

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

SUBPROGRAMA: RESIDUOS PELIGROSOS INORGÁNICOS

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | SP12-2017 V.0

SUBPROGRAMA:
RESIDUOS PELIGROSOS INORGÁNICOS

Coordinador PEEC:

QF. María Natalia Gutiérrez Vargas
20/10/2017 V.0

Autorizado por:

Jefe Departamento Salud Ambiental
Dra. Isel Cortés Nodarse



P E E C
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

SUBPROGRAMA: RESIDUOS PELIGROSOS INORGÁNICOS

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
12. ANEXOS	9

1. LISTA DE PARTICIPANTES

ALS LIFE SCIENCES CHILE S.A.	COLINA
ANDES ANALYTICAL ASSAY	QUILICURA
DEPARTAMENTO QUÍMICA Y MEDIO AMBIENTE LABORATORIO MEDIO AMBIENTE CESMEC S.A.	SANTIAGO
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALÍTICOS	CORONEL
LABORATORIO ENVIROMENTAL SERVICES DE SGS CHILE, SEDE SANTIAGO	PUDAHUEL
SECCIÓN QUIMICA AMBIENTAL INSTITUTO DE SALUD PUBLICA DE CHILE	SANTIAGO

2. RESPONSABLES

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- QF. María Gutiérrez (Coordinador Ensayos de Aptitud)

Colaboradores:

- Téc. Gabriel Zambrano M. (Preparación de cajas y etiquetado, preparación y embalaje de ítems de ensayo).
- QF. Rodrigo Barriga G. (Revisión de informe)
- QF. Soraya Sandoval R. (Revisión de informe)

3. INTRODUCCIÓN

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma (SP12-2017): “Caracterización de Residuos Peligrosos Inorgánicos”, desarrollado por el Programa de Evaluación Externa de la Calidad (PEEC) Salud Ambiental del Instituto de Salud Pública de Chile.

Este ensayo de aptitud está dirigido a la cuantificación de Residuos peligrosos (ResPel) Inorgánicos, 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.

4. MATERIAL DE ENSAYO

El material enviado consistió en una porción homogénea de aproximadamente 100 gramos de muestra de suelo o sedimento, correspondiente a un residuo peligroso.

El material de ensayo se dispone en un envase de vidrio, cerrado, etiquetado y codificado, protegido por una bolsa plástica externa.

Los analitos a ensayar correspondieron a 7 metales 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 análisis de metales, correspondió a un material de referencia certificado adquirido trazable a NIST.

Los valores asignados para los siguientes parámetros fueron establecidos en referencia a los datos obtenidos del valor del certificado de análisis ($\pm U$, $k=2$):

Tabla N°1:

Valores asignados por certificado

Analito	Valor Certificado	Unidad
Arsénico (As)	6,69 + 0,221	mg/L
Bario (Ba)	45,1 + 1,16	mg/L
Cadmio (Cd)	43,1 + 2,31	mg/L
Cromo (Cr)	0,104 + 0,0102	mg/L
Mercurio (Hg)	0,459 + 0,0475	mg/L
Plata (Ag)	0,0349 + 0,00336	mg/L
Plomo (Pb)	3,23 + 0,460	mg/L

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipulación e indicaciones básicas 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

12 / Septiembre / 2017

Fecha límite de envío de resultados

02 / Octubre / 2017

Fecha efectiva publicación informe parcial

18 / Octubre / 2017

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:

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

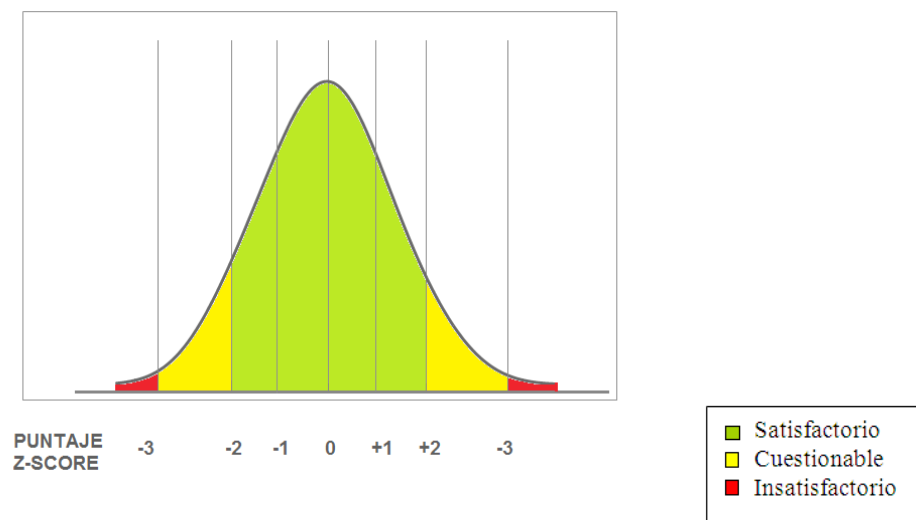
Dónde:

c es la concentración expresada en fracción de masa ($\%=10^{-2}$, $\text{mg/kg}=10^{-6}$).

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 $\leq -2,99$ y; entre +2,01 y $\leq +2,99$ el resultado del laboratorio es CUESTIONABLE

$[Z] \geq 3$: el resultado del laboratorio es NO SATISFACTORIO o INSATISFACTORIO

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al CIL (Código Identificación de Laboratorio) asignado a su laboratorio, para su confidencialidad.

7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

7.1.- Datos

Los resultados enviados por los participantes se presentan en la tabla N° 5 que se encuentra en anexos. De los 6 laboratorios adscritos, el 100 % envió resultados a través del portal PEEC para un analito por lo menos.

7.2.- Técnicas y métodos

Se solicitó para esta ronda remitirse al método oficial para determinar la característica de toxicidad por lixiviación Test TCLP EPA- 1311.

Como métodos instrumentales para la determinación de los parámetros se reportaron el uso de espectrofotometría de absorción atómica por llama (EAA-llama), espectrofotometría de absorción atómica por generación de hidruros (EAA-GH) e inducción de plasma óptico (ICP-OES). El método indicado mayormente para tratar las muestras es vía húmeda (digestión por microondas).

8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

El valor asignado de esta ronda fue por valor de certificado y la σ_{pt} por Horwitz.

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

Tabla N° 2:

Resumen análisis estadístico muestra

Parámetros	As	Ba	Cd	Cr	Hg	Ag	Pb
	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)
n	6	5	6	6	5	3	6
Valor asignado	6,69	45,1	43,1	0,104	0,459	0,0349	3,23
σ_{pt}	0,804	4,067	3,914	0,02	0,083	0,009	0,433

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico para cada analito, en la tabla N°5, 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°3:

Tabla N°3:
Concentraciones Máximas Permisibles de analitos en evaluación

N° CAS	Analito	CMP (mg/L)
N° CAS 7440-38-2	Arsénico	5
N° CAS 7440-39-2	Bario	100
N° CAS 7440-43-9	Cadmio	1
N° CAS 7440-47-3	Cromo	5
N° CAS 7439-97-6	Mercurio	0,2
N° CAS 7440-22-4	Plata	5
N° CAS 7439-92-1	Plomo	5

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°4 correspondería a un material peligroso.

Tabla N°4:
Valores de referencia para el material de ensayo en evaluación

Analito	Valor de referencia (mg/L)
Arsénico	6,69
Bario	45,1
Cadmio	43,1
Cromo	0,104
Mercurio	0,459
Plata	0,0349
Plomo	3,23

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

Se realizaron los gráficos (ver anexos) de dispersión lineal, sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios para cada analito. Indicándose los límites de satisfactorio y cuestionable.

Asimismo, se elaboraron gráficas circulares para expresar los resultados porcentuales obtenidos en cada caso, de los parámetros en evaluación.

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) Para el análisis de Arsénico se obtuvo un 86% de desempeño satisfactorio y 14% insatisfactorio.
- b) Para el análisis de Bario se obtuvo un 80% de desempeño satisfactorio y 20% insatisfactorio.
- c) Para el análisis de Cadmio se obtuvo un 67% de desempeño satisfactorio, 17% cuestionable y 17% insatisfactorio.
- d) Para el análisis de Plomo se obtuvo un 33% de desempeño satisfactorio, 33% cuestionable y 33% insatisfactorio.
- e) Para el análisis de Cromo se obtuvo un 50% de desempeño satisfactorio, 33% cuestionable y 17% insatisfactorio.
- f) Para el análisis de Mercurio se obtuvo un 80% de desempeño satisfactorio y 20% cuestionable.
- g) Para el análisis de Plata se obtuvo un 33% de desempeño satisfactorio, 33% cuestionable y 33% insatisfactorio.
- h) Se sugiere revisar las causas de desviaciones en los resultados para los laboratorios que cuenten con un Z-score dentro del rango no satisfactorio.
- i) 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.

12. ANEXOS

Tabla N°5:

Resultados reportados, valores de Z-Score y evaluación de desempeño.

Evaluación desempeño	E
Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

a. - Arsénico

Código CIL	Resultado mg/L	Z-Score	Evaluación
QAMA 1362	2,931	-4,67	I
QAMA 1363	6,64	-0,06	S
QAMA 1364	7,57	1,09	S
QAMA 1386	8,003	1,63	S
QAMA 1396	5,961	-0,91	S
QAMA 1404	6,3	-0,49	S

b. - Bario

Código CIL	Resultado mg/L	Z-Score	Evaluación
QAMA 1362	21,13	-5,89	I
QAMA 1363	42,2	-0,71	S
QAMA 1364	*	*	*
QAMA 1386	42,996	-0,52	S
QAMA 1396	48,15	0,75	S
QAMA 1404	47,71	0,64	S

*: No informa resultado.

c.- Cadmio

Código CIL	Resultado mg/L	Z-Score	Evaluación
QAMA 1362	2,846	-10,29	I
QAMA 1363	41,9	-0,31	S
QAMA 1364	52,96	2,52	C
QAMA 1386	43,138	0,01	S
QAMA 1396	41,7	-0,36	S
QAMA 1404	47,5	1,12	S

d.- Plomo

Código CIL	Resultado mg/L	Z-Score	Evaluación
QAMA 1362	0,205	-6,98	I
QAMA 1363	0,68	-5,89	I
QAMA 1364	3,646	0,96	S
QAMA 1386	2,301	-2,14	C
QAMA 1396	3,029	-0,46	S
QAMA 1404	2,31	-2,12	C

e.- Cromo

Código CIL	Resultado mg/L	Z-Score	Evaluación
QAMA 1362	0,29	7,95	I
QAMA 1363	0,08	-1,03	S
QAMA 1364	0,099	-0,21	S
QAMA 1386	0,047	-2,44	C
QAMA 1396	0,092	-0,51	S
QAMA 1404	0,172	2,91	C

f. - Mercurio

Código CIL	Resultado mg/L	Z-Score	Evaluación
QAMA 1362	0,239	-2,66	C
QAMA 1363	*	*	*
QAMA 1364	0,525	0,80	S
QAMA 1386	0,334	-1,51	S
QAMA 1396	0,355	-1,26	S
QAMA 1404	0,38	-0,96	S

*: No informa resultado.

g. - Plata

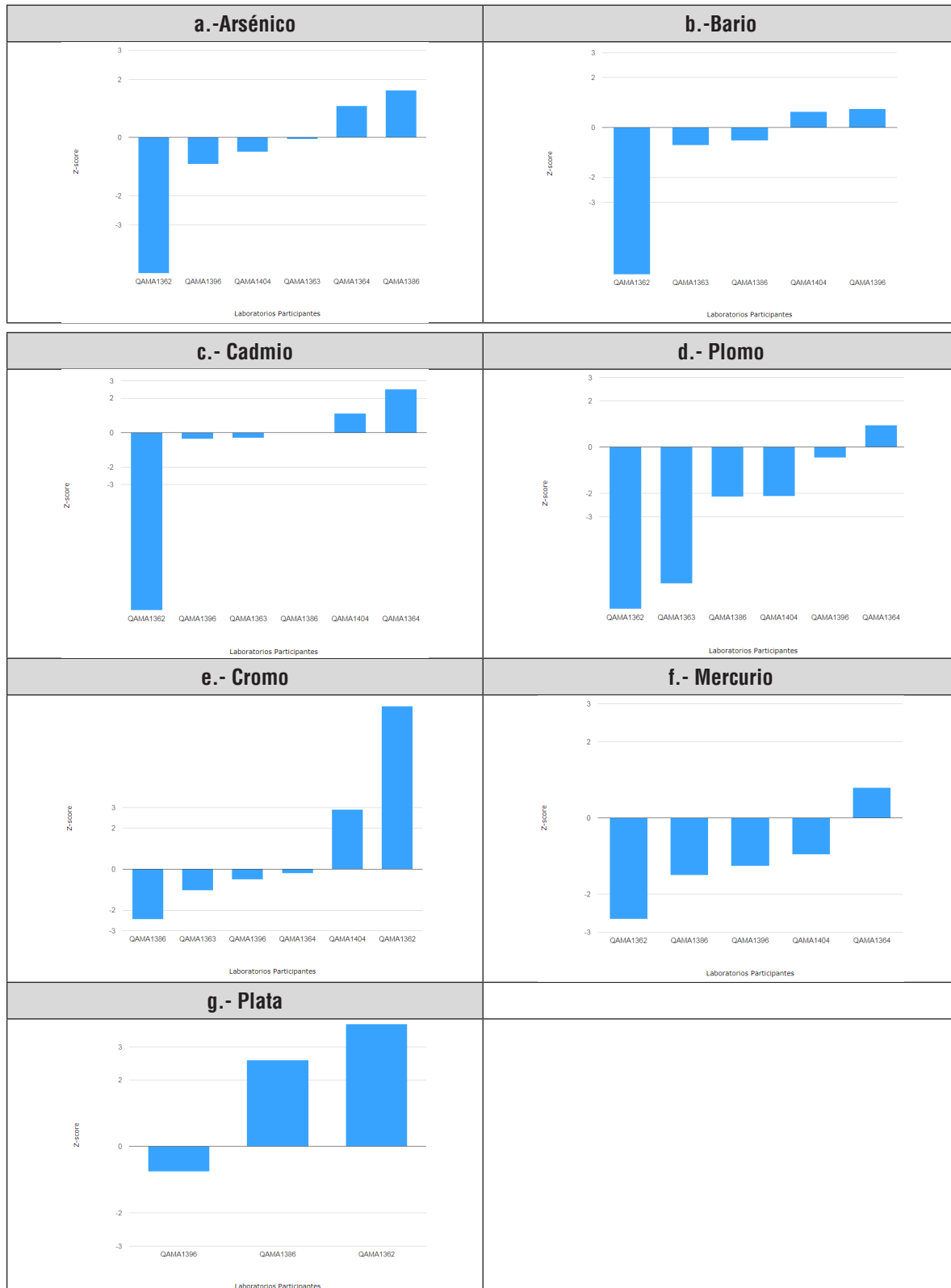
Código CIL	Resultado mg/L	Z-Score	Evaluación
QAMA 1362	0,069	3,69	I
QAMA 1363	*	*	*
QAMA 1364	*	*	*
QAMA 1386	0,059	2,61	C
QAMA 1396	0,028	-0,75	S
QAMA 1404	*	*	*

*: No informa resultado.

Gráfica 1.-
Gráfica Porcentual de Evaluación de Desempeño



Gráfica 2.
Distribución de Z-score



Gráfica 3.
Gráfica de Dispersión

