

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

CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS INORGÁNICOS

INFORME SP12-2015 V.0



P E E C
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD



CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS
PELIGROSOS INORGÁNICOS

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 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	6
9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO	8
10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS	8
11. REFERENCIAS	9
12. ANEXOS	10

1. LISTA DE PARTICIPANTES

Departamento química y medio ambiente, laboratorio medio ambiente CESMEC A.A.	Santiago
Laboratorio de química ambiental CENMA	Santiago
Laboratorio de servicios analíticos	Concepción
Laboratorio Environmental Services de SGS Chile, sede Santiago	Santiago
Laboratorio HIDROLAB S.A.	Santiago
Sección Química Ambiental, Instituto de Salud Pública de Chile	Santiago

2. RESPONSABLES

Responsable de la organización y desarrollo de esta ronda:

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

Colaboradores:

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

3. INTRODUCCIÓN

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma (SP12-2015): “Caracterización de Residuos Peligrosos Inorgánicos”, 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) 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 - ENVÍO

El material enviado consistió en dos ítems de ensayo (muestra y duplicado) en matriz de suelo contaminado, con un contenido total aproximado de 100 gramos cada uno, los que fueron dosificados y envasados en frascos de vidrio previamente esterilizados.

Los analitos a ensayar correspondieron a 5 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 ($\pm U k=2$):

Arsénico As	trazable a NIST SRM 3103a	(1,70 ± 0,143)	mg/L
Bario Ba	trazable a NIST SRM 3104a	(4,51 ± 0,243)	mg/L
Cromo Cr	trazable a NIST SRM 3112a	(3,64 ± 0,526)	mg/L
Cadmio Cd	trazable a NIST SRM 3108	(21,4 ± 0,808)	mg/L
Plomo Pb	trazable a NIST SRM 3128	(38,2 ± 1,87)	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

28/Julio/2015

Fecha límite de envío de resultados

25/Agosto/2015

Fecha informe parcial

1/Septiembre/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:

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

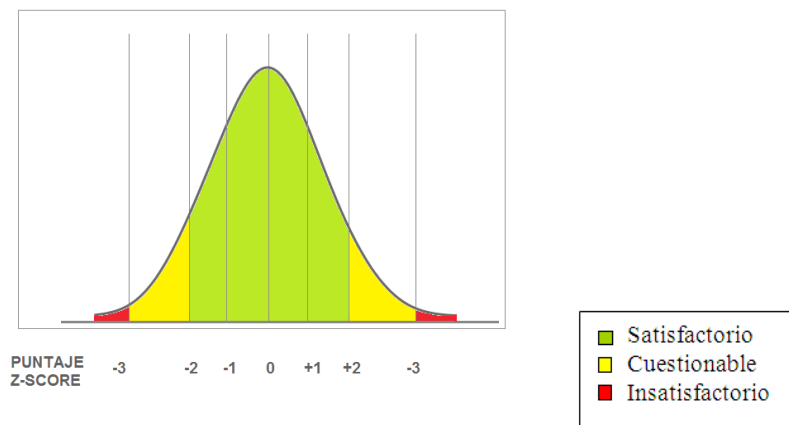
Dónde:

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 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 DEL PEEC

7.1.- DATOS

Los resultados enviados por los participantes se presentan en la tabla N° 4 que se encuentra en anexos. De los 6 laboratorios adscritos, el 100 % envió resultados a través del portal PEEC.

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) por digestión microonda.

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	As (mg/L)	Ba (mg/L)	Cr (mg/L)	Cd (mg/L)	Pb (mg/L)
n	6	6	6	6	6
Valor asignado	1,70	4,51	3,64	21,4	38,2
σ_{pt}	0,25	0,575	0,479	2,159	3,532

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 7440-38-2	Arsénico	5
N° CAS 7440-39-2	Bario	100
N° CAS 7440-43-9	Cadmio	1
N° CAS 7439-92-1	Plomo	5
N° CAS 7440-47-3	Cromo	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°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
Arsénico	1,7
Bario	4,51
Cadmio	21,4
Plomo	38,2
Cromo	3,64

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 Cadmio se obtuvo 100% de desempeño satisfactorio.
- b) Para el análisis de Plomo, el 50% obtuvo un desempeño insatisfactorio.
- c) Se sugiere revisar las causas de desviaciones en los resultados para los laboratorios que cuenten con un Z-score dentro del rango no satisfactorio.
- d) La versión final de este informe se encontrará 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°4:

Resultados de Arsénico, Bario, Cromo, Cadmio y Plomo reportados por los participantes, valores Z-score y evaluación.

Código Laboratorio	As (mg/L)	Z-score	E	Ba (mg/L)	Z-score	E	Cr (mg/L)	Z-score	E	Cd (mg/L)	Z-score	E	Pb (mg/L)	Z-score	E
QAMA1044	7,08	-0,24	S	4,399	-0,19	S	3,956	0,66	S	21,247	-0,07	S	39,57	0,39	S
QAMA1075	0,371	-5,29	I	2,557	-3,40	I	2,181	-3,04	I	2,181	-1,83	S	21,585	-4,70	I
QAMA1082	1,24	-1,83	S	3,3	-2,10	C	4,0	0,75	S	20,3	-0,51	S	40,6	0,68	S
QAMA1083	2,01	1,23	S	9,99	9,53	I	4,27	1,31	S	23,73	1,08	S	9,55	-8,11	I
QAMA1077	1,57	-0,52	S	4,531	0,04	S	3,878	0,50	S	22,614	0,56	S	43,594	1,53	S
QAMA1004	3,799	8,36	S	3,358	-2,00(+)	C	23,681	1,06	S	7,173	7,37	I	50,332	3,43	I

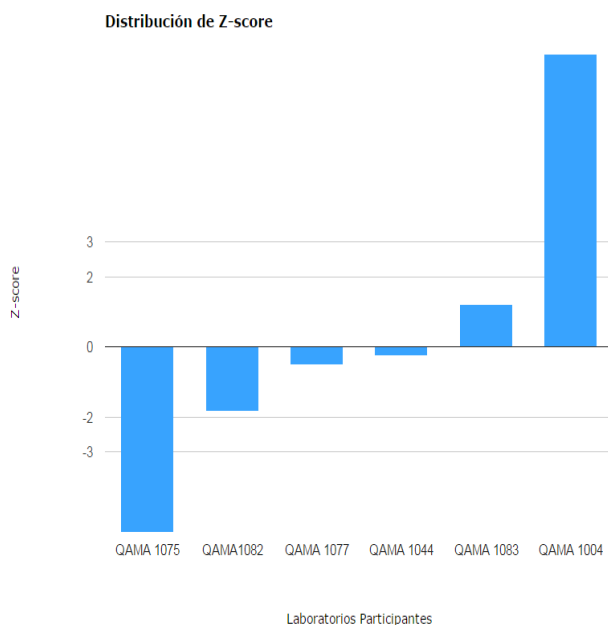
** : No informa resultado.

(+) : Valor real es 2.003478, es decir > 2.00, por eso es evaluado cuestionable

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

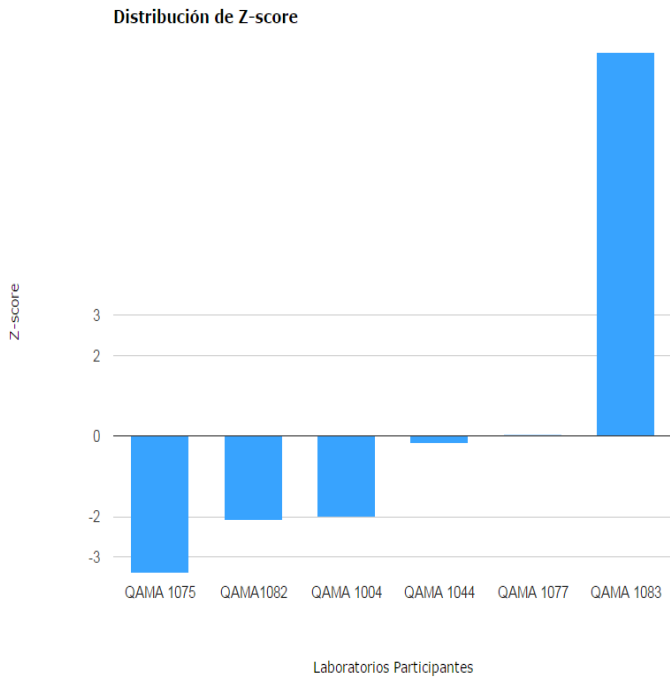
Gráfica N° 1

a) Distribución Z-score Arsénico



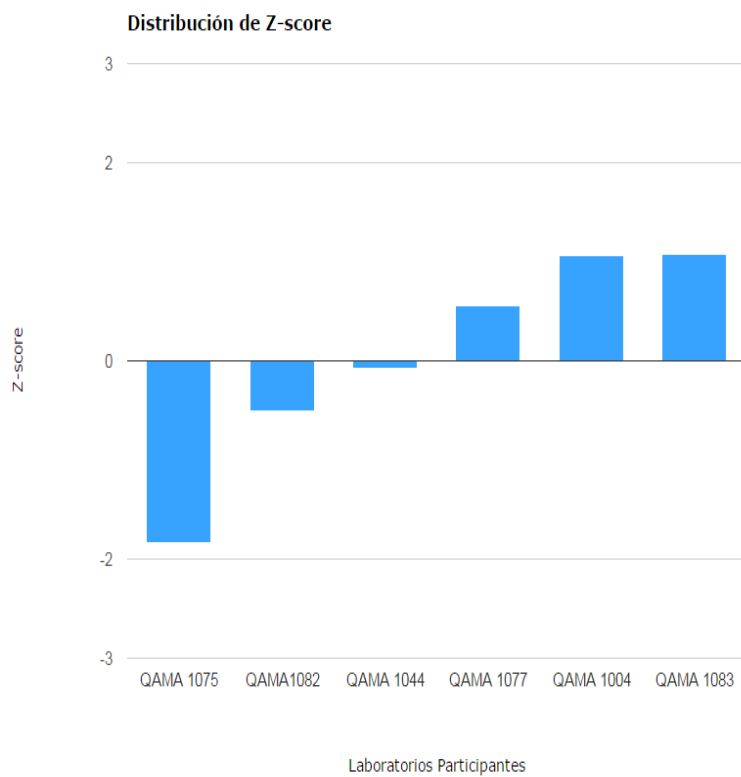
Gráfica N° 1

b) Distribución Z-score Bario



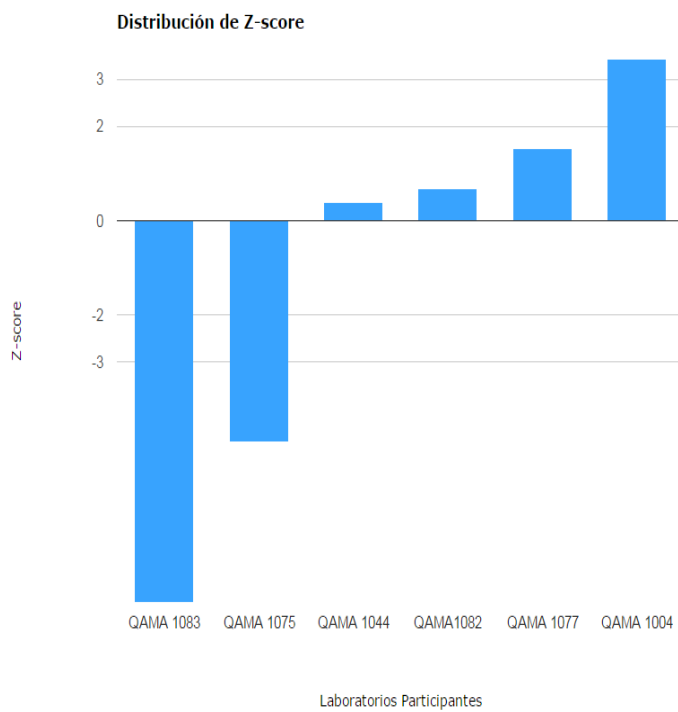
Gráfica N° 1

c) Distribución Z-score Cadmio



Gráfica N° 1

d) Distribución Z-score Plomo



Gráfica N° 1

e) Distribución Z-score Cromo

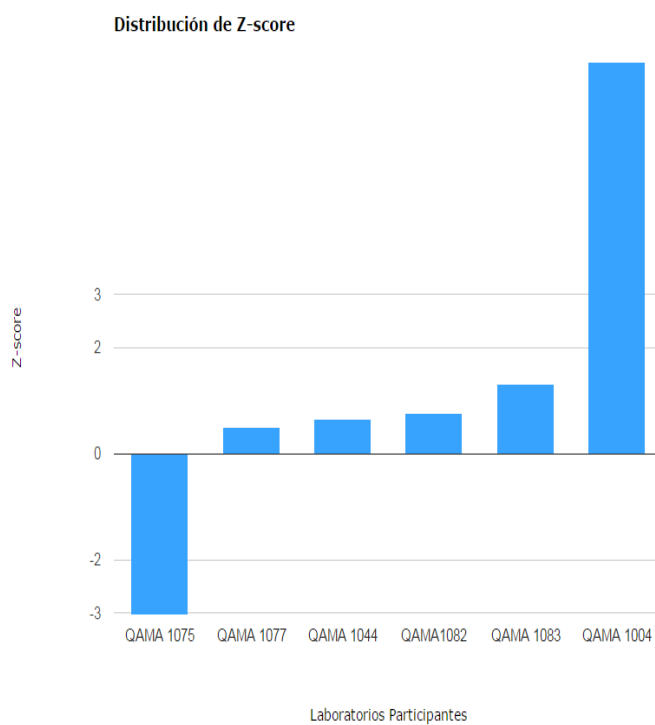


Gráfico N° 2

a): Evaluación de desempeño para Arsénico



Gráfico N° 3:
Gráfico de Dispersión en base al Sesgo (D)

