

PEEC
PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD
QUIMICA AMBIENTAL Y ALIMENTOS



INFORME RONDA DE ENSAYO DE
INTERCOMPARACION PILOTO

SUBPROGRAMA 11:
"CARACTERIZACION DE RESIDUOS
PELIGROSOS ORGANICOS"



Preparado por:
Unidad de Coordinación de Laboratorios Ambientales
Departamento de Salud Ambiental
Instituto de Salud Pública de Chile





**INFORME DE ENSAYO INTERLABORATORIO
PEEC – QUÍMICA DE ALIMENTOS Y AMBIENTAL**

**Resultados finales del Subprograma
"Caracterización de Residuos Peligrosos Orgánicos "
PEEC- SP11 -2007
Ronda Piloto**

Instituto de Salud Pública de Chile
Av. Marathon 1000, Ñuñoa
Santiago, Chile.

Teléfono: (56-2) 3507526.
Fax: (56-2) 3507589.
Página Web:
<http://www.ispch.cl/>
[Red Respel](#)

Indice

Lista de participantes.....	5
Profesionales responsables.....	5
Introducción.....	5
Material de ensayo - Envío.....	7
Cronograma.....	8
Análisis estadístico.....	8
Resultados informados por los participantes.....	9
Datos.....	9
Métodos.....	10
Análisis estadístico de los resultados informados	11
Evaluación del desempeño de los participantes.....	14
Comentarios y recomendaciones.....	15
Glosario.....	15
Referencias.....	16

1. Lista de Participantes

ALS ENVIROMENTAL

LOS EBANISTAS 8521
LA REINA
SANTIAGO

CESMEC

AVDA. MARATHON 2595
MACUL
SANTIAGO

SGS CHILE

DIVISION AGROINDUSTRIAL
IGNACIO VALDIVIESO 2409
SAN JOAQUIN
SANTIAGO

2. Profesionales Responsables

Los profesionales que colaboraron en el desarrollo de este trabajo fueron:

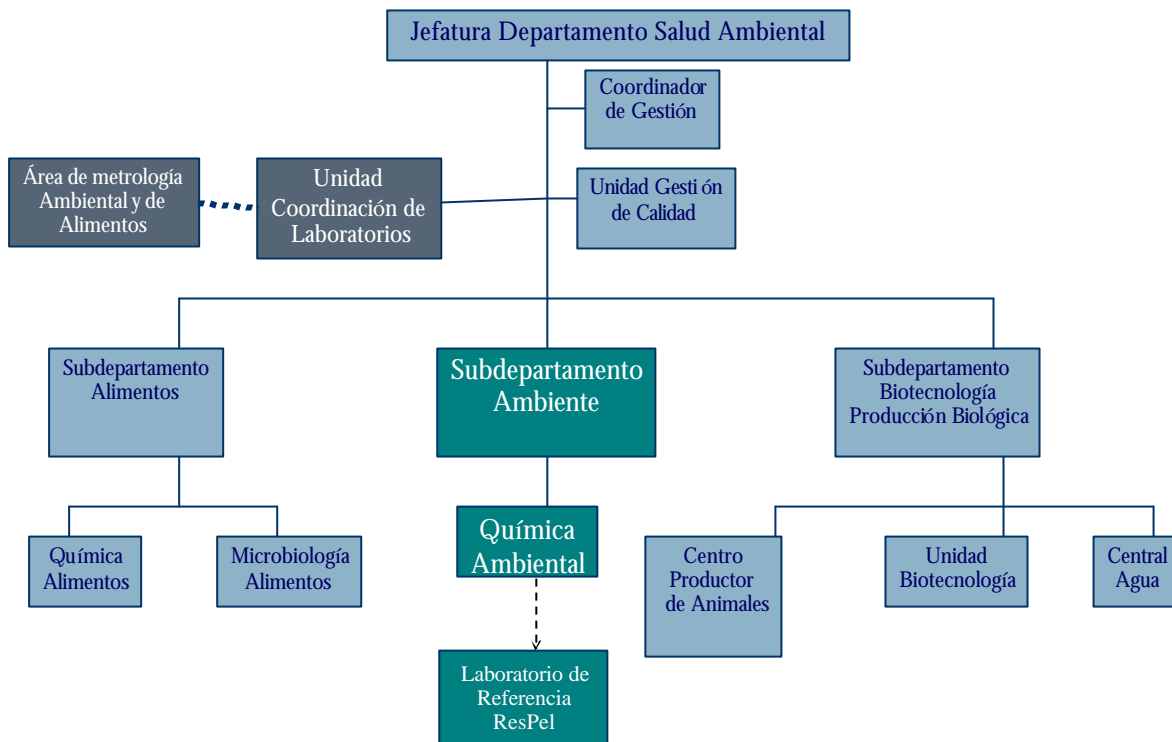
- Q.F. Soraya Sandoval (Coordinador de Ensayos Intercomparación Química de Alimentos y Ambiente)
- M.V. Luis Rodríguez (Estadístico ISP)
- Téc. Fabiola Muñoz
- Téc. Karina González

3. Introducción

El Instituto de Salud Pública (ISP), en cumplimiento de su función de Laboratorio Nacional de Referencia, normalizará las técnicas analíticas, procedimientos y metodologías para la caracterización de residuos peligrosos y evaluará anualmente a los laboratorios autorizados, por medio del programa de ensayo interlaboratorio, para determinar la fidelidad de éstos a las técnicas y procedimientos empleados y la confiabilidad de los resultados que obtienen.



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



Como una herramienta para apoyar al Ministerio de Salud en el reconocimiento de los Laboratorios de Residuos Peligrosos, el área de Metrología del Departamento de Salud Ambiental del ISP, ha desarrollado 2 ensayos de aptitud el año 2007, para la caracterización de residuos peligrosos en componentes inorgánicos y orgánicos. La primera programada para el primer semestre del 2007 y la segunda corresponde a un ensayo de intercomparación piloto programado para septiembre del 2007.

Los ensayos de aptitud mencionados, corresponden a ensayos de intercomparación y/o pruebas de desempeño, permiten evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas 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.

Por otra parte, son una herramienta valiosa del laboratorio para el sistema de aseguramiento de calidad, que permite hacer un diagnóstico del desarrollo de determinados ensayos y un aporte para el mejoramiento de la calidad de éste.

Este informe corresponde a la 1ª Ronda de Ensayos Interlaboratorio del Subprograma 11 (SP11): "Caracterización de Residuos Peligrosos Orgánicos", desarrollado por el PEEC – Química de Alimentos y Ambiental del Instituto de Salud Pública de Chile (ISP).

4. Material de Ensayo - Envío

El material de ensayo, fue una muestra de material de referencia certificado adquirido por el ISP, se enviaron dos frascos de 60 g correspondientes a muestra de ensayo y duplicado, denominados: ResPel Orgánicos - matriz de suelo, con su respectiva codificación (Código de la Muestra). Los analitos a analizar correspondieron a diferentes compuestos orgánicos que se encuentran dentro de la definición de residuos peligrosos.

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el análisis. Los resultados solicitados fueron cualitativos, es decir, la detección y no detección. Además, de dar la oportunidad al laboratorio de reportarlos cuantitativamente en mg/L. Esta información los participantes la entregarían en la planilla de resultados Excel correspondiente, con un mínimo de una cifra decimal.

Se señalaron que las metodologías analíticas a utilizar para 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.

Además, se solicitó a los participantes que informarán el tipo de método analítico utilizado para la realización de cada ensayo.

Se indicó a los participantes que se debía cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo y utilizar los elementos de protección personal adecuados al manipular el material de ensayo y al desarrollar la experiencia analítica.

El valor de referencia del material de ensayo es:

o-cresol	888,3 mg/L
m+p cresol	2123,0 mg/L
total 2,4-D	164 mg/L
Lindano	1,05 mg/L
Pentaclorofenol	117,1 mg/L
2,4,6- Triclorofenol	20,81 mg/L

5. Cronograma

Envío de Material de Ensayo	16/Octubre/2007
Fecha límite de Envío de Resultados	14/Noviembre/2007
Envío Informe Final de Evaluación de Resultados	12/Diciembre/2007*

*: 26 de diciembre

6. Análisis estadístico

6.1. Datos Inconsistentes:

Se evaluaron estadísticamente los datos inconsistentes en base a la desviación estándar de cada analito en estudio. Una vez establecido los datos aberrantes se procedió a realizar el análisis estadístico basado en el Z-score.

6.2. Z-score:

Respecto del análisis cualitativo se asignara un puntaje para cada analito correctamente detectado o no detectado, esta evaluación no será en base a Z-Score.

Respecto del análisis cuantitativo 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 de referencia del material de ensayo y, la desviación estándar del material de referencia o de los participantes.

El z-score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:

$$Z = \frac{X - m}{s}$$

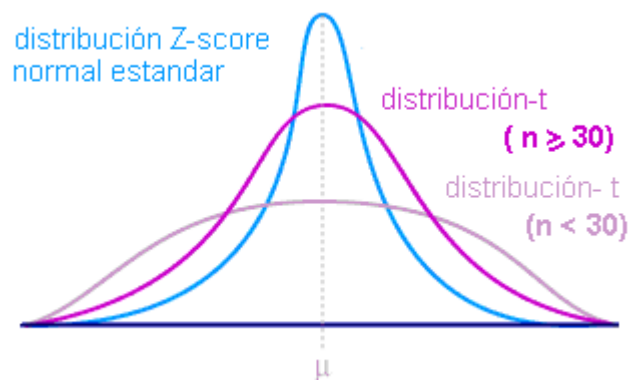
Donde:

Z= Valor Z-score

C= concentración reportada del analito en el material de ensayo

m= valor asignado o de referencia.

s = desviación estándar del material de referencia certificado.



En cualquier grupo de datos con distribución normal, los z-scores deberán estar entre el rango de ± 2 a ± 3 . Los criterios de aceptabilidad, están definidos por la puntuación obtenida por cada laboratorio, que son clasificados de la siguiente manera:

$[Z] = 2$: es decir, entre -2 y +2, el resultado del laboratorio es satisfactorio

$2 < [Z] \leq 3$: es decir, entre -2,01 y ≤ -3 y;
entre +2,01 y $\leq +3$, el resultado del laboratorio es cuestionable.

$[Z] = 3$, el resultado del laboratorio no satisfactorio, es decir, insatisfactorio.

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.

Los resultados obtenidos del estudio de Z-score se encuentran en la tabla correspondiente.

7. Resultados informados por los participantes del PEEC

7.1.- DATOS

Dos de los 3 laboratorios a los cuales se le envió el ensayo de intercomparación piloto respondieron cualitativa y cuantitativamente.

Los resultados enviado por los participantes pueden ser encontrados en la siguiente tabla:

Tabla 1: Resultados recibidos por código

Código Lab. / Cód. muestra	Analito	Promedio mg/L	Detectado
24-6231	o- cresol	278	Sí
	m+p cresol	906	Sí
	Hexacloroetano	<0,002	No
	Hexaclorobenceno	<0,001	No
	1,2-dicloroetano	<0,002	No
	Cloroformo	<0,002	No
	2,4-D	216	Sí
	Lindano	0,98	Sí
	Pentaclorofenol	73,6	Sí
	Tricloroetileno	<0,002	No
	2,4,6-triclorofenol	38,5	Sí
	Endrín	<0,001	No
	Benceno	<0,002	No
	Tetracloroetileno	<0,002	No

24-8317	o- cresol	260,5	Sí
	m+p cresol	342,2	Sí
	Hexacloroetano	---	No
	Hexaclorobenceno	---	No
	1,2-dicloroetano	---	No
	Cloroformo	---	No
	2,4-D	---	No
	Lindano	0,9	Sí
	Pentaclorofenol	260,3	Sí
	Tricloroetileno	---	No
	2,4,6-triclorofenol	23,4	Sí
	Endrín	---	No
	Benceno	---	No
	Tetracloroetileno	---	No

7.2.- Métodos

Los métodos informados por los Laboratorios que fueron utilizados para la determinación de arsénico en estudio, se encuentran a continuación:

Tabla 2: Métodos de Análisis de Residuos Peligrosos

Código laboratorio	Método utilizado
24-6231	CG-MS-ECD
24-8317	Pesticidas clorados: EPA-8081, Fenoles: EPA 8060 y volátiles: EPA 8015

8. Análisis estadístico de los resultados informados

En relación a la determinación de datos aberrantes informados, se determinó en base a la SD del Material de Referencia, en relación a esto solo se encontró un resultado aberrante para el analito bario.

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

TABLA 3: RESUMEN ANALISIS ESTADISTICO

	o-cresol	m+p cresol	2,4 D	Lindano	Pentaclorofenol	2,4,6 Triclorofenol
N	2	2	2	2	2	2
Valor de referencia, mg/L	888,3	2123,0	164	1,05	117,1	20,81
SD	344,4	---	---	0,32	41,7	19,4

En relación a la comparación de los datos cualitativos, los resultados obtenidos se observan en la siguiente tabla:

TABLA 4: Resultados Cualitativos

Analito	Valor Referencia		24-6231		24-8317	
	Promedio mg/L	Presencia	Promedio mg/L	Detectado	Promedio mg/L	Detectado
o- cresol	888,3	Sí	278	Sí	260,5	Sí
m+p cresol	2123,0	Sí	906	Sí	342,2	Sí
Hexacloroetano	---	No	<0,002	No	---	No
Hexaclorobenceno	---	No	<0,001	No	---	No
1,2-dicloroetano	---	No	<0,002	No	---	No
Cloroformo	---	No	<0,002	No	---	No
2,4-D	164,0	Sí	216	Sí	---	No
Lindano	1,05	Sí	0,98	Sí	0,9	Sí
Pentaclorofenol	117,1	Sí	73,6	Sí	260,3	Sí
Tricloroetileno	---	No	<0,002	No	---	No
2,4,6-triclorofenol	20,81	Sí	38,5	Sí	23,4	Sí
Endrín	---	No	<0,001	No	---	No
Benceno	---	No	<0,002	No	---	No
Tetracloroetileno	---	No	<0,002	No	---	No

El puntaje asignado por la detección o no detección correcta del analito por el laboratorio participante, es de 1 punto:

Analito	Material de Referencia	24-6231		24-8317	
	Presencia	Detectado	Puntaje	Detectado	Puntaje
o- cresol	Sí	Sí	1	Sí	1
m+p cresol	Sí	Sí	1	Sí	1
Hexacloroetano	No	No	1	No	1
Hexaclorobenceno	No	No	1	No	1
1,2-dicloroetano	No	No	1	No	1
Cloroformo	No	No	1	No	1
2,4-D	Sí	Sí	1	No	0
Lindano	Sí	Sí	1	Sí	1
Pentaclorofenol	Sí	Sí	1	Sí	1
Tricloroetileno	No	No	1	No	1
2,4,6-triclorofenol	Sí	Sí	1	Sí	1
Endrín	No	No	1	No	1
Benceno	No	No	1	No	1
Tetracloroetileno	No	No	1	No	1
Total	14 puntos		14		13
%	100		100		93

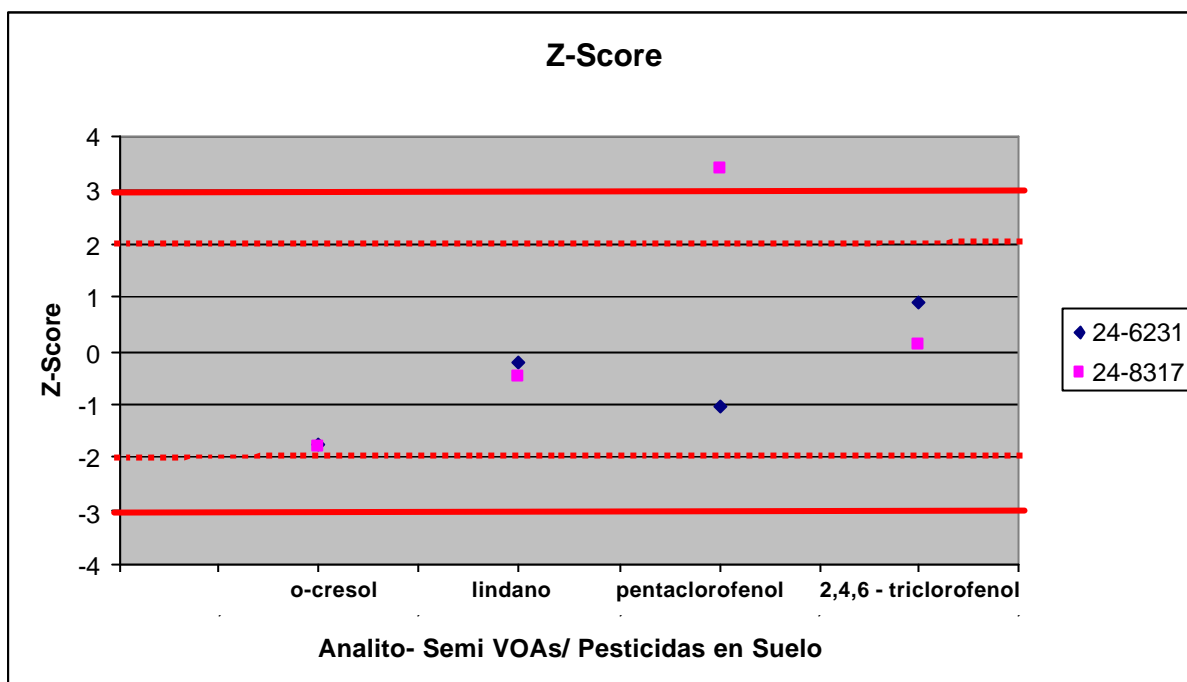
Se realizó la determinación Z-Score de los analitos presentes en el material de referencia, que reportaron en su certificado la desviación estándar, los resultados obtenidos fueron:

Analito	24-6231		24-8317	
	Promedio mg/L	Z-Score	Promedio mg/L	Z-Score
o- cresol	278	-1,77	260,5	-1,82
Lindano	0,98	-0,23	0,9	-0,48
Pentaclorofenol	73,6	-1,04	260,3	3,43
2,4,6-triclorofenol	38,5	0,91	23,4	0,13

Se puede observar a través de la tabla anterior, que sólo un resultado está fuera del rango de aceptabilidad correspondiente al analito pentaclorofenol, informado por el laboratorio 24-8317.

A continuación el gráfico de dispersión lineal, sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios para plomo. Indicándose los límites de satisfactorio y cuestionable.

Gráficos: Comportamiento de Z-score por analito y código.



En la leyenda se señalan los códigos de los laboratorios participantes.

En la siguiente tabla, se señalan las concentraciones máximas permisibles (CMP) para los analitos incluidos en este ensayo de aptitud, de acuerdo al test de toxicidad por lixiviación:

Analito	CMP (mg/L)
o- cresol (*)	200
m+p cresol(*)	200 de c/u
2,4-D	10
Lindano	0,4
Pentaclorofenol	100
2,4,6-triclorofenol	2

(*) La suma de las concentraciones de los isómeros (o-Cresol, m-Cresol y p-Cresol) debe ser inferior a la CMP establecida para el Cresol, que es de 200 mg/L.

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

Analito	Valor de referencia mg/L	Peligrosidad
o- cresol	888,3	Sí
m+p cresol	2123,0	Sí
2,4-D	164,0	Sí
Lindano	1,05	Sí
Pentaclorofenol	117,1	Sí
2,4,6-triclorofenol	20,81	Sí

9. Evaluación de desempeño

En relación a la evaluación de desempeño de los laboratorios, respecto al análisis de componentes orgánicos en un suelo, correspondiente a un residuo peligroso. Se asignó de acuerdo al Z- score obtenido una puntuación, para obtener una calificación en el análisis de Caracterización de Residuos Peligrosos Orgánicos.

Z-Score	Puntaje
$Z \leq 1$	7
$1 < Z \leq 2$	5
$2 < Z \leq 3$	3
$Z > 3$	1

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

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

La calificación respecto de la evaluación global por laboratorio es la siguiente:

Analito	24-6231		24-8317	
	Z-Score	Puntaje	Z-Score	Puntaje
o- cresol	-1,77	5	-1,82	5
Lindano	-0,23	7	-0,48	7
Pentaclorofenol	-1,04	5	3,43	5
2,4,6-triclorofenol	0,91	7	0,13	7
Evaluación/Promedio	satisfactorio	6	satisfactorio	6

En relación a la distribución de calificación de los laboratorios, los resultados obtenidos son satisfactorios.

Por otro lado, desde el punto de vista cualitativo ambos laboratorios obtuvieron sobre un 90% de aceptabilidad, respecto a los analitos presentes en el material de referencia enviado.

24-6231		24-8317	
Puntaje	%	Puntaje	%
14/14	100%	13/14	93

9. Comentarios y Recomendaciones

1. En relación, a los analitos, solamente se obtuvo un resultado inaceptable para el analito pentaclorofenol.
2. En general los dos laboratorios participantes, obtuvieron una evaluación satisfactoria en cuanto a la detección de los analitos.
3. Se recomienda a los laboratorios informar los límites de detección para cada analito, a fin de que se pueda realizar a futuro, una mejor evaluación de la metodología utilizada.
4. Tratándose de un ensayo de aptitud piloto, la presente experiencia permitira mejorar la evaluación de los datos y los procedimientos de desarrollo del ensayo de aptitud.
5. Se recomienda a los laboratorios evaluar las posibles causas de desviación de los resultados.

10. Glosario

Calibración: Conjunto de operaciones que permiten establecer, en condiciones específicas, la relación existente entre los valores indicados por un instrumento de medida o un sistema de medida, o los valores representados por una medida material o un material de referencia, y los valores correspondientes a una magnitud obtenidos mediante un patrón de referencia.

Certificado del Material de Referencia: Documento que acompaña a un material de referencia certificado que establece el valor, y su incertidumbre de medida asociada, de una o más de sus propiedades, y confirma que se han seguido los procedimientos necesarios para asegurar su validez y trazabilidad.

Criterios de Aceptabilidad: Exigencias de una característica de funcionamiento en función de las cuales se puede determinar que un método analítico es adecuado para la finalidad perseguida y ofrece resultados fiables.

Desviación estándar (DS): Es la medida de cómo se dispersan los valores alrededor de la medida en la distribución de valores.

Desviación estándar residual: Medida que refleja la dispersión de los valores procedentes de la diferencias entre las señales observadas y las predichas denominadas residuos.

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

Material de Referencia (MR): Es el material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y están bien definidos para permitir utilizarlos para la calibración de un instrumento, la evaluación de un método de medición o la asignación de valores a los materiales.

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.

11. 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.