



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

PROGRAMA CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS (ResPel): SUBPROGRAMA DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS EN RESIDUOS PELIGROSOS ORGÁNICOS

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | SALUD AMBIENTAL | CÓDIGO RONDA-AÑO: SP11-2019 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: SP11-2019

Fecha: 06/09/2019

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 COMPUESTOS EN RESIDUOS PELIGROSOS ORGÁNICOS

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

A objeto de resguardar la confidencialidad debido al número de participantes adscritos (2), no se indicará en este informe los laboratorios participantes.

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 ítems de ensayo)
- Ing. Karina González Navea (Revisión Informe)
- Ing. Marcelo Soto Varas (Revisión Informe)

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación del ensayo de intercomparación del Subprograma "DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS EN RESIDUOS PELIGROSOS ORGÁNICOS". Este ensayo corresponde a la cuantificación de compuestos orgánicos en muestra de ResPel de suelo, 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 ResPel. 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 50 gramos de 2 muestra (muestra y contramuestra) para determinación cuantitativa de los analitos Nitrobenceno, 2,4-Dinitrotolueno (2,4-DNT), Gamma-BHC (lindano, gamma-hexaclorociclohexano y 2,4-D Total, envasada en un envase de vidrio ámbar previamente acondicionado, sellado, etiquetado y codificado.

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
Nitrobenceno	12,200 \pm 1,060	No aplica
2,4 – Dinitrotolueno (2,4-DNT)	0,619 \pm 0,028	No aplica
Gamma – BHC (lindano)	1,280 \pm 0,234	No aplica
2,4 – D Total	67,100 \pm 3,380	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**
02 / 07 / 2019
- 5.2. **Fecha límite de envío de resultados de los laboratorios participantes (Plazo de respuesta)**
25 / 07 / 2019
- 5.3. **Fecha publicación informe parcial en Portal PEEC**
16 / 08 / 2019

6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

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

El análisis estadístico se basó en el valor establecido por certificado con desviación estándar obtenida 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

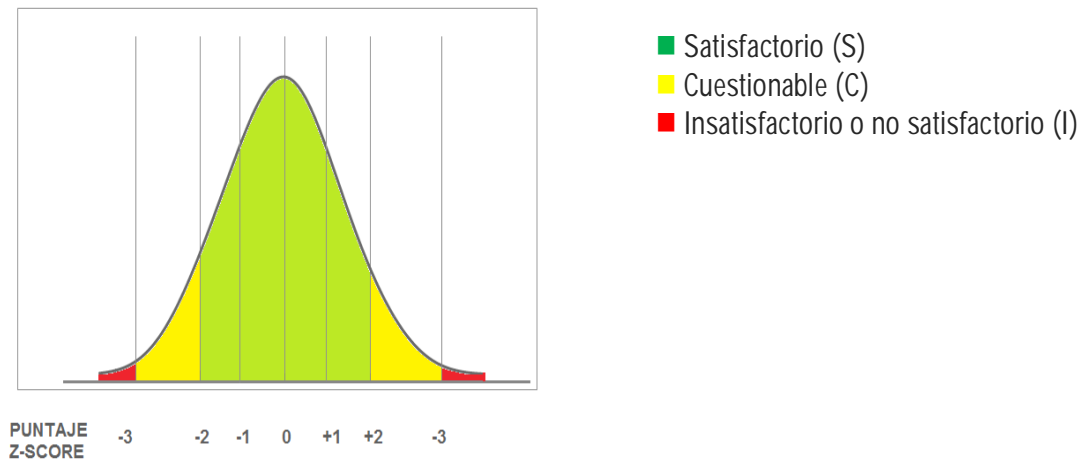
x: Resultado del participante

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 N° 3, 4, 5 y 6 (ver anexo). De los 2 laboratorios adscritos, el 100 % enviaron resultados de al menos un parámetro (analito).

Se solicitó a los laboratorios reportar sus resultados con 1 decimal para los cuatro 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 Nitrobenceno utilizan el método de referencia EPA 8270 por Cromatografía CG-MS.
- b) Para determinación de 2,4 - DNT utilizan el método de referencia EPA 8270 por Cromatografía CG-MS.
- c) Para determinación de gamma - BHC utilizan el método de referencia EPA 1311 por Cromatografía CG-ECD.
- d) Para determinación de 2,4 - D Total utilizan el método de referencia EPA 8270 por Cromatografía CG-ECD.

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:
Resumen análisis estadístico para la evaluación de desempeño.

Parámetros	Nitrobenceno	2,4 - Dinitrotolueno	Gamma - BHC	2,4 - D Total
	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)
N° datos reportados (<i>n</i>)	1	2	1	1
Valor asignado (<i>X</i>)	12,2	0,6	1,3	67,1
Desviación estándar ensayo de aptitud ($\hat{\sigma}$)	1,339	0,106	0,197	5,700
N° valores anómalos	No aplica	No aplica	No aplica	No aplica

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

En las tablas N° 3, 4, 5 y 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° 2 del presente informe.

La calificación de z-score alcanzada y evaluación de desempeño respecto de la evaluación de análisis de compuestos orgánicos en matriz ResPel, se puede observar en las tablas N°3, 4, 5 y 6, (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 2 laboratorios adscrito para esta ronda, el 100% envió resultados al menos para un parámetro.
- b) El 50% de los laboratorios participantes envió sus resultados para el analito Nitrobenceno.
- c) el 50% de los laboratorios participantes envió sus resultados para el analito 2,4 – D Total.
- d) el 50% de los laboratorios participantes envió sus resultados para el analito gamma – BHC.
- e) el 100% de los laboratorios participantes envió sus resultados para el analito 2,4 Dinitrotolueno.
- f) Se observa que respecto del año anterior el desempeño para los analitos Nitrobenceno y 2,4 d Total ha aumentado al 100% de satisfactoriedad.
- g) 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.*
6. NCh-ISO 22117 Microbiología de los alimentos para consumo humano y animal-Requisitos específicos y directrices para los ensayos de aptitud por comparaciones interlaboratorios.

12. ANEXOS

Tabla N° 3.

Resultados de Nitrobenzeno reportados, valores de Z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1750	11,2	-0,77	Satisfactoria
QAMA1778	*	*	*

*: No reporta resultados

Tabla N° 4.

Resultados de 2,4 - Dinitrotolueno reportados, valores de Z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1750	0,6	0,21	Satisfactoria
QAMA1778	0,6	-0,62	Satisfactoria

*: No reporta resultados

Tabla N° 5.

Resultados de gamma - BHC (Lindano) reportados, valores de Z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1750	1,1	-0,81	Satisfactoria
QAMA1778	*	*	*

*: No reporta resultados

Tabla N° 6.

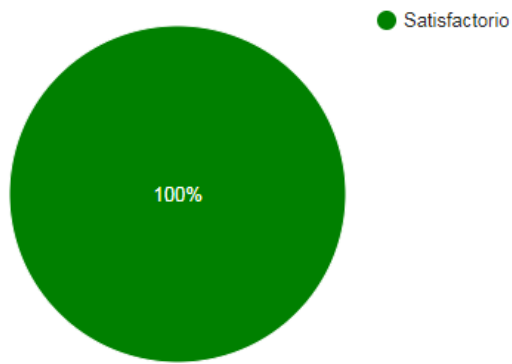
Resultados de 2,4 - D Total reportados, valores de Z-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultados Unidades mg/L	z-score	Evaluación de desempeño
QAMA1750	*	*	*
QAMA1778	65,0	-0,37	Satisfactoria

*: No reporta resultados

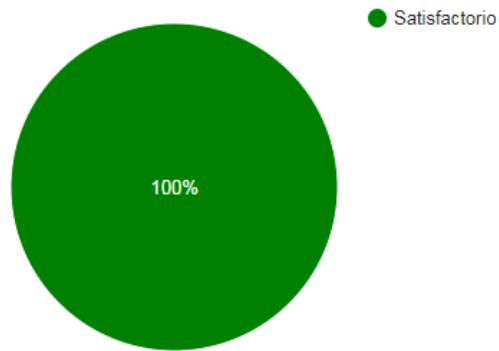
GRÁFICA N° 1.

Evaluación de desempeño de Nitrobenceno.



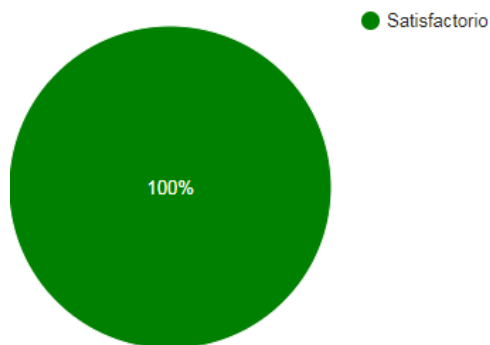
GRÁFICA N° 2.

Evaluación de desempeño de 1,4 – Dinitrotolueno.



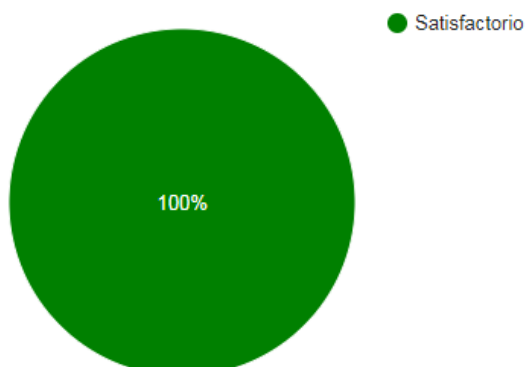
GRÁFICA N° 3.

Evaluación de desempeño de gamma – BHC (Lindano).



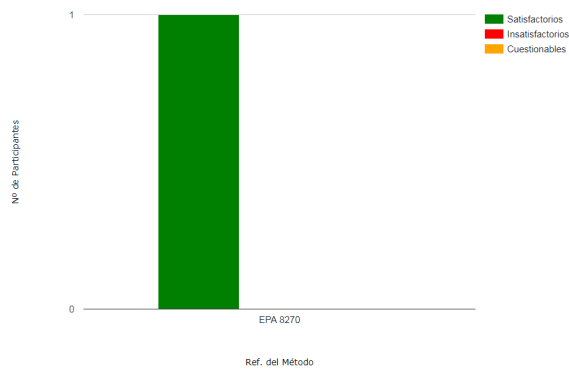
GRÁFICA N° 4.

Evaluación de desempeño de 2,4 – D Total.



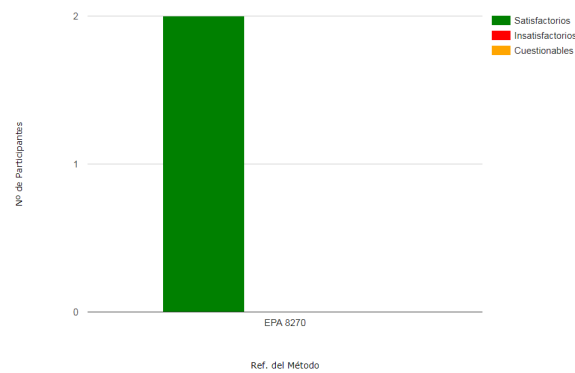
GRÁFICA N° 5.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorios para determinación de Nitrobenceno.



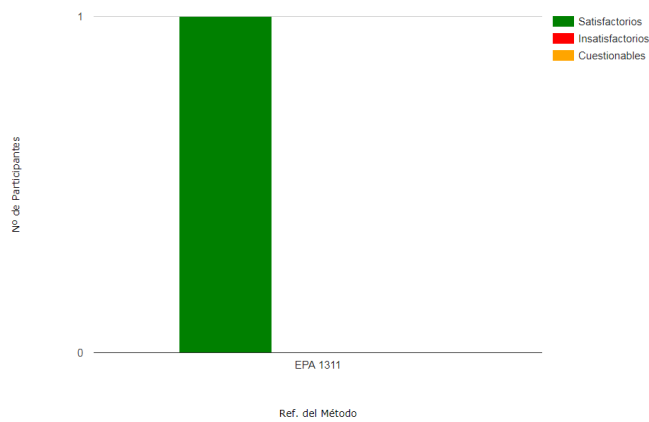
GRÁFICA N° 6.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorios para determinación de 2,4 – Dinitrotolueno.



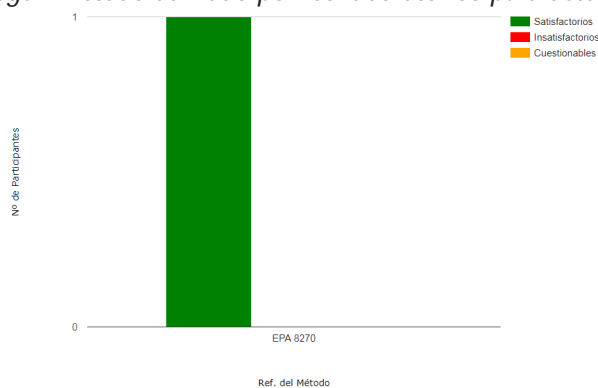
GRÁFICA N° 7.

Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorios para determinación de gamma-BHC (Lindano).

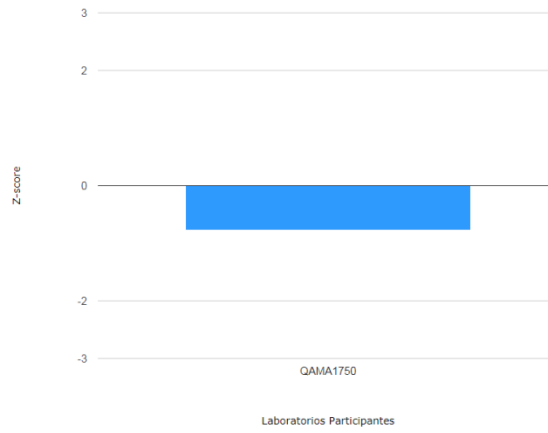


GRÁFICA N° 8.

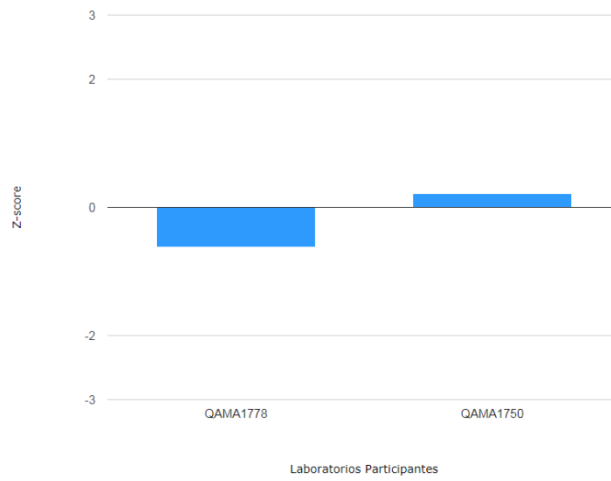
Evaluación de desempeño según método utilizado por los laboratorios para determinación de 2,4 – D Total.



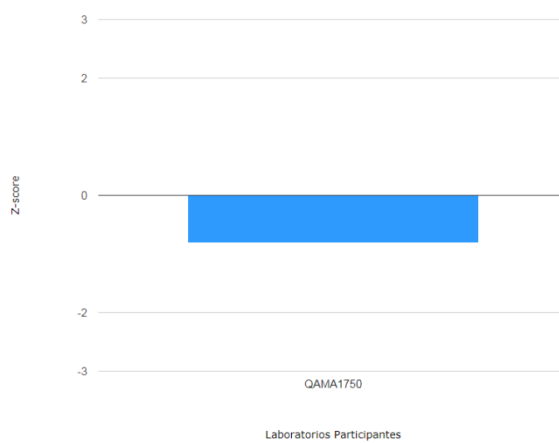
GRÁFICA N° 9.
Distribución de z-score para determinación de Nitrobenceno.



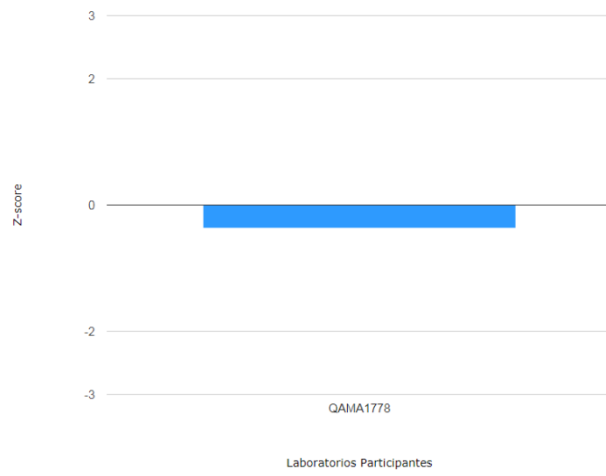
GRÁFICA N° 10.
Distribución de z-score para determinación de 2,4 – Dinitrotolueno.



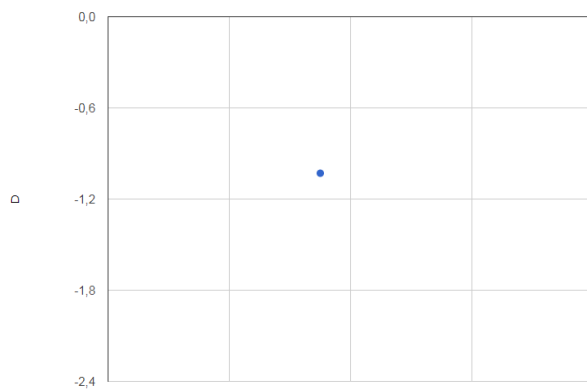
GRÁFICA N° 11.
Distribución de z-score para determinación de gamma-BHC (Lindano).



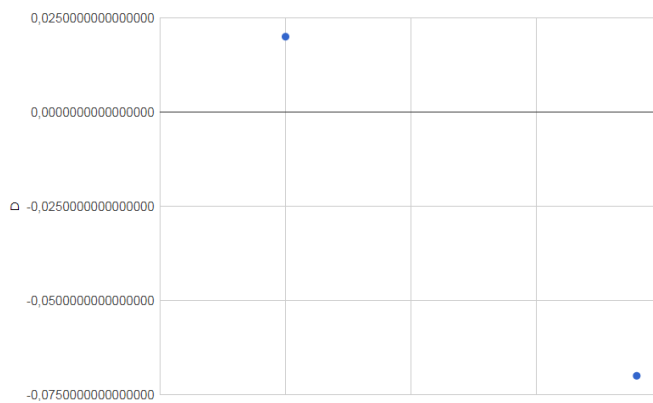
GRÁFICA N° 12.
Distribución de z-score para determinación de 2,4 – D Total.



GRÁFICA N° 13.
Dispersión de datos para determinación de Nitrobenceno.

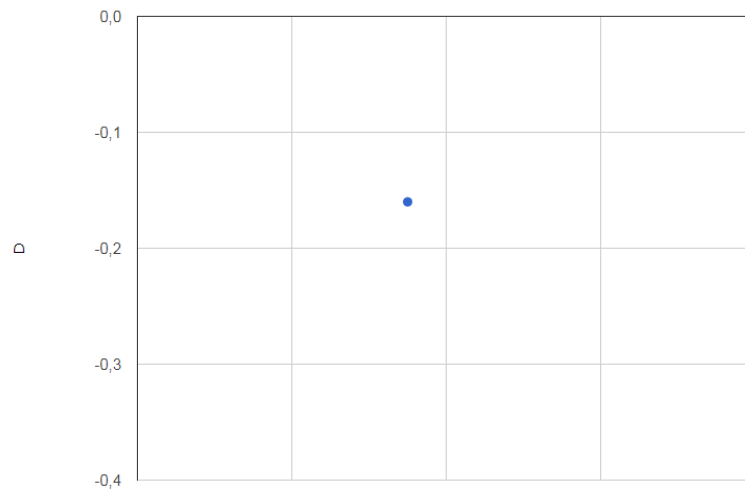


GRÁFICA N° 14.
Dispersión de datos para determinación de 2,4 – Dinitrotolueno.



GRÁFICA N° 15.

Dispersión de datos para determinación de gamma-BHC (Lindano).



GRÁFICA N° 13.

Dispersión de datos para determinación de 2,4 D Total.

