

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

CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS ORGÁNICOS

INFORME FINAL PEEC SP11-2016 V.0

Coordinador (S) Ensayo de Aptitud:

IA. Karina González N.
18.07.2016 V.0

Autorizado por:

Jefe (TyP) Departamento Salud Ambiental
BQ. Roberto Bravo M.



CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS ORGÁNICOS

CONTENIDO

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

1. LISTA DE PARTICIPANTES

A objeto de resguardar la confidencialidad debido al número de participantes adscritos (3), no se indicará en este informe a los laboratorios participantes.

2. RESPONSABLES

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- IA. Karina González (Coordinador (S) Ensayos de Aptitud)

Colaboradores:

- Tec. Gabriel Zambrano (Preparación de cajas y etiquetado, preparación y embalaje de ítems de ensayo).
- QF. Soraya Sandoval (Revisión de informe)

3. INTRODUCCIÓN

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma (SP11-2016): “Caracterización de Residuos Peligrosos Orgánicos”, desarrollado por el PEEC – Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile.

Este ensayo de aptitud está dirigido a la cuantificación de Residuos Peligrosos (ResPel) Orgánicos, lo que permite evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas en ésta área, tanto a laboratorios públicos como a los laboratorios privados, reconocidos por el SEREMI de Salud para caracterización de residuos peligrosos y que forman parte de la reglamentación vigente.

4. MATERIAL DE ENSAYO

El material enviado consistió en dos ítems de ensayo (muestra y duplicado) en matriz de suelo contaminado, con un contenido aproximado de 50 g cada uno, los que fueron dosificados y envasados en frascos de vidrio ámbar.

Los analitos a ensayar corresponden a sustancias que se encuentran dentro de la definición de residuos peligrosos expresados en el Reglamento Sanitario sobre Manejo de Residuos Peligrosos Decreto N° 148.

El material de ensayo para el análisis, correspondió a un material de referencia adquirido con trazabilidad a NIST gravimétricamente. Los valores asignados para los siguientes parámetros fueron establecidos en referencia a los datos obtenidos del valor del certificado de análisis:

Analito	Valor del Certificado/ U(k=2)	Unidad
1,4- Diclorobenceno	(4,12 ± 0,144)	mg/L
2,4-Dinitrotolueno	(0,00 ± 0,00)	mg/L
2,4,5- Triclorofenol	(16,20 ± 0,567)	mg/L
Cresol total	(11,60 ± 0,406)	mg/L
Heptacloro	(8,32 ± 0,291)	mg/L
Metoxicloro	(17,70 ± 0,620)	mg/L
Nitrobenceno	(10,00 ± 0,350)	mg/L

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipulación e indicaciones prácticas de seguridad a tomar en cuenta, durante el desarrollo del ensayo. 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.

5. CRONOGRAMA

Envío de material de ensayo

07 / Junio / 2016

Fecha límite de envío de resultados

01 / Julio / 2016

Fecha informe parcial Portal PEEC

18 / Julio / 2016

6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

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

No se contó con un número de datos suficiente que permitiera determinar valores anómalos, esto es, $n \geq 6$. Los laboratorios que reportaron sus resultados como “<” ó “>”, 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 sesgo que existe entre el resultado informado por el laboratorio participante y el valor asignado al material de ensayo, y relaciona además la desviación estándar del ensayo de aptitud. El Z-score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:

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

Dónde:

Z = Valor Z-score

C = Concentración reportada del analito en el material de ensayo

X_a = Valor asignado o de referencia

σ_{pt} = Desviación estándar del ensayo de aptitud.(Horwitz)

La desviación estándar del ensayo de aptitud para cada analito, fue calculada, en base al modelo estadístico de Horwitz. Utilizando la siguiente formula:

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

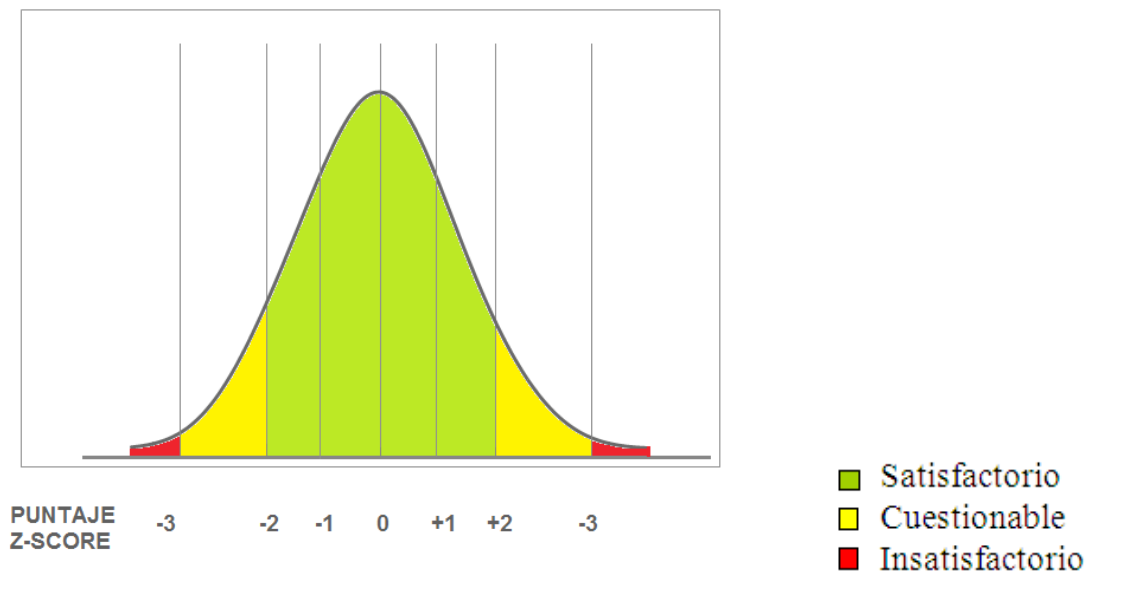
Dónde:

c es la concentración expresada en fracción de masa (%=10⁻², mg/kg=10⁻⁶).

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:

Figura 1.

Valor de Z-score y criterios de aceptabilidad



Criterio de Aceptabilidad		Resultado
$[Z] \leq 2$	Entre -2,00 y +2,00	Satisfactorio
$2 < [Z] < 3$	Entre -2,01 y < -2,99 y; +2,01 y < +2,99	Cuestionable
$[Z] \geq 3$	≥ 3	No Satisfactorio

Sólo un laboratorio reporto sus resultados. Razón por el cual no se expondrán los resultados con código CIL.

7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

7.1.- DATOS Los resultados fueron analizados estadísticamente en función del certificado del material de referencia utilizado para esta ronda de ensayo.

7.2.- TÉCNICAS Y MÉTODOS

El participante indica como métodos de referencia:

1,4 Diclorobenceno	Cromatografía CG-MS	EPA 8270
2,4-Dinitrotolueno	Cromatografía CG-MS	EPA 8270
2,4,5 Triclorofenol	Cromatografía CG-MS	EPA 8270
Heptacloro	Cromatografía CG-MS	EPA 8270

8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

En relación a la evaluación estadística, se reportaron los siguientes resultados:

Tabla N° 1:

Resumen análisis estadístico muestra

Parámetros	1,4-Diclorobenceno (mg/L)	2,4-Dinitrotolueno	2,4,5-Triclorofenol (mg/L)	Cresol Total	Heptacloro (mg/L)	Metoxicloro	Nitrobenceno
Valor asignado	4,12	0,00	16,20	11,60	8,32	17,70	10,00
opt	0,532	0,00	1,704	1,283	0,967	1,837	1,131

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico para cada analito, en la tabla N° 4, se señalan los Z-score obtenidos.

Se indican 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 tabla N°2:

Tabla N°2:

Concentraciones Máximas Permisibles de analitos en evaluación

N° CAS	Analito	CMP (mg/L)
N° CAS 106-46-7	1,4- Diclorobenceno	7,5
N° CAS 121-14-2	2,4-Dinitrotolueno	0,13
N° CAS 95-95-4	2,4,5-Triclorofenol	400
N° CAS 1319-77-3	Cresol total	200
N° CAS 76-44- 8	Heptacloro	0
N° CAS 72-43-5	Metoxicloro	10
N° CAS 98-95-3	Nitrobenceno	2

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 tabla N°3 correspondería a un material peligroso.

Tabla N°3:

Valores de referencia para el material de ensayo en evaluación

Analito	Valor de referencia mg/L
Heptacloro	8,32
Metoxicloro	17,70
Nitrobenceno	10,00

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

El laboratorio obtuvo resultados insatisfactorios para 1 analito evaluado, los otros analitos reportados no fueron evaluados por estar bajo límite de detección (BLD).

Tabla N° 4:

Código Laboratorio	2,4,5-Triclorofenol (mg/L)	Z-score	E
QAMA1114	2,380	-8.11	I

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) Para el presente año sólo un participante, reportó sus resultados.
- b) El laboratorio debe revisar las causas de su resultado insatisfactorio.
- c) Los laboratorios deben reportar sus resultados, dentro de los plazos establecidos para la Ronda.
- d) El participante que reportó resultados, indica que también realizó el análisis de Cresol total, Metoxi-cloro y Nitrobenzeno.
- e) La versión final de este informe se encuentra publicado en www.ispch.cl.

11. REFERENCIAS

1. 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.
2. Resolución N° 292 /2005. Fija las metodologías para Caracterización de Residuos Peligrosos. Ministerio de Salud.
3. Reglamento de Laboratorios Privados de Salud Pública de Caracterización de Residuos Peligrosos. Dto. N° 173 / 2005. Ministerio de Salud.
4. NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud.
5. ISO 13528:2005 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
6. AMC technical brief (2006). Representing data distribution with kernel density estimates.
7. "Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A
8. Thompson, M., Ellison, S.L.R and Wood, R. 2006. The International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 78, pp. 145-196.