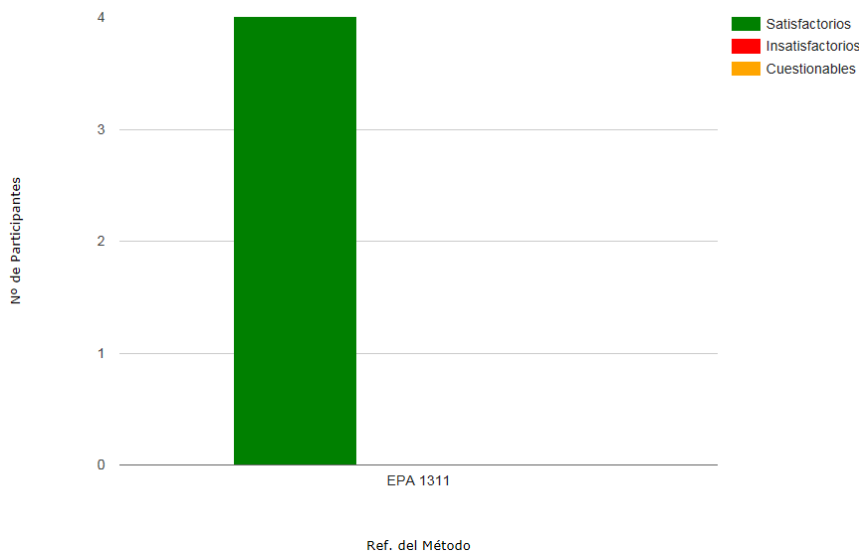
GRÁFICA N° 11.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorio para determinación de Cadmio.



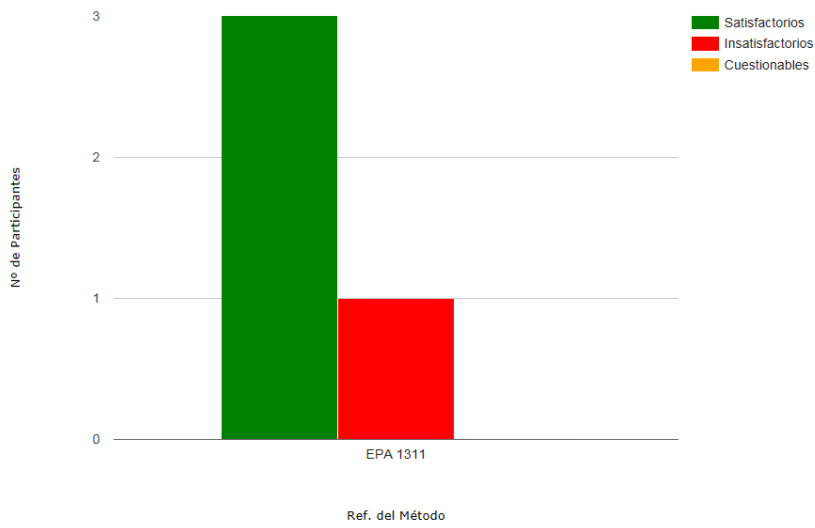
GRÁFICA N° 12.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorio para determinación de Cromo.



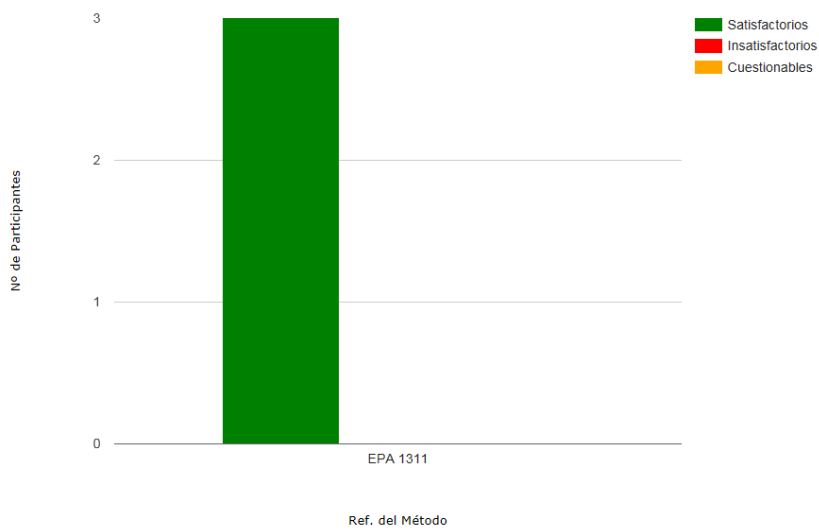
GRÁFICA N° 13.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorio para determinación de Mercurio



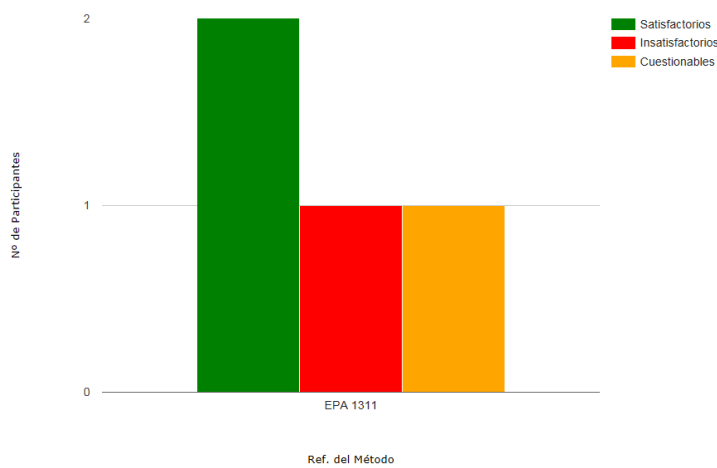
GRÁFICA N° 14.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorio para determinación de Plata.



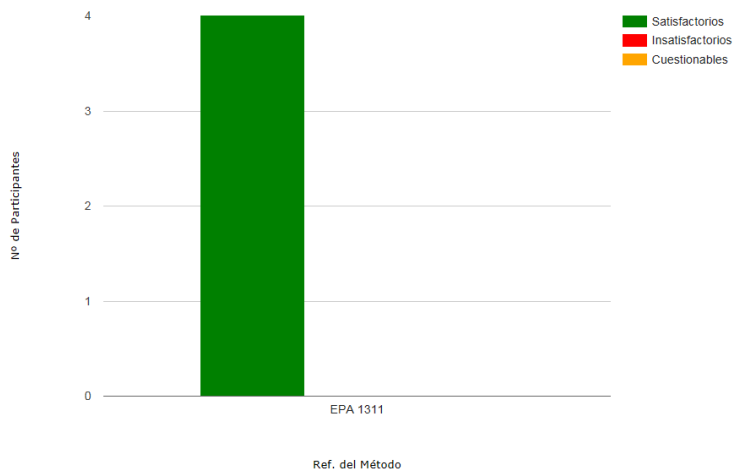
GRÁFICA N° 15.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorio para determinación de Plomo.



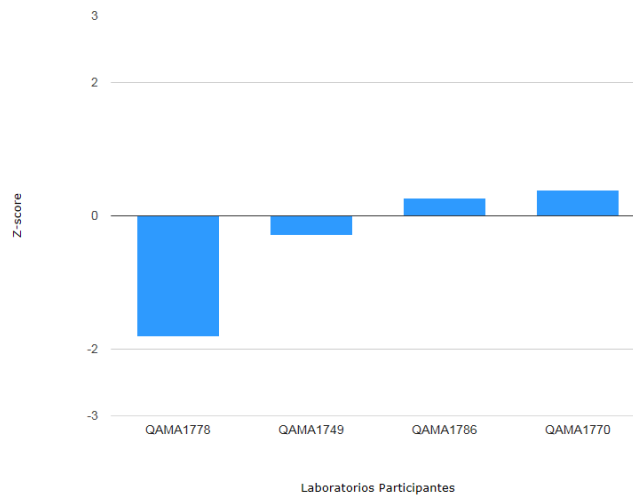
GRÁFICA N° 16.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorio para determinación de Selenio.



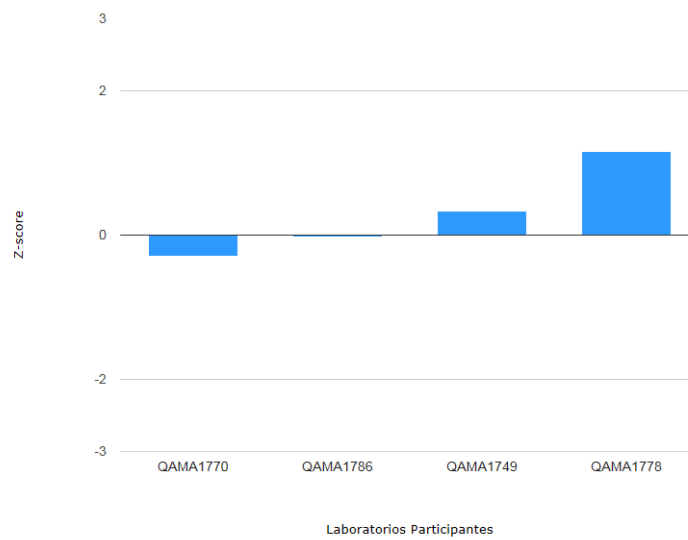
GRÁFICA N° 17.

Distribución de z-score para determinación de Arsénico.

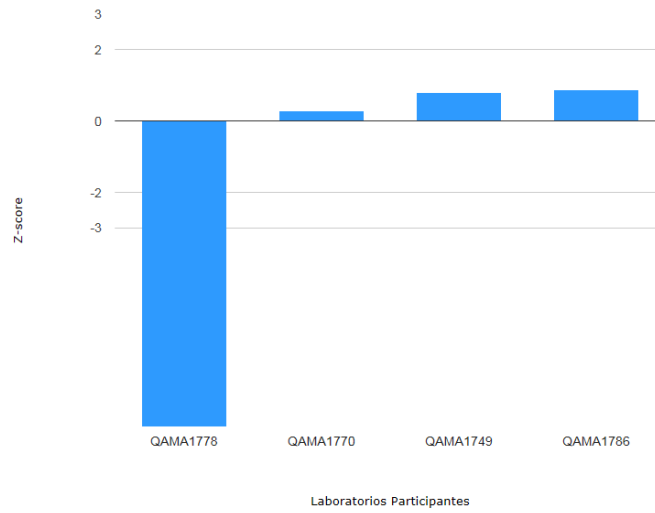


GRÁFICA N° 18.

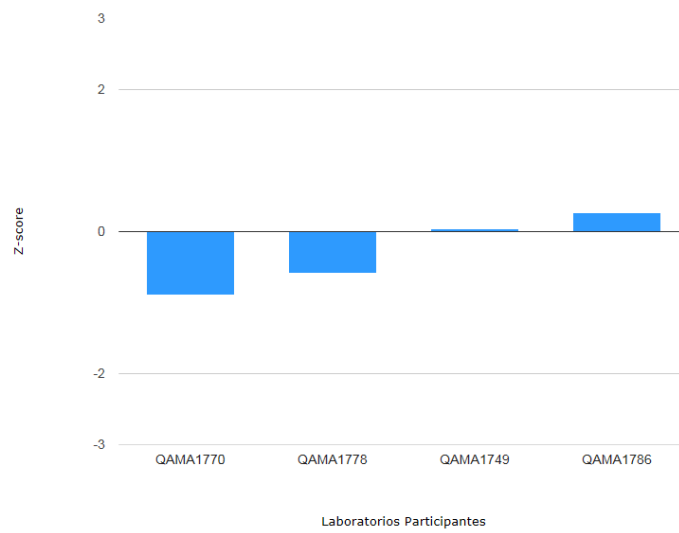
Distribución de z-score para determinación de Bario.



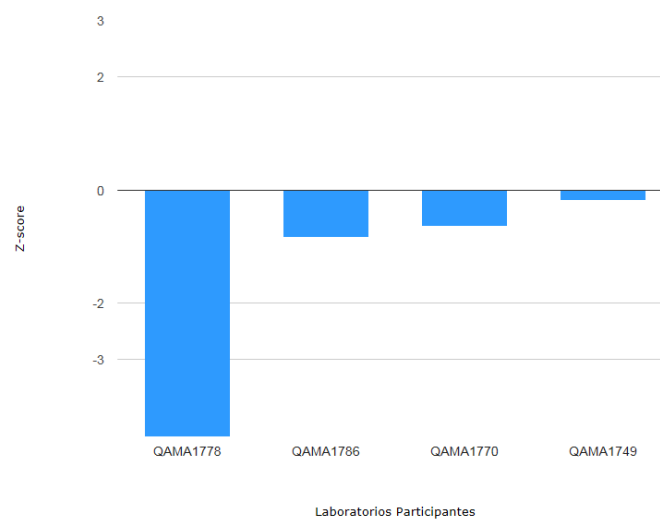
GRÁFICA N° 19.
Distribución de z-score para determinación de Cadmio.



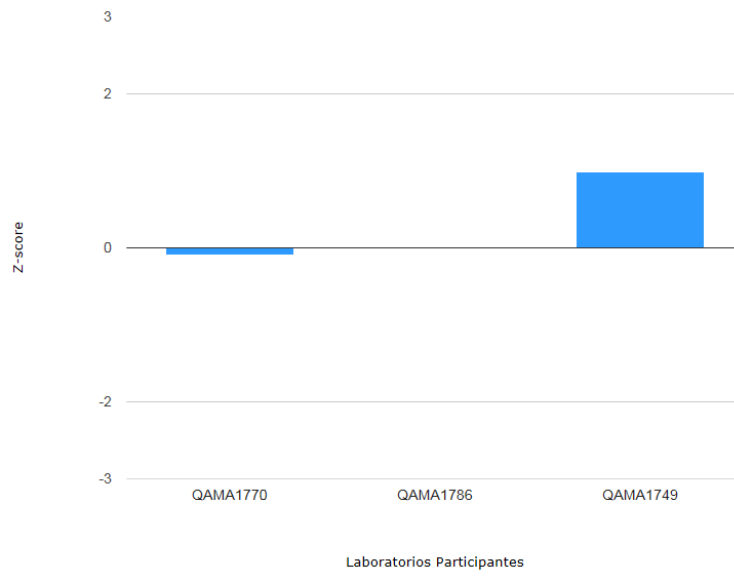
GRÁFICA N° 20.
Distribución de z-score para determinación de Cromo.



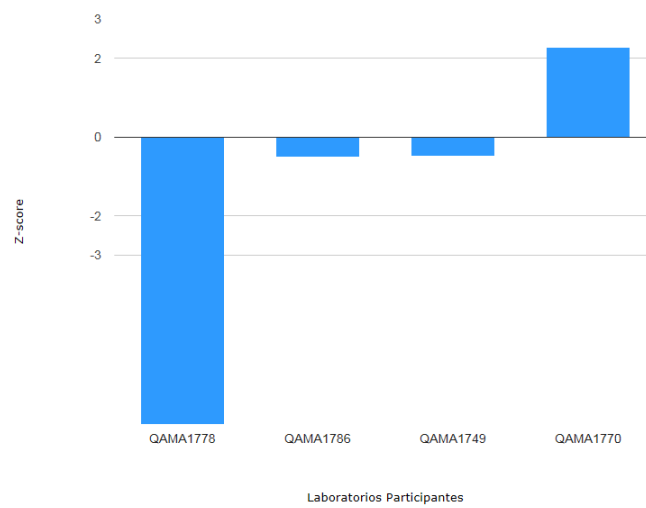
GRÁFICA N° 21.
Distribución de z-score para determinación de Mercurio.



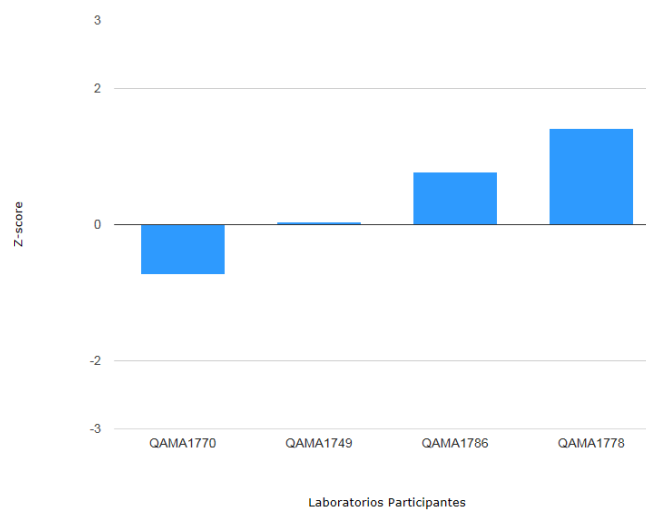
GRÁFICA N° 22.
Distribución de z-score para determinación de Plata.



GRÁFICA N° 23.
Distribución de z-score para determinación de Plomo.

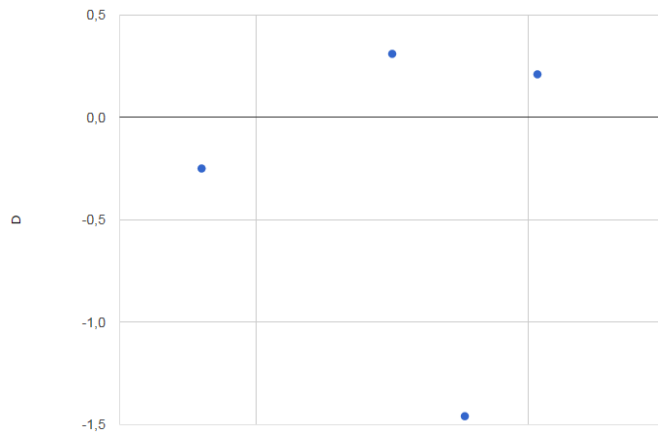


GRÁFICA N° 24.
Distribución de z-score para determinación de Selenio.



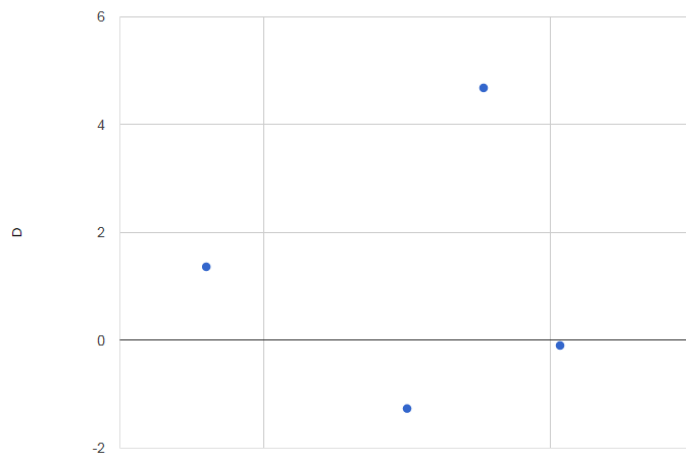
GRÁFICA N° 25.

Dispersión de datos para determinación de Arsénico.



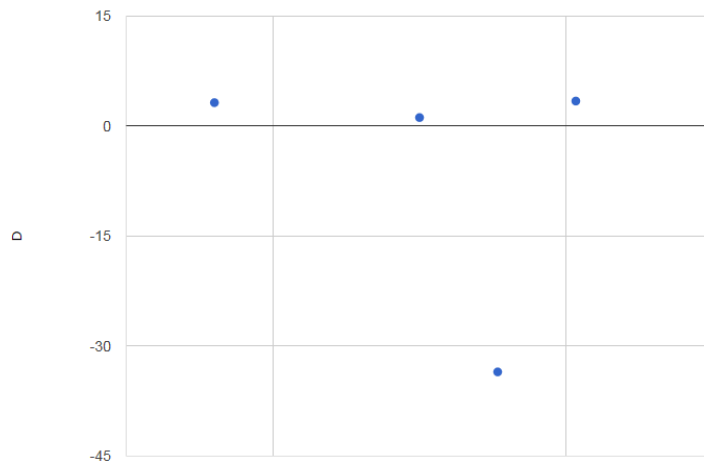
GRÁFICA N° 26.

Dispersión de datos para determinación de Bario.



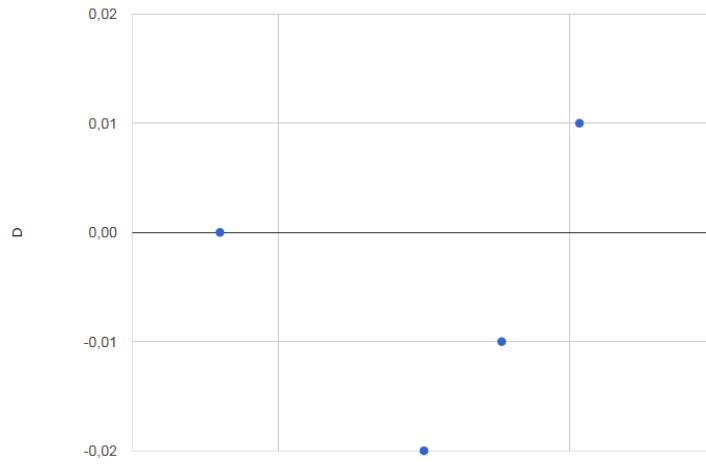
GRÁFICA N° 27.

Dispersión de datos para determinación de Cadmio.



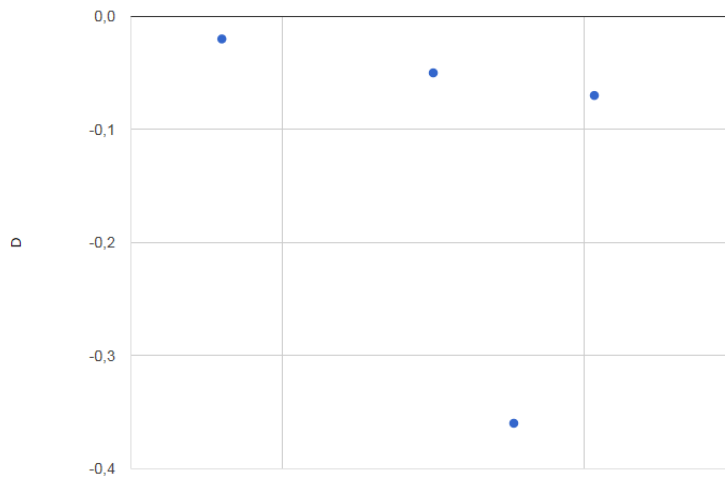
GRÁFICA N° 28.

Dispersión de datos para determinación de Cromo.



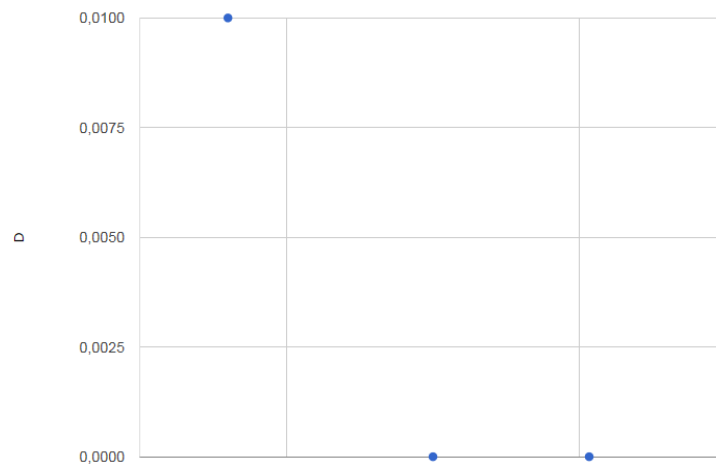
GRÁFICA N° 29.

Dispersión de datos para determinación de Mercurio.



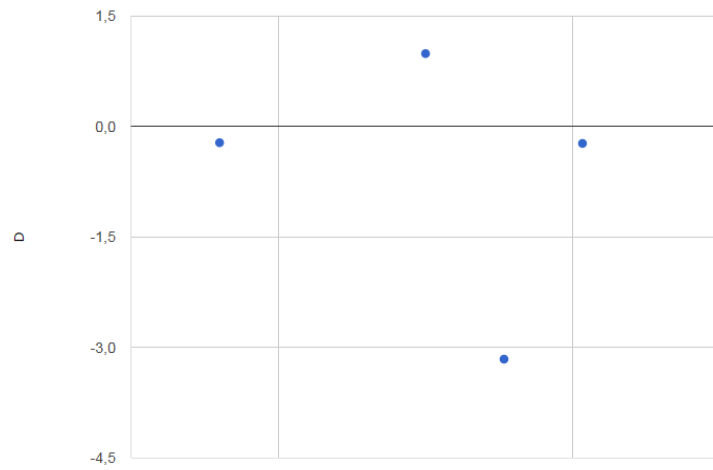
GRÁFICA N° 30.

Dispersión de datos para determinación de Plata.



GRÁFICA N° 31.

Dispersión de datos para determinación de Plomo.



GRÁFICA N° 32.

Dispersión de datos para determinación de Selenio.

