

**PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE LA CALIDAD  
INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD  
PEEC SP12  
SUBPROGRAMA: Caracterización de Residuos  
Peligrosos Inorgánicos**



DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL  
SECCION METROLOGÍA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS

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

**Coordinador PEEC**

Leonor Esquivel M.  
22.10.2012 V.0

**Autorizado por:**

Rubén Verdugo C.

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

Teléfono: (56)(2)5755475

## CONTENIDO

LISTA DE PARTICIPANTES.....	4
RESPONSABLES.....	4
INTRODUCCIÓN.....	4
ITEM DE ENSAYO.....	5
CRONOGRAMA.....	6
ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	6
RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC.....	7
ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS.....	8
EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO.....	9
COMENTARIOS Y SUGERENCIAS.....	9
GLOSARIO.....	10
REFERENCIAS.....	10
ANEXOS.....	11

## 1. Lista de Participantes

---

Análisis Ambientales ANAM SA	Santiago	Chile
Departamento de Química y Minerales División Química CESMEC S.A Sede Santiago	Santiago	Chile
Laboratorio Ambiental de Viña del Mar SEREMI de Salud Región de Valparaíso	Viña del Mar	Chile
Laboratorio Ambiental y Ocupacional SEREMI de Salud Antofagasta	Antofagasta	Chile
Laboratorio de Química Ambiental CENMA	Santiago	Chile
Laboratorio de Referencia Ambiental. Instituto de Salud Pública de Chile	Santiago	Chile

## 2. Profesional Responsable

---

- Leonor Esquivel M.

Las personas que colaboraron en el desarrollo de esta ronda fueron:

- Soraya Sandoval (Encargado de área Química)
- Julieta De la Cruz (Personal de apoyo)
- Diego Ruiz (Personal de apoyo)

## 3. Introducción

---

El Instituto de Salud Pública, en cumplimiento de su función de Laboratorio Nacional de Referencia, evalúa anualmente a los laboratorios públicos y laboratorios privados reconocidos por el SEREMI de salud para caracterización de residuos peligrosos, por medio del programa de ensayo aptitud, con el objetivo de determinar el desempeño de las técnicas y procedimientos empleados y la confiabilidad de los resultados que obtienen.

Los ensayos de aptitud que provee el Departamento de Salud Ambiental corresponden a la cuantificación de Residuos peligrosos (ResPel) Orgánicos e Inorgánicos, lo cual permite evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas en ésta área. Por lo mismo, son requeridos por los organismos acreditadores, con el fin de contar con mayores antecedentes que respalden la calidad de las prestaciones analíticas realizadas.

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma 12 (SP12-2012): "Caracterización de Residuos Peligrosos Inorgánicos", desarrollado por el PEEC - Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile.

#### 4. Ítem de Ensayo - Envío

---

El ítem de ensayo enviado corresponde a un Material de Referencia en matriz de suelo adquirido por el Instituto a RTC Corporation.

A los participantes les fue enviado dos Materiales de ensayo (muestra y duplicado) cada uno de los cuales contenía aproximadamente 50 g de residuo peligroso en matriz de suelo, con su respectiva codificación (Código de la Muestra) y denominados: ResPel inorgánicos.

Los analitos a analizar correspondieron a diferentes metales que se encuentran dentro de la definición de residuos peligrosos expresados en el Reglamento Sanitario sobre manejo de Residuos peligrosos Decreto 148. Cada participante recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el análisis.

Los resultados solicitados fueron reportados en mg/L. Esta información fue entregada por los participantes en la planilla de resultados Excel correspondiente.

Se señaló que las metodologías analíticas a utilizar en el desarrollo del ensayo de aptitud, para la caracterización de los residuos peligrosos, corresponden a las oficializadas por el Ministerio de Salud, a través de la Resolución Exenta N° 292/2005.

Además, se solicitó a los participantes que informaran el tipo de método analítico utilizado para la realización de cada ensayo.

Se indicó a los participantes que se debía cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo y utilizar los elementos de protección personal adecuados al manipular el material de ensayo y al desarrollar la experiencia analítica.

Los valores asignados a la ronda son los señalados en el certificado del material de ensayo:

<b>Analito</b>	<b>Valor asignado (mg/L)</b>	<b>U (K=1.96)</b>
Arsénico (As)*	0,295	0,0162
Bario (Ba)*	0,716	0,0565
Cadmio (Cd)*	0,377	0,0202
Selenio (Se)*	0,310	0,0137

\* Trazable NIST SRM

## 5. Cronograma

---

Envío de material de ensayo	06/Agosto/2012
Fecha límite de envío de resultados	04/Septiembre/2012
Publicación informe de ensayo de aptitud (*)	28/Septiembre/2012

(\*) Fecha envío informe preliminar

## 6. Análisis Estadístico

---

No se contó con un número de datos suficiente que permitiera una evaluación estadística para determinar valores anómalos, esto es,  $n \geq 6$ . Los laboratorios que reportaron sus resultados como " $<$ " " $\hat{=}$ " " $>$ ", no son evaluados en esta ronda.

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:

$$Z = \frac{X - X_a}{\sigma_{pt}}$$

Donde:

**Z**= Valor Z-score

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

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

**$\sigma_{pt}$** = Desviación estándar del ensayo de aptitud.

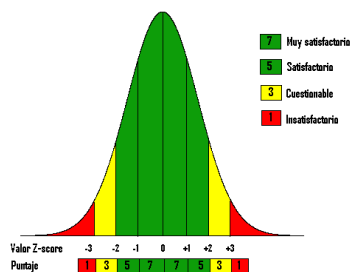
La desviación estándar del ensayo de aptitud, fue calculada en base al modelo estadístico de Horwitz.

$$\sigma = 0,02 c^{0,8495}$$

Donde:

**c** es la concentración expresada en fracción de masa.

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



**Figura 1**

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

**[ 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 < -3,00 y; entre +2,01 y < +3,00 el resultado del laboratorio es cuestionable.

**[ Z ] ≥ 3:** el resultado del laboratorio no satisfactorio, es decir, insatisfactorio.

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al código identificación de Laboratorio (CIL) asignado.

Cabe señalar que para los fines del ensayo de aptitud es la evaluación Z-score individual (por analito) la que debe ser considerada como el resultado del análisis estadístico del presente interlaboratorio. Se asignó un puntaje de Z-score para el resultado de cada analito.

## **7. Resultados Informados por los Participantes del PEEC**

### **7.1.- DATOS**

De los 6 laboratorios adscritos, seis laboratorios participantes enviaron su respuesta dentro del plazo establecido (100% respuesta). Los resultados enviados por los participantes evaluados pueden ser encontrados en la tabla N° 2.

### **7.2.- MÉTODOS**

Se solicitó para esta ronda remitirse al método oficial. No obstante, los métodos informados por los Laboratorios que fueron utilizados para la determinación de analitos en estudio corresponden al método EPA-1311, Método EPA-3051 y también se indica NCh 2313-25.

## 8. Análisis Estadístico de los Resultados Informados

---

Debido a que se cuenta con un número menor de 6 datos no es posible realizar estudio de resultados anómalos (aberrantes) por el Test de Grubbs.

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la siguiente tabla se señalan los antecedentes trabajados:

**Tabla N°1. RESUMEN ANALISIS ESTADISTICO**

<b>Analito</b> <b>Dato</b>	<b>Arsénico (As)</b> mg/L	<b>Bario (Ba)</b> mg/L	<b>Cadmio (Cd)</b> mg/L	<b>Selenio (Se)</b> mg/L
<b>n</b>	4	4	5	4
<b>Valor asignado</b> mg/L	0,295	0,716	0,377	0,310
<b><math>\sigma</math>pt</b>	0,0567	0,1205	0,0699	0,0592

Se realizó la determinación Z-Score de los analitos presentes en el material de referencia, los resultados obtenidos se encuentran en tabla N° 3.

Los gráficos de dispersión lineal, sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios se encuentran en los anexos. Indicándose los límites de satisfactorio y cuestionable.

Se señalan las concentraciones máximas permisibles (CMP) para los analitos incluidos en este ensayo de aptitud, que presentará característica de toxicidad extrínseca cuando el test de toxicidad por lixiviación arroje concentraciones superiores a las señaladas en el cuadro N°1:

<b>Analito</b>	<b>CMP ( mg/L)</b>
Arsénico	5
Bario	100
Cadmio	1
Selenio	1

**Cuadro N°1: Concentraciones Máximas Permisibles de analitos en evaluación**



En este sentido, los resultados de toxicidad extrínseca para el material de referencia evaluado, determina la peligrosidad o no de esta muestra, que según los datos presentados en el cuadro N°2 correspondería a un material no peligroso.

<b>Analito</b>	<b>Valor de referencia mg/L</b>
Arsénico	0,295
Bario	0,716
Cadmio	0,377
Selenio	0,310

**Cuadro N°2 : Valores de referencia para el material de ensayo en evaluación**

## **9. Evaluación de Desempeño**

---

La calificación respecto de la evaluación por laboratorio está expuesta en la tabla N° 4 y los gráficos en los anexos.

## **10. Comentarios y Sugerencias**

---

1. De los 6 laboratorios adscritos, seis laboratorios participantes enviaron su respuesta dentro del plazo establecido (100% respuesta).
2. Sólo un laboratorio obtuvo resultados satisfactorios para todos los analitos.
3. El Laboratorio con código QAA 0582 no fue evaluado ya que reportó valores en otras unidades a las solicitadas.
4. El laboratorio con código QAA 0518 indica como metodología utilizada EPA 3051-A.
5. El laboratorio con código QAA 0678 indica como metodología utilizada NCh 2313-25.
6. Llama la atención el uso de una metodología diferente al método oficial y que corresponde a la autorizada por el Ministerio de Salud, a través de la Resolución Exenta N° 292/2005. Se sugiere evaluar las causas de esta situación y realizar las acciones correctivas correspondientes.
7. Sugerimos a los laboratorios que cuenten con un Z-Score dentro del rango de cuestionables o cercano a sobrepasar el límite de evaluación satisfactoria, evaluar las posibles causas de desviación de resultados.
8. Existiendo valores de Z-Score muy superiores a [3] es importante que dichos laboratorios evalúen 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.

## 11. Glosario

---

**Materia de Referencia Certificado (MRC):** Es el material de referencia acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece su trazabilidad con una realización exacta de la unidad en la que se expresan los valores de la propiedad, y para la cual, cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre, con la indicación de un nivel de confianza.

**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.

**Promedio:** Valor más representativo de un grupo de datos.

**Residuo:** También llamado desecho, corresponde a una sustancia, elemento u objeto que el generador elimina, se propone eliminar o está obligado a eliminar.

**Residuo Peligroso (ResPel):** Es un residuo o mezcla de residuos que presentan riesgo para la salud pública y/o efectos adversos al medio ambiente, ya sea directamente o debido a su manejo actual o previsto.

**Z-score:** Puntuación estadística estándar, puntuación típica o 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 sobre o por debajo del valor medio o de referencia.

## 12. Referencias

---

1. ISO 13528:2005 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
2. The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp 145-196.
3. AMC technical brief (2006). Representing data distribution with kernel density estimates.
4. Reglamento Sanitario sobre Manejo de Residuos Peligrosos. Dto. Sup. N° 148, 12 de Junio de 2003, D. Of. 16 de Junio de 2004. Ministerio de Salud.
5. Resolución N° 292 /2005. Fija las metodologías para caracterización de Residuos peligrosos. Ministerio de Salud.
6. Reglamento de Laboratorios Privados de Salud Pública de Caracterización de Residuos Peligrosos. Dto. N° 173 / 2005. Ministerio de Salud.

### 13. Anexos

Tabla N° 2. RESULTADOS REPORTADOS POR LOS LABORATORIOS

Código Laboratorio	Arsénico mg/L	Bario mg/L	Cadmio mg/L	Selenio mg/L	Método
QAA0518	**	**	7,06	**	EPA 3051 A
QAA0582	**	**	**	**	**
QAA0588	0,145	0,622	0,308	0,271	EPA-1311
QAA0592	0,24	0,65	0,25	0,25	EPA-1311
QAA0610	0,3	0,7	0,4	0,5	EPA-1311
QAA0678	0,30	0,56	0,41	0,17	NCh 2313-25

(\*\*) No fueron evaluados

Tabla N°3 VALORES DE Z-SCORE

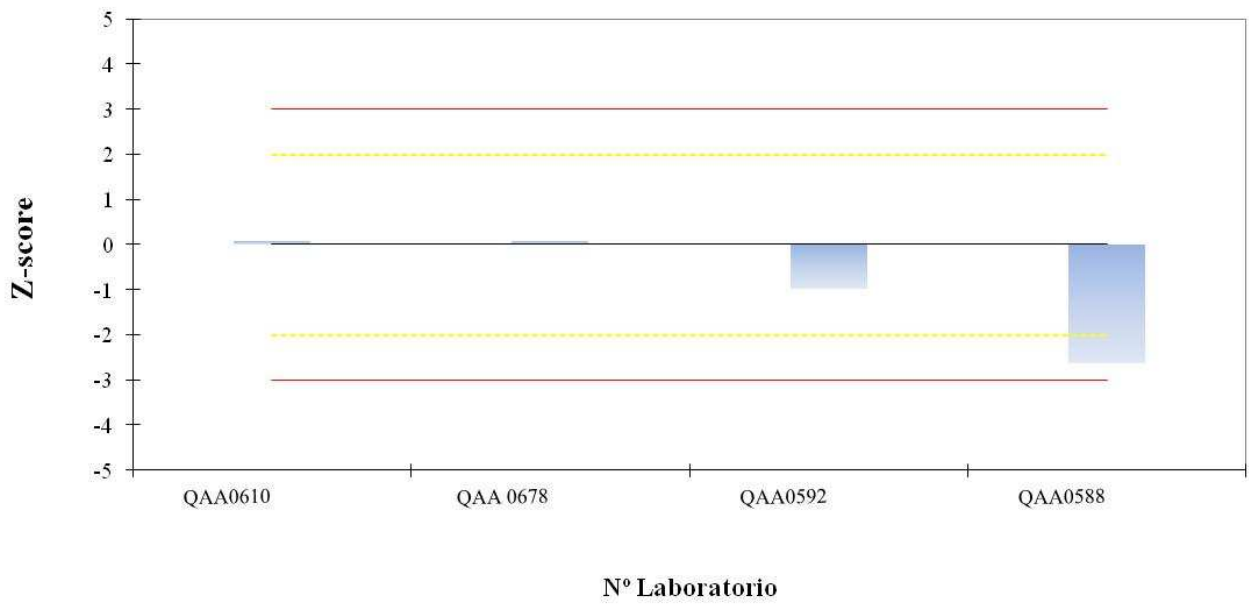
Código Laboratorio	Arsénico	z-score	Bario	z-score	Cadmio	z-score	Selenio	z-score
QAA0518	-		-		7,06	-	-	
QAA0582	-		-		-		-	
QAA0588	0,145	<b>-2,6</b>	0,622	<b>-0,7</b>	0,308	<b>-1,0</b>	0,271	<b>-0,7</b>
QAA0592	0,24	<b>-1,0</b>	0,65	<b>-0,5</b>	0,25	<b>-1,8</b>	0,25	<b>-1,0</b>
QAA0610	0,3	<b>0,1</b>	0,7	<b>-0,1</b>	0,4	<b>0,3</b>	0,5	<b>3,2</b>
QAA0678	0,30	<b>0,1</b>	0,56	<b>-1,29</b>	0,41	<b>0,5</b>	0,17	<b>-2,4</b>

Tabla N°4 EVALUACION DE DESEMPEÑO

Código Laboratorio	Desempeño Arsénico	Desempeño Bario	Desempeño Cadmio	Desempeño Selenio
QAA0518	-	-	Insatisfactorio	-
QAA0582	-	-	-	-
QAA0588	Cuestionable	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
QAA0592	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
QAA0610	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
QAA0678	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio	Cuestionable

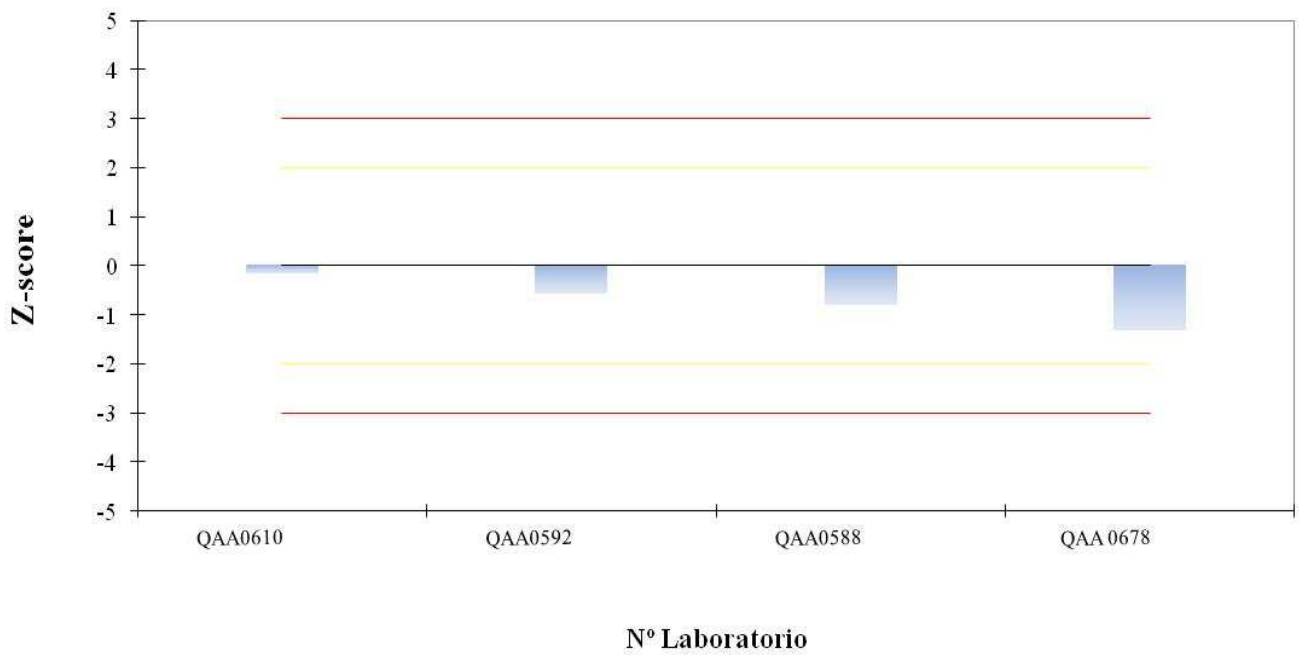
**Gráfico N° 1:** Distribución de datos Z-Score para As.

**As en matriz de suelo, Ronda PEEC, SP12-2012**  
**Distribución de Z-score.**  
**Valor Asignado: 0,295 Unidades: mg/L**



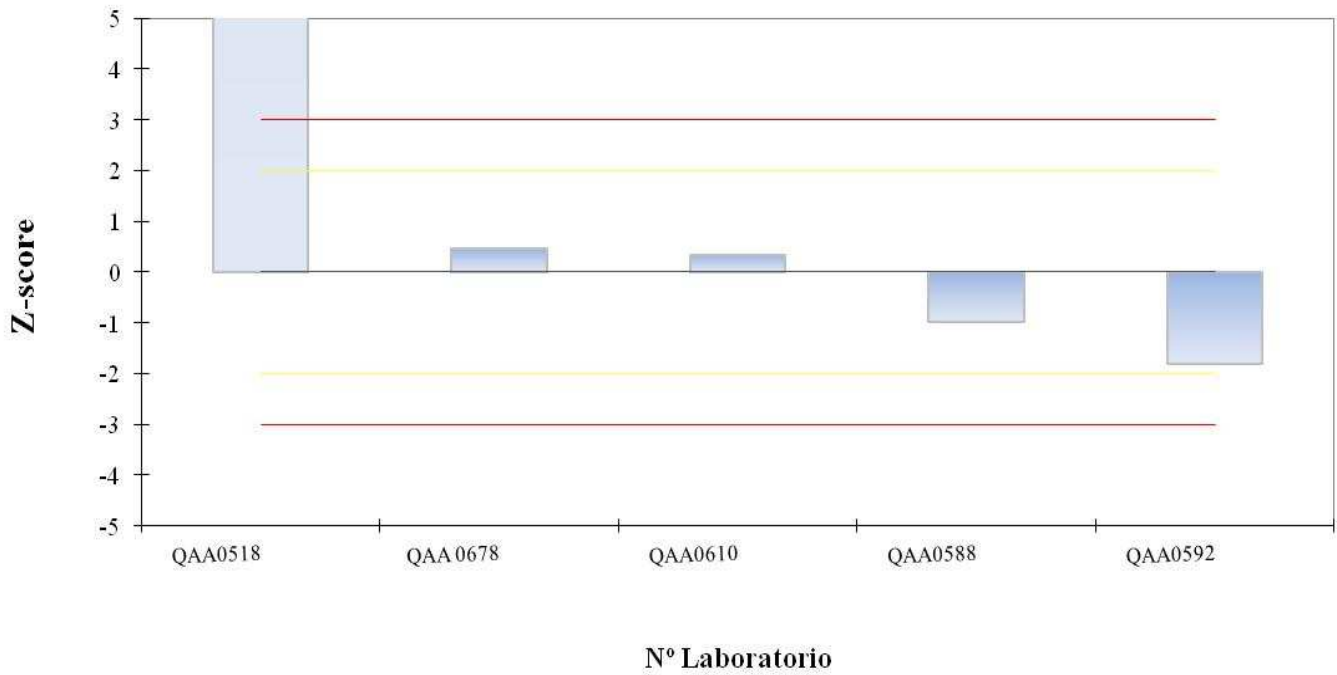
**Gráfico N° 2:** Distribución de datos Z-Score para Ba

**Ba en matriz de suelo, Ronda PEEC, SP12-2012**  
**Distribución de Z-score.**  
**Valor Asignado: 0,716 Unidades: mg/L**



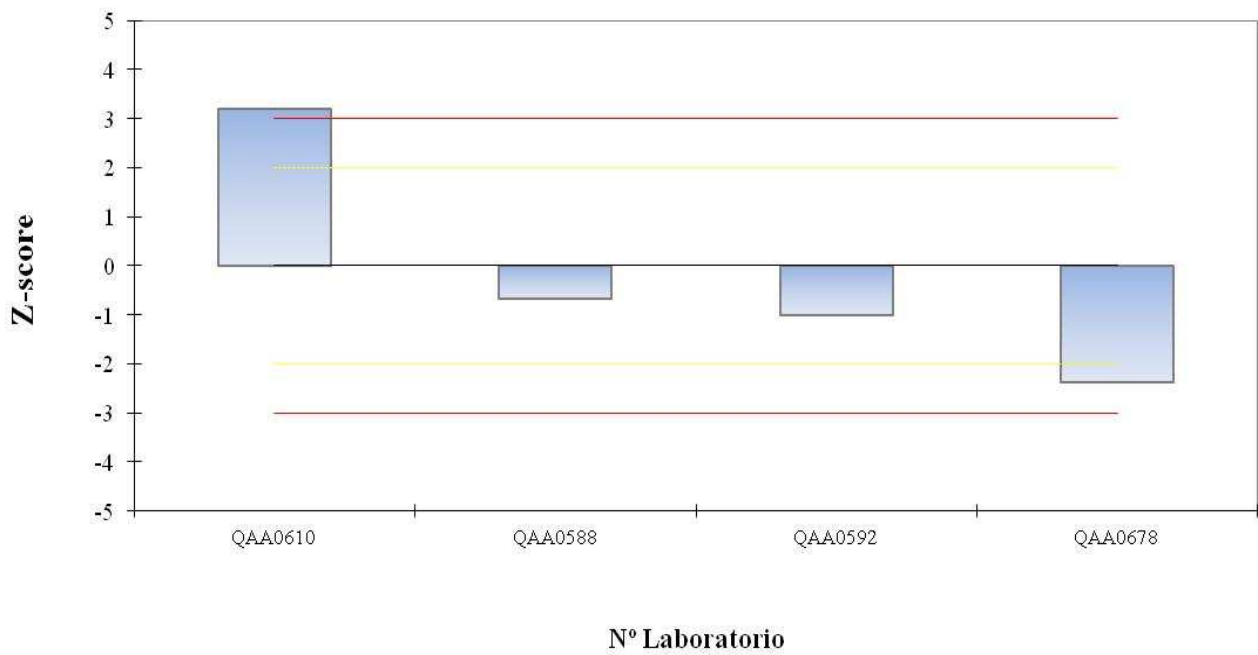
**Gráfico N° 3:** Distribución de datos Z-Score para Cd.

**Cd en matriz de Suelo, Ronda PEEC, SP12-2012**  
**Distribución de Z-score.**  
**Valor Asignado: 0,377 Unidades: mg/L**

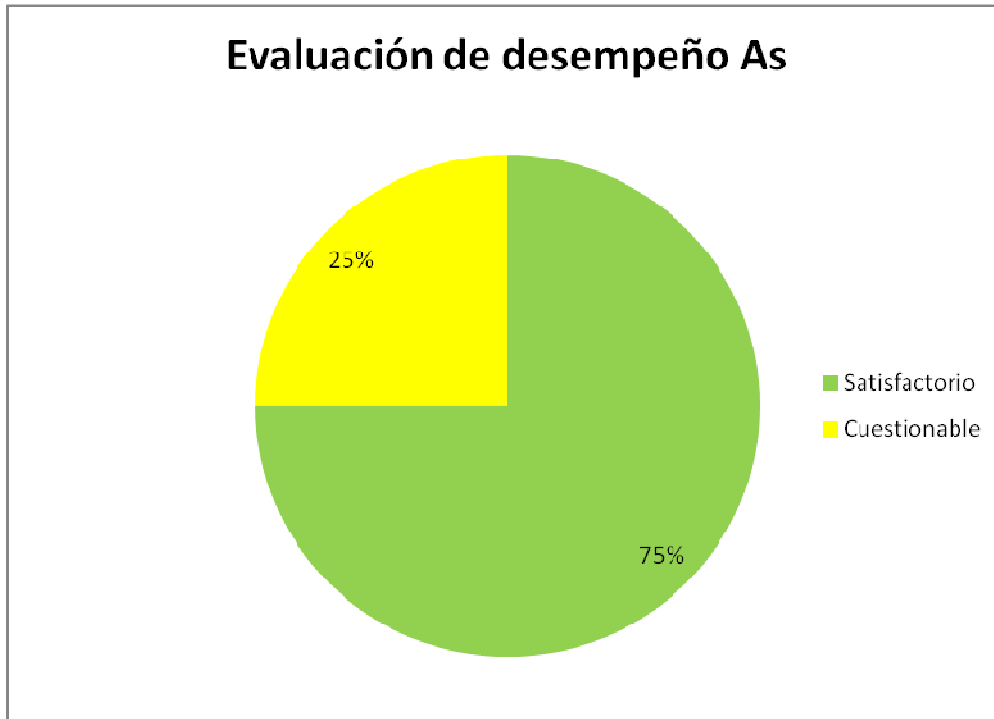


**Gráfico Nº 4:** Distribución de datos Z-Score para Se.

Se en matriz de suelo, Ronda PEEC, SP12-2012  
Distribución de Z-score.  
Valor Asignado: 0,310 Unidades: mg/L



**Gráfico N° 5:** Evaluación de Desempeño As.

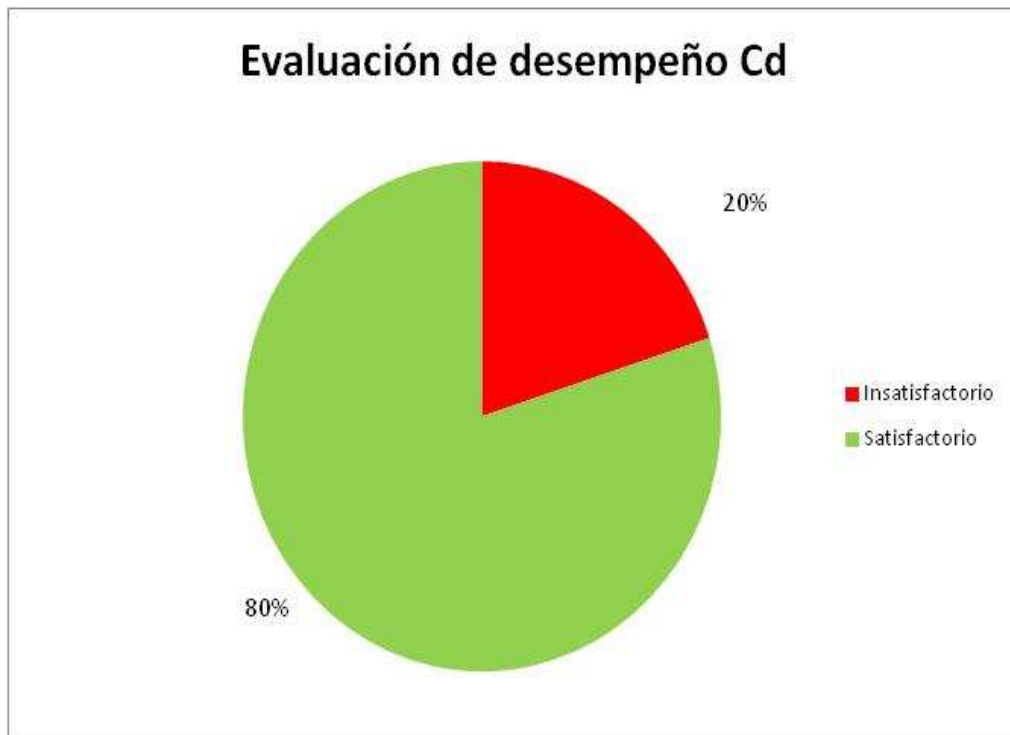


**Gráfico N° 6:** Evaluación de Desempeño Ba.





**Gráfico N° 7:** Evaluación de Desempeño Cd.



**Gráfico N° 8:** Evaluación de Desempeño Se.



