

SUBPROGRAMA CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS:
CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS ÓRGANICOS

INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD
PEEC- SP11-2011

**PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD
PEEC QUÍMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS**



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.
20.12.2011 V.0

Autorizado por

Rubén Verdugo C.

metrologia@ispch.cl

Teléfono: (56)(2)5755605

Indice

Lista de participantes.....	5
Profesionales responsables.....	5
Introducción.....	5
Material de ensayo - Envío.....	6
Cronograma.....	6
Análisis estadístico.....	7
Resultados informados por los participantes	8
Análisis estadístico de los resultados informados	8
Evaluación del desempeño de los participantes.....	10
Comentarios y recomendaciones.....	10
Glosario.....	10
Referencias.....	11
Anexos.....	12

1. Lista de Participantes

A objeto de resguardar la confidencialidad, no se indicará en este informe a los laboratorios participantes.

2. Profesionales Responsables

El personal que colaboró en el desarrollo de este trabajo:

- Leonor Esquivel
- Claudia Nuñez

Preparación encomienda ensayo de aptitud:

- Rosario Montecinos
- Belen Paredes

3. Introducción

El Instituto de Salud Pública, en cumplimiento de su función de Laboratorio Nacional de Referencia, normaliza las técnicas analíticas, procedimientos y metodologías para la caracterización de residuos peligrosos, como también, evalúa anualmente a los laboratorios autorizados, por medio del programa de ensayo aptitud, con el objetivo de determinar la fidelidad de las técnicas y procedimientos empleados y la confiabilidad de los resultados que obtienen.



El Departamento de Salud Ambiental del Instituto de Salud Pública, a través del Subdepartamento del Ambiente es el responsable de llevar a cabo esta función, a través del Laboratorio ResPel.

Los ensayos de aptitud sobre caracterización de ResPel Orgánico y ResPel Inorgánico, corresponden a ensayos de aptitud, que permiten evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas en el área de Residuos Peligrosos por los laboratorios, en este sentido, 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 SP11 - 2011 de Ensayos Aptitud: "Caracterización de Residuos Peligrosos Orgánicos", desarrollado por el PEEC – Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile.

4. Material de Ensayo - Envío

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

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

Los analitos a analizar correspondieron a diferentes compuestos orgánicos que se encuentran dentro de la definición de residuos peligrosos expresados en el Decreto 148.

Cada participante recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo cumpliendo con las prácticas estándares de seguridad para el desarrollo del análisis.

La información referente al ensayo fue entregada por los participantes en la planilla de resultados Excel correspondiente y los resultados fueron reportados en mg/L,

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

La evaluación de la ronda estuvo conformada por una parte cuantitativa y una parte cualitativa. Al respecto, los valores de referencia señalados en el certificado del material de ensayo son:

Analito	Valor (mg/L)	SD (mg/L)
Nitrobenceno	12,2	3,13
2,4-D total	67,1	10,0

Para los demás analitos (1,4- diclorobenceno, 2-metilfenol, Metoxicloro, Cresol) se evaluó en forma cualitativa (presencia/ausencia).

5. Cronograma

Envío de Material de Ensayo	15/Octubre/2011
Fecha límite de Envío de Resultados	9/Noviembre/2011
Envío Informe preliminar de Resultados	7/Diciembre/2011

6. Análisis Estadístico

No se contó con un número de datos suficiente que permitiera una evaluación estadística para determinar valores anómalos.

Para poder comparar diferentes resultados de análisis cuantitativos, derivados de distintos métodos de análisis, material de ensayo y concentración del analito, 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 de Horwitz. El z-score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:

$$Z = \frac{X - \mu}{\sigma_h}$$

Donde:

Z= Valor Z-score

X= concentración reportada del analito en el material de ensayo

μ= valor asignado o de referencia

σ_h= desviación estándar de Horwitz.

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

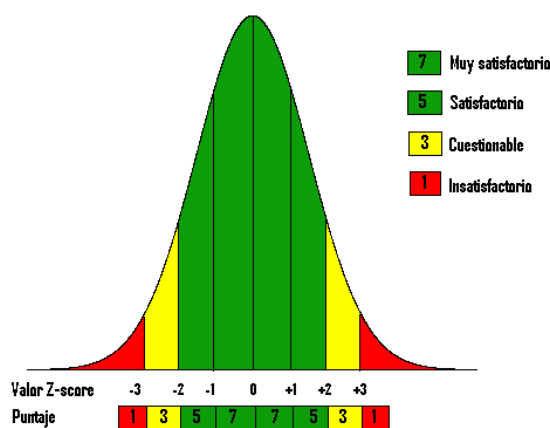


Figura 1

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.

Para cada analito determinado cuantitativamente, se le asignó un puntaje al valor z-score obtenido y se calculó el promedio obtenido por el laboratorio con el fin de realizar una evaluación global de desempeño, esta evaluación es de carácter orientador.

Valor Z-score	Puntaje
$Z \leq [1]$	7
$[1] < Z \leq [2]$	5
$[2] < Z \leq [3]$	3
$Z > [3]$	1

Respecto al puntaje promedio la evaluación en cuanto a calificación es la siguiente:

- 7 : Altamente satisfactoria o muy satisfactoria
- 6-5: Satisfactoria
- 4-3: Cuestionable
- 1-2: Insatisfactoria

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al código (confidencial) asignado a su laboratorio, el que fue notificado junto al envío de la muestra de ensayo.

7. Resultados informados por los participantes del PEEC

7.1.- Datos

Los 2 laboratorios adscritos enviaron sus respuestas. Los resultados enviados por los participantes pueden ser encontrados en la tabla N° 4.

7.2.- Métodos

Los métodos utilizados por los Laboratorios para la determinación de analitos en estudio corresponden a: EPA 8041, EPA 8270, EPA 8260. EPA 8081.

8. Análisis estadístico de los resultados informados

Debido a que se disponía de 2 datos por analito no fue posible realizar estudio de resultados anómalos (aberrantes), a través del test de Grubbs.

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

TABLA N° 1: RESUMEN ANALISIS ESTADISTICO

Datos	Analito	Nitrobenceno mg/L	2,4-D total mg/L
N		2	2
Valor de referencia		12,2	67,1
SD		1,3	5,7

Se realizó la determinación Z-Score de los analitos presentes en el material de referencia, los resultados obtenidos se encuentran en tabla N° 5 (Ver Anexos).

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.

En la siguiente tabla, 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 la tabla N°2:

TABLA N° 2: CMP de compuestos orgánicos en ResPel

Analito	CMP (mg/L)
1,4- diclorobenceno	7,5
Nitrobenceno	2
2-metilfenol	200 (*)
Metoxicloro	10
2,4-D total	10
Cresol	200 (*)

(*) la suma de las concentraciones de los isómeros debe ser inferior a la CMP establecida para el cresol.

En este sentido, los resultados de toxicidad para el material de referencia son:

TABLA N° 3: Peligrosidad del material de ensayo de acuerdo a su Valor de referencia y CMP

Analito	Valor de referencia mg/L	Peligrosidad
1,4- diclorobenceno	N/I	No
Nitrobenceno	12,2	Si
2-metilfenol	N/I	No
Metoxicloro	N/I	No
2,4-D total	67,1	Si
Cresol	N/I	No

N/I= no contiene

9. Evaluación de desempeño

La evaluación cuantitativa global por laboratorio y analito está expuesta en la tabla N° 6, y en los gráficos ubicados en el anexo.

10. Comentarios y Recomendaciones

- Se realizó la determinación de Z-Score de los analitos presentes en el material de referencia, es decir, Nitrobenceno y 2,4-D total.
- Se evaluó dos analitos cuantitativamente (Nitrobenceno y 2,4-D total) y 4 cualitativamente (1,4- diclorobenceno, 2-metilfenol, Metoxicloro, Cresol).
- Los resultados informados de Nitrobenceno muestran un 100% de resultados satisfactorios, sin embargo, para el caso de 2,4-D total se observa sólo un 50% de resultados satisfactorios.
- Los resultados para 1,4- diclorobenceno, 2-metilfenol y Cresol fueron 100 % satisfactorios, sin embargo para metoxicloro, se observa sólo un 50% de resultados satisfactorios.

- e) Sugerimos a los laboratorios que cuenten con un Z-Score dentro del rango de cuestionables o cercano a sobrepasar el límite de resultado satisfactorio, evaluar las posibles causas de desviación de resultados.
- f) 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.
- g) la versión oficial del presente informe se publicará en la página Web: www.ispch.cl

11. Glosario

Lixiviado: Líquido que ha percolado o drenado a través de un residuo y que contiene componentes solubles en este.

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 esta 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 Guide 43-1. 1997 (E). Development and Operation of Laboratory Proficiency Testing.
2. ILAC-G13:2000. Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes.
3. Abdi, H. (2007). Z-scores. In N.J. Salkind (Ed.), *Encyclopedia of Measurement and Statistics*. Thousand Oaks, CA: Sage.

4. "Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, Apr 2001.
5. 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.
6. Resolución N° 292 /2005. Fija las metodologías para caracterización de Residuos peligrosos. Ministerio de Salud.
7. Reglamento de Laboratorios Privados de Salud Pública de Caracterización de Residuos Peligrosos. Dto. N° 173 / 2005. Ministerio de Salud.
8. Aplicación del Reglamento de Laboratorios Privados de Caracterización de Residuos Peligrosos. Circular A15/40 Ministerio de Salud.

13. Anexos

Tabla N° 4. Resultados reportados por los participantes

Código Laboratorio	1,4 – diclorobenceno mg/L	nitrobenzeno mg/L	2- metilfenol mg/L	Metoxicloro mg/L	2,4-D total mg/L	Cresol total mg/L
QAA420	0	9,78	0	2,56	162,05	0
QAA456	<5,0	11,5	<0,004	<0,04	68,9	<5,0

Tabla N° 5. Evaluación de Resultados por analito cualitativo y cuantitativo.

Código Laboratorio	QAA420	Evaluación	QAA456	Evaluación
Analito				
1,4 –diclorobenceno (mg/L)	0	Satisfactoria	<5,0	Satisfactoria
2- metilfenol (mg/L)	0	Satisfactoria	<0,004	Satisfactoria
Cresol total (mg/L)	0	Satisfactoria	<5,0	Satisfactoria
Metoxicloro (mg/L)	2,56	Insatisfactoria	<0,04	Satisfactoria

Código Laboratorio	QAA420	Zscore	Evaluación	QAA456	Zscore	Evaluación
Analito						
Nitrobenzeno (mg/L)	9,78	-1,81	Satisfactoria	11,5	0,32	Satisfactoria
2,4-D total (mg/L)	162,05	16,66	Insatisfactoria	68,9	-0,52	Satisfactoria

Tabla N° 6. Valores Evaluación Análisis Cuantitativo

Código Laboratorio	Evaluación 2,4-D total	Evaluación Nitrobenzeno	Promedio Puntaje	Evaluación global
QAA420	1	5	3	Cuestionable
QAA456	7	7	7	Altamente satisfactorio

Grafico N° 1-a: Distribución datos z-score Nitrobenceno

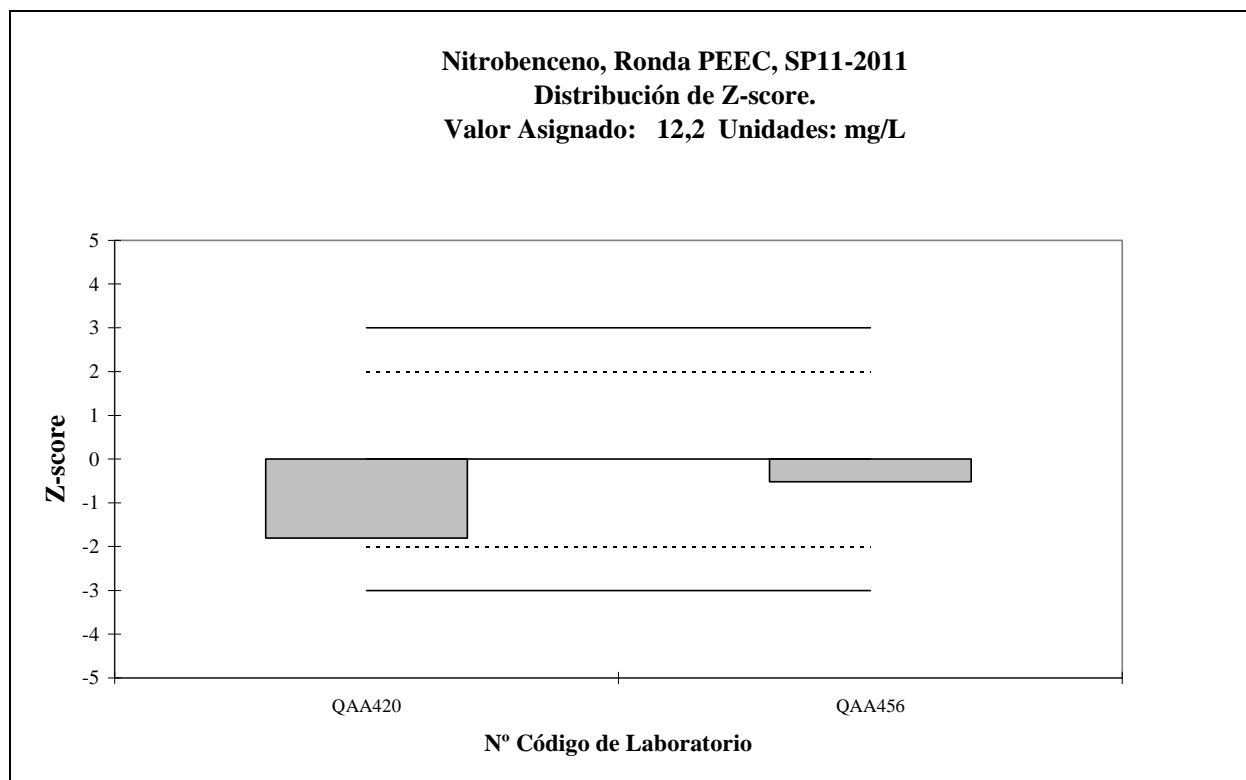


Grafico N° 1-b: Distribución datos z-score 2,4-D total

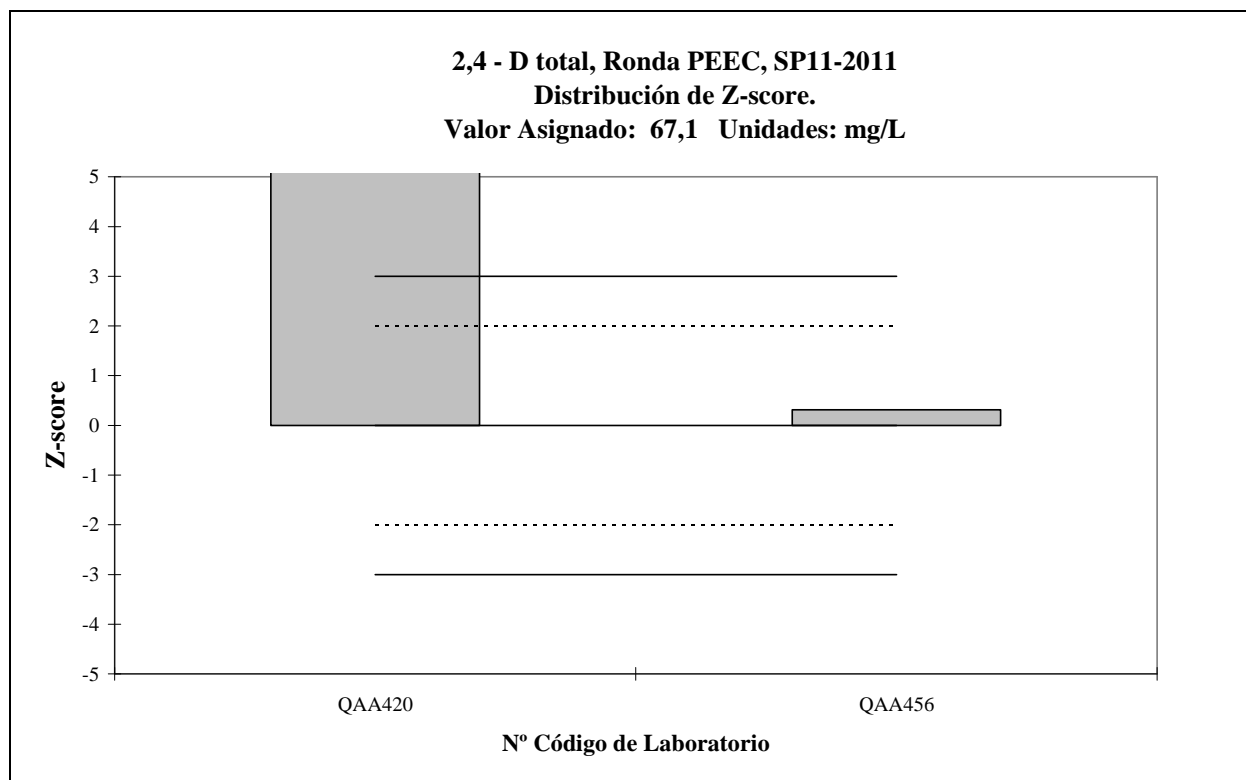


Grafico 2a: Distribución % de Evaluación de desempeño

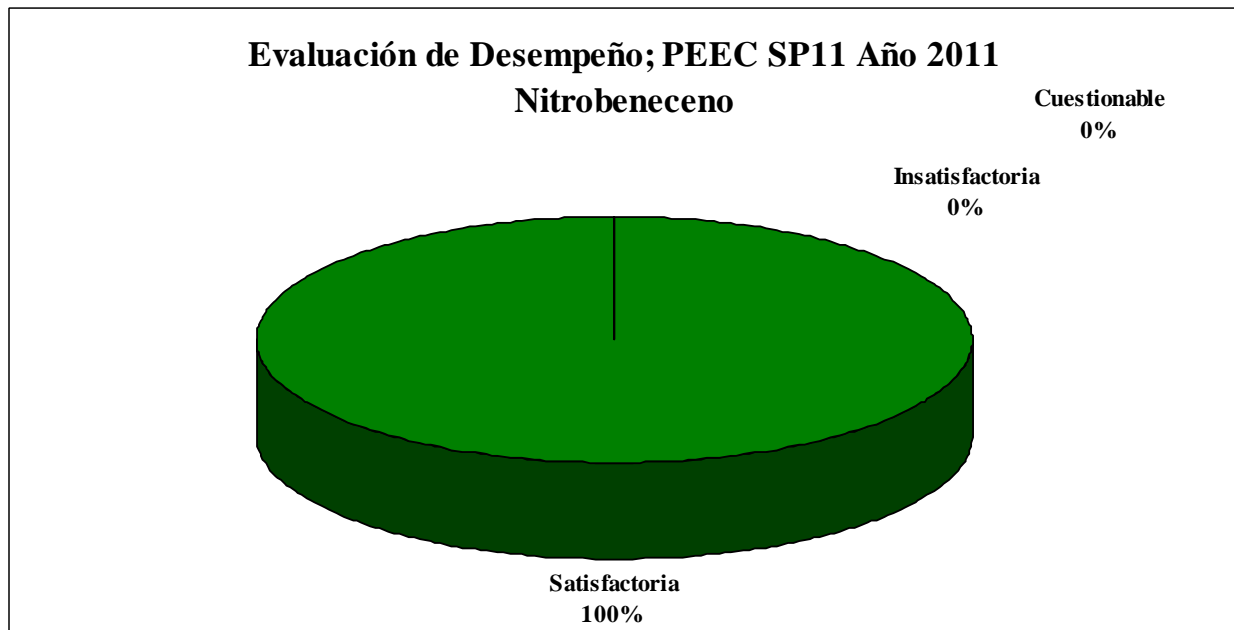


Grafico 2b: Distribución % de Evaluación de desempeño

