

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

CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS ORGÁNICOS

INFORME FINAL PEEC SP11-2015 V.0

CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS
PELIGROSOS ORGÁNICOS

Coordinador (S) Ensayo de Aptitud

Q. F. Soraya Sandoval
25.09.2015 V.0

Autorizado por:

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

Departamento Salud Ambiental
Subdepartamento de Metrología y Desarrollo Tecnológico
Sección Metrología Ambiental y de Alimentos
Instituto de Salud Pública de Chile
Avda. Marathón 1000, Ñuñoa
Santiago de Chile



P E E C
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

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 DEL PEEC	6
8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS	7
9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO	8
10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS	8
11. REFERENCIAS	8

1. LISTA DE PARTICIPANTES

Laboratorio Enviromental Services de SGS Chile, sede Santiago	SANTIAGO
Departamento química y medio ambiente, laboratorio medio ambiente CESMEC S.A.	SANTIAGO
Laboratorio HIDROLAB S.A.	SANTIAGO

2. RESPONSABLES

Responsable de la organización y desarrollo de esta ronda:

- Soraya Sandoval R. (Coordinador (S) Ensayo de Aptitud).

Colaboradores:

- Gabriel Zambrano M. (etiquetado, embalaje, envasado y despacho de ítems de ensayo)

3. INTRODUCCIÓN

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma (SP11-2015): “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 - ENVÍO

El material enviado consistió en dos ítems de ensayo (muestra y duplicado) en matriz de suelo contaminado, con un contenido aproximado de 50 gramos 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 cuya trazabilidad es declarada a NIST gravimétricamente. Los valores asignados para los siguientes parámetros fueron establecidos en referencia a los datos obtenidos del valor del certificado de análisis:

1,4- Diclorobenceno	(0,0367 ± 0,00866) mg/L	
2,4-D Total	(6,38 ± 0,186) mg/L	
2,4,5- Triclorofenol	(2,68 ± 0,491) mg/L	
Cresol total	(4,22 ± 1,23) mg/L	
Heptaclor	(3,04 ± 0,0885) mg/L	
Metoxicloro	(6,46 ± 0,186) mg/L	
Nitrobenceno	(3,66 ± 0,481) mg/L	(± U k=2)

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

23/Junio/2015

Fecha límite de envío de resultados

23/Julio/2015

Fecha informe parcial Portal PEEC

30/Julio/2015

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.

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

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

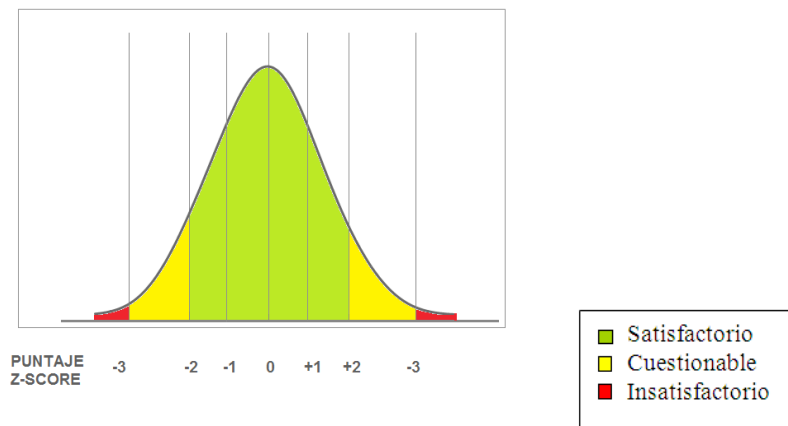
Dónde:

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



$[Z] \leq 2$: es decir, entre -2,00 y +2,00 el resultado del laboratorio es SATISFACTORIO

$2 < [Z] < 3$: es decir, entre -2,01 y < -2,99 y; entre +2,01 y < +2,99 el resultado del laboratorio es CUESTIONABLE

$[Z] > 3$: el resultado del laboratorio es 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 DEL PEEC

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

Los participantes indican como métodos de referencia:

1,4 Diclorobenceno	Cromatografía CG-MS	EPA 8270
Heptacloro	Cromatografía CG-ECD	EPA 1311
2,4,5 Tricolorofenol	Cromatografía CG-FID	EPA 8041

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)	Heptaclor (mg/L)	2,4,5-Triclorofenol (mg/L)
Valor asignado	1,5	3,04	5,92
σ_{pt}	0,22	0,411	0,724

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 76-44- 8	Heptacloro	0
N° CAS 95-95-4	2,4,5-Triclorofenol	400

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
1,4- Diclorobenceno	1,5
Heptacloro	3,04
2,4,5-Triclorofenol	5,92

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

El laboratorio obtuvo resultados insatisfactorios para los 3 analitos evaluados.

Tabla N° 4:

Código Laboratorio	1,4- Diclorobenceno (mg/L)	Z-score	E	Heptacloro	Z-score	E	2,4,5-Triclorofenol (mg/L)	Z-score	E
QAMA1082	0,376	-4,98	I	0,001	-7,39	I	0,980	-6,82	I

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- Para el presente año sólo un participante, reporto sus resultados.
- El laboratorio debe revisar las causas de desviaciones en los resultados con un Z-Score fuera del rango de satisfactorios.
- La versión final de este informe se encuentra publicado en www.ispch.cl.

11. REFERENCIAS

- 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.
- Resolución N° 292 /2005. Fija las metodologías para Caracterización de Residuos Peligrosos. Ministerio de Salud.
- Reglamento de Laboratorios Privados de Salud Pública de Caracterización de Residuos Peligrosos. Dto. N° 173 / 2005. Ministerio de Salud.
- NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud.
- ISO 13528:2005 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- AMC technical brief (2006). Representing data distribution with kernel density estimates.
- “Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers”. Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A
- 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.