



DEPARTAMENTO NACIONAL Y DE REFERENCIA EN SALUD AMBIENTAL

# **INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD** PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE LA **CALIDAD PEEC QUÍMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS**

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

> **RONDA SP11 - 2025** Versión 00

ID INFORME: INF-SP11-2025-00



# **CONTENIDO**

1.	LISTADO DE PARTICIPANTES	03
2.	INTRODUCCIÓN	03
3.	ORGANIZACIÓN Y RESPONSABLES	03
4.	CRONOGRAMA	03
5.	CONFIDENCIALIDAD	04
6.	ÍTEM DE ENSAYO DE APTITUD	04
7.	RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES	05
8.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO	05
9.	RESUMEN ESTADÍSTICO	05
١٥.	EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS	06
11.	COMENTARIOS	08
12.	REFERENCIAS	09
13.	ANEXOS	10
<b>.</b>	CONTACTO	11
l5.	EMISIÓN Y AUTORIZACIÓN DEL INFORME	11

# LISTADO DE PARTICIPANTES

Debido al número de participantes adscritos (1 laboratorio) y con el objeto de resguardar la confidencialidad, no se entregará en este informe un listado con los nombres de los laboratorios participantes.

### **INTRODUCCIÓN** 2.

El presente informe corresponde a la evaluación del ensayo de aptitud del Subprograma "Determinación de Compuestos en Residuos Peligrosos Orgánicos". Este ensayo corresponde a la cuantificación de compuestos orgánicos en suelo o sedimento contaminado, de un material adquirido por la Sección de Coordinación de Programas de Ensayos de Aptitud y Evaluación Externa de la Calidad (ScPEEC), y corresponde a una herramienta utilizada para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en laboratorios de ensayos que realizan análisis de residuos peligrosos orgánicos (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 del Reglamento Sanitario sobre Manejo de Residuos Peligrosos D.S. 148/2003 MINSAL.

### ORGANIZACIÓN Y RESPONSABLES 3.

Proveedor y responsable de la organización del ensayo de aptitud:



Instituto de Salud Pública de Chile Departamento Nacional y de Referencia en Salud Ambiental Subdepartamento de Metrología Sección Coordinación de Programas de Ensayos de Aptitud y Evaluación Externa de la Calidad Av. Marathon 1000, Ñuñoa. Santiago, Chile. Código Postal 7780050. https://ispch.gob.cl/

Responsables de las actividades del ensayo de aptitud:

Coordinación de la ronda de ensayo de aptitud: QF. María Natalia Gutiérrez Vargas- Jefa Sección Coordinación de Programas de Ensayos de Aptitud y Evaluación Externa de la Calidad.

Desarrollo de la ronda de ensayo de aptitud: QF. María Natalia Gutiérrez Vargas- Jefa Sección Coordinación de Programas de Ensayos de Aptitud y Evaluación Externa de la Calidad, Francis Alarcón Rodríquez - Profesional Sección Coordinación de Programas de Ensayos de Aptitud y Evaluación Externa de la Calidad y Jorge Tello Muñoz - Profesional Sección Coordinación de Programas de Ensayos de Aptitud y Evaluación Externa de la Calidad.

Revisión de informe: Dra. Francis Alarcón Rodríquez - Profesional Sección Coordinación de Programas de Ensayos de Aptitud y Evaluación Externa de la Calidad.

Aprobación de informe: Ms. Soraya Sandoval Riquelme - Jefa Subdepartamento de Metrología.

Autorización de informe: QF. MSc. Boris Duffau Garrido - Jefe (S) Departamento Nacional y de Referencia en Salud Ambiental.

# **CRONOGRAMA**

Fecha de envío de encomienda de ítem de ensayo	24 - 06 - 2025
Fecha plazo de cierre para recepción de resultados	23 - 07 - 2025
Fecha de publicación informe individual preliminar	28 - 08 - 2025



#### 5. **CONFIDENCIALIDAD**

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.

Toda excepción respecto a la confidencialidad, sigue las directrices del Protocolo de Organización de Ensayos de Aptitud Programa de Evaluación Externa de la Calidad PEEC (PT-01-PR-754.00-001) disponible para todos los participantes y clientes en <a href="https://ispch.gob.cl/">https://ispch.gob.cl/</a>.

### **ÍTEM DE ENSAYO DE APTITUD** 6.

El ítem de ensayo enviado contiene 2 muestras de aproximadamente 50 gramos de suelo cada una, para la determinación cuantitativa de los analitos ResPel orgánicos, envasadas en frasco de vidrio ámbar previamente acondicionados, sellados, etiquetados y codificados.

El material de ensayo para análisis de ResPel orgánicos correspondió a un material de referencia certificado, adquirido por el Instituto de Salud Pública de Chile.

La Tabla Nº 1 indica el valor asignado de los analitos, junto con su incertidumbre y trazabilidad.

Tabla Nº1. Valor asignado para la evaluación de desempeño de la ronda, establecido según el valor de certificado del material.

Muestra	Componente Analito	Valor Certificado mg/mL	Incertidumbre expandida del valor asignado $(U_{(k=2)})$ mg/mL	Trazabilidad metrológica
	2,4-dinitrotolueno (2,4- DNT)	5,00	0,59	Trazable a NIST
	Nitrobenceno	4,92	0,70	Trazable a NIST
SP112025	Pentaclorofenol	4,01	0,41	Trazable a NIST
3F112023	Piridina	No detec	tado / Ausencia	Trazable a NIST
	2,4,5-triclorofenol	7,66	1,26	Trazable a NIST
	2,4,6-triclorofenol	4,27	0,54	Trazable a NIST

Respecto a la evaluación de la homogeneidad del material de referencia certificado, el proveedor declara: "La homogeneidad se evaluó de acuerdo con la Guía ISO 35. Las unidades completas se muestrearon utilizando un protocolo de muestreo estratificado aleatorio. Luego, los resultados del análisis químico se compararon mediante análisis de varianza de un solo factor (ANOVA). La incertidumbre debida a la homogeneidad se derivó del análisis ANOVA. No se detectó heterogeneidad bajo las condiciones del ANOVA.

Por otro lado, el proveedor indica sobre la estabilidad: "La importancia de la evaluación de la estabilidad será demostrada si el resultado analítico del estudio y el intervalo de valores representado por la Incertidumbre expandida no se superponen con el resultado del ensayo original y el intervalo de sus valores representado por la Incertidumbre expandida. El método empleado será normalmente el mismo método utilizado para caracterizar el valor del ensayo en la evaluación inicial."

La incertidumbre expandida, declarada en el certificado del material de referencia certificado indica: "Los valores de incertidumbre en este documento se expresan como Incertidumbre Expandida (Ucrm) correspondiente al intervalo de confianza del 95%. Ucrm se deriva de la incertidumbre estándar combinada multiplicada por el factor de cobertura k, que se obtiene a partir de una distribución t y los grados de libertad. Los componentes de la incertidumbre estándar combinada incluyen las incertidumbres debidas a la caracterización, la homogeneidad, la estabilidad a largo plazo y la estabilidad a corto plazo (transporte). Los componentes debidos a la estabilidad generalmente se consideran insignificantes a menos que los estudios de estabilidad indiquen lo contrario."



Cada laboratorio participante de acuerdo al protocolo del ensayo de aptitud publicado en el Portal PEEC, recibió instrucciones detalladas para la manipulación y almacenamiento del ítem de ensayo de aptitud, como también indicaciones prácticas de seguridad a tomar en cuenta durante el desarrollo del ensayo a través de la ficha de información de seguridad disponible en el Portal PEEC.

Se recomendó a los participantes el uso de los métodos de ensayo rutinarios del laboratorio.

#### **RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES** 7.

### 7.1.- Datos

Los resultados enviados por el laboratorio participante para compuestos orgánicos se presentan desde la Tabla Nº 5 a la Tabla Nº 10 de los anexos de este informe. El único laboratorio adscrito en la ronda reportó resultados para todos los analitos evaluados.

Se solicitó a los laboratorios reportar sus resultados con la cantidad de cifras decimales indicadas en el protocolo de esta ronda según analito.

### 7.2.- Técnicas y métodos

Respecto de los métodos informados por el laboratorio participante, para la determinación de los analitos se puede comentar que, el laboratorio utilizó el método EPA 1311: "Toxicity Characteristic Leaching Procedure", empleando la técnica cromatografía gaseosa acoplada a espectrometría de masa (GC-MS), para todos los analitos, excepto para Pentaclorofenol, donde se declara la aplicación de la técnica Cromatografía Gaseosa con detección de captura de electrones (GC-ECD).

### **ANÁLISIS ESTADÍSTICO** 8.

No se evaluó la existencia de datos anómalos en base al método estadístico de Grubbs, ni la existencia de datos extremos en base al criterio de ± 50 % de la mediana según el Protocolo Internacional Armonizado IUPAC, puesto que no se cumplió con el número mínimo de datos para realizar estos análisis  $(n \ge 10)$ .

El análisis estadístico se basó en el valor asignado  $(X_{DL})$  definido por el valor de referencia del material y la desviación estándar para la evaluación de la aptitud ( $\sigma_{pt}$ ) establecida a través del modelo estadístico de Horwitz-Thomson, el cual es aplicado de acuerdo a los niveles de concentración de los analitos.

### **RESUMEN ESTADÍSTICO** 9.

En relación a la recopilación y al análisis de datos, la evaluación estadística reportó los siguientes resultados:

Tabla Nº 2: Resumen de análisis estadístico

Parámetros	2,4- dinitrotolueno	Nitrobenceno	Pentaclorofenol	2,4,5- triclorofenol	2,4,6- triclorofenol
	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)
Número de datos	1	1	1	1	1
Valor asignado (xpt)	5,0	4,92	4,01	7,66	4,29
Desviación estándar para la evaluación de la aptitud $(\sigma_{pt})$	0,628	0,619	0,521	0,902	0,551
Incertidumbre estándar del valor asignado $(u(x_{pt}))$	0,29	0,35	0,20	0,63	0,27
Número de valores	No aplica	No aplica	No aplica	No aplica	No aplica
Número de valores	No aplica	No aplica	No aplica	No aplica	No aplica

Tabla Nº 3: Resumen de análisis estadístico para Piridina

Parámetros	Piridina
	(mg/L)
Número de datos reportados (n)	1
Valor asignado (xpt)	ND
Desviación estándar para la evaluación de la aptitud ( $\sigma_{pt}$ )	
Incertidumbre estándar del valor asignado $(u(x_{pt}))$	No aplica
Número de valores anómalos	
Número de valores extremos	

En relación a los datos de la Tabla Nº 2, para fines de la evaluación de desempeño para los analitos, el valor asignado fue establecido por valor de referencia del material y la desviación estándar para la evaluación de la aptitud a través del modelo estadístico de Horwitz-Thomson, el cual es aplicado de acuerdo a los niveles de concentración de los analitos.

Para el caso del analito piridina, su evaluación fue cualitativa, aplicándose el valor asignado (No detectado/ausencia) señalado en tabla Nº 3.

Desde la Tabla Nº 5 a la Tabla Nº 10 de los anexos de este informe, se resumen los resultados reportados por el laboratorio participante y los z-score o z'-score alcanzados para cada analito, respectivamente.

### **EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS** 10.

La evaluación de desempeño se estableció a través del modelo estadístico z'-score, calculado con el valor asignado, la desviación estándar para la evaluación de la aptitud y la incertidumbre estándar del valor asignado, indicada en la Tabla Nº 2 del presente informe.

La calificación z'-score alcanzada y la evaluación de desempeño respecto al análisis de compuestos orgánicos en ResPel, se puede observar en las tablas N° 5, N° 6, N° 7, N° 9 y N° 10, de los Anexos de este informe.

Para todos los analitos, la incertidumbre del valor asignado resultó ser superior a 0,3 veces la desviación estándar para la evaluación de la aptitud, por lo tanto, los resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios son transformados a valores estándares z'-score (conocido como z-score prima), considerando la incertidumbre del valor asignado y utilizando la siguiente ecuación:

$$z_{i}' = \frac{x_{i} - x_{pt}}{\sqrt[2]{\sigma_{pt}^{2} + \mu_{(x_{pt})}^{2}}}$$

dónde;

 $z_i$  = Valor  $z_i$ , z-score prima.

 $x_i$  = Resultado del participante.

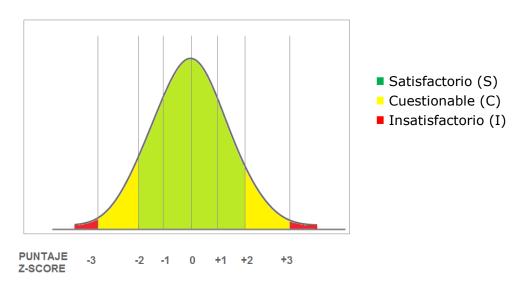
 $x_{pt}$  = Valor asignado.

 $\sigma_{pt}$  = Desviación estándar para la evaluación de la aptitud.

 $\mu(x_{pt})$ =Incertidumbre estándar del valor asignado.

Para el desempeño de los resultados de los participantes en cada analito, los criterios de aceptabilidad son clasificados de acuerdo con z'-score (z'-score prima) como se indica en la Figura 1.

Figura 1. Valor de z`-score y criterios de aceptabilidad.



 $|z'| \le 2.0$ : el desempeño es **SATISFACTORIO**.

2,0 < |z'| < 3,0: el desempeño es **CUESTIONABLE**.

 $|z'| \ge 3.0$ : el resultado del laboratorio es **INSATISFACTORIO**.

Para el desempeño de los resultados de los participantes respecto al analito Piridina, los criterios de aceptabilidad son clasificados como se indica en la Tabla Nº4.

La evaluación de desempeño respecto al análisis de piridina, se puede observar en la tabla Nº 8 de los Anexos de este informe.

Los resultados coincidentes con el valor asignado se designan como "Satisfactorio", y los resultados no coincidentes con el valor asignado como "Insatisfactorio".

Tabla Nº 4: Evaluación de desempeño cualitativo.

	Valor asignado x <sub>pt</sub>		
Valor informado	No detectado (Ausencia)	Detectado (Presencia)	
< LOD*	Satisfactorio	Insatisfactorio	
No detectable	Satisfactorio	Insatisfactorio	
Detectable	Insatisfactorio	Satisfactorio	

#### 11. **COMENTARIOS**

- a) El único laboratorio adscrito para esta ronda reportó resultados para todos los parámetros incluidos en esta ronda.
- b) Para el análisis estadístico de todos los analitos, no se pudo determinar valores anómalos ni valores extremos por no contar con el número mínimo de datos.
- c) La evaluación de desempeño por z'-score (conocido como z-score prima), considera la incertidumbre del valor asignado, cuando dicha incertidumbre es más alta en relación a la desviación estándar para la evaluación de la aptitud ( $\mu(x_{pt}) > 0.3* \sigma_{pt}$ ).
- d) Se observa la utilización del método EPA 1311: "Toxicity Characteristic Leaching Procedure", en acuerdo con el DS 148 y los documentos de la ronda que indican la utilización de este método oficial.
- e) Para el caso del analito piridina, la evaluación de desempeño fue de tipo cualitativa, basada en la coincidencia o no con el valor asignado.
- 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 cuestionable o insatisfactorio, así como también cuando se observen tendencias por defecto para el analito.
- g) Este informe entrega los resultados de la evaluación de desempeño del laboratorio participante, para fines de una herramienta del asequramiento de calidad de los laboratorios participantes y clientes, y puede ser consultado para los fines correspondientes por organismos de acreditación (nacionales o internacionales) y/o autoridades chilenas de acuerdo a lo establecido por la ley.
- h) Este informe no deberá reproducirse total o parcialmente sin la aprobación del ISP. Este trabajo está protegido por derechos de autor. Ninguna parte de esta publicación puede reproducirse en ninguna forma, transmitirse o almacenarse en ningún repositorio (por ejemplo, mecánico, digital, electrónico o fotográfico) sin el permiso previo por escrito del ISP. Comuníquese con el ISP si desea reproducir cualquier parte de este informe, o si desea utilizar la información del desempeño de los participantes para fines de generar una publicación o trabajo científico.
- Este documento ha sido firmado electrónicamente de acuerdo a la Ley Nº 19.799 sobre documentos electrónicos, firma electrónica y servicios de certificación de dicha firma.
- La versión autorizada y vigente del informe final se encuentra publicada en página Web: https://ispch.gob.cl/ y Portal PEEC.



#### **REFERENCIAS 12.**

- ISO 13528:2022 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- UNE-EN ISO/IEC 17043:2023. Evaluación de la conformidad Requisitos generales para la competencia de los proveedores de ensayos de aptitud (ISO/IEC 17043:2023).
- The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (IUPAC) (2006). Pure Appl. Chem. Vol 78, pp. 145-196.
- Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committe, Nº 6, 2001.



#### **ANEXOS 13.**

a) Anexo 1. Tabla 5. Resultados de 2,4-dinitrotolueno, valores de z`-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultado mg/L	z` score	Evaluación de Desempeño
QAMA2579	0,15110	-7,0	Insatisfactorio

b) Anexo 2. Tabla 6. Resultados de Nitrobenceno, valores de z`-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultado <i>mg/L</i>	z` score	Evaluación de Desempeño
QAMA2579	0,16000	-6,7	Insatisfactorio

c) Anexo 3. Tabla 7. Resultados de Pentaclorofenol, valores de z`-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultado mg/L	z` score	Evaluación de Desempeño
QAMA2579	0,08000	-7,0	Insatisfactorio

d) Anexo 4. Tabla 8. Resultados de Piridina y evaluación de desempeño.

CIL	Resultado <i>mg/L</i>	Evaluación de Desempeño
QAMA2579	No Detectado / Ausencia	Satisfactorio

e) Anexo 5. Tabla 9. Resultados de 2,4,5-triclorofenol, valores de z`-score y evaluación de desempeño.

CIL	Resultado mg/L	z` score	Evaluación de Desempeño
QAMA2579	0,15000	-6,8	Insatisfactorio

f) Anexo 6. Tabla 10. Resultados de 2,4,6-triclorofenol, valores de z`-score y evaluación de desempeño.

CI	L	Resultado mg/L	z` score	Evaluación de Desempeño
OAMA	2579	0.12000	-6,8	Insatisfactorio

#### **CONTACTO** 14.

Oficina de Informaciones, Reclamos y Sugerencias (SIAC-OIRS) Lunes a Viernes de 08:30 a 13:00 horas https://ispch.gob.cl/oficina-de-informaciones-reclamos-y-sugerencias-siac-oirs/ó https://ispch.gob.cl/







### **EMISIÓN Y AUTORIZACIÓN DEL INFORME 15.**

CÓDIGO INFORME: INF-SP11-2025-00

Distribución: -Portal PEEC -Web ISP

Identificación del Registro: Informe Final Ensavo de Aptitud RG-03-IT-754.00-002. Versión 09 Fecha actualización 20/01/2025

# **INFORME AUTORIZADO POR:**

Jefe (S) Departamento Nacional y de Referencia en Salud Ambiental.

