

PEEC
PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD
QUIMICA AMBIENTAL Y ALIMENTOS



INFORME RONDA DE ENSAYO DE
INTERCOMPARACION
SUBPROGRAMA 11:
"CARACTERIZACION DE RESIDUOS
PELIGROSOS ORGANICOS"



Preparado por:
Sección Metrología Ambiental y de Alimentos
Departamento de Salud Ambiental
Instituto de Salud Pública de Chile





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

**Resultados finales del Subprograma
"Caracterización de Residuos Peligrosos Orgánicos "
PEEC- SP11 -2008**

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.....	6
Cronograma.....	7
Análisis estadístico.....	7
Resultados informados por los participantes.....	8
Datos.....	8
Métodos.....	10
Análisis estadístico de los resultados informados	10
Evaluación del desempeño de los participantes.....	12
Comentarios y recomendaciones.....	13
Glosario.....	14
Referencias.....	15

1. Lista de Participantes

ALS ENVIROMENTAL
LOS EBANISTAS 8521
LA REINA
SANTIAGO

CESMEC
AVDA. MARATHON 2595
MACUL
SANTIAGO

2. Profesionales Responsables

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

- Q.F. Soraya Sandoval (Coordinador de Ensayos Aptitud Química de Alimentos y Ambiente)
- Ing. Amb. Marcelo Soto

Preparación encomienda ensayo de aptitud:

- Téc. Fabiola Muñoz
- Téc. Rosario Montesinos

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, como también, evaluará 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 ISP, 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 2008 de Ensayos Aptitud del Subprograma 11 (SP11): "Caracterización de Residuos Peligrosos Orgánicos", desarrollado por el PEEC – Química Ambiental y de Alimentos 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, para ello, 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 y cuantitativos en mg/L. Esta información fue entregada por los participantes 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 señalados en el certificado del material de ensayo es:

o-cresol	3,24 mg/L
m+p cresol	3,35 mg/L
2,4-D	4,22 mg/L
Pentaclorofenol	1,58 mg/L
2,4,6- Triclorofenol	0,538 mg/L

5. Cronograma

Envío de Material de Ensayo	17/Junio/2008
Fecha límite de Envío de Resultados	18/Julio/2008
Envío Informe Final de Evaluación de Resultados	18/Agosto/2008

6. Análisis estadístico

6.1. Datos Inconsistentes:

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

6.2. Z-score:

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

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

Donde:

Z= Valor Z-score

C= concentración reportada del analito en el material de ensayo

m= valor asignado o de referencia

s_h = desviación estándar de hortwiz.

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

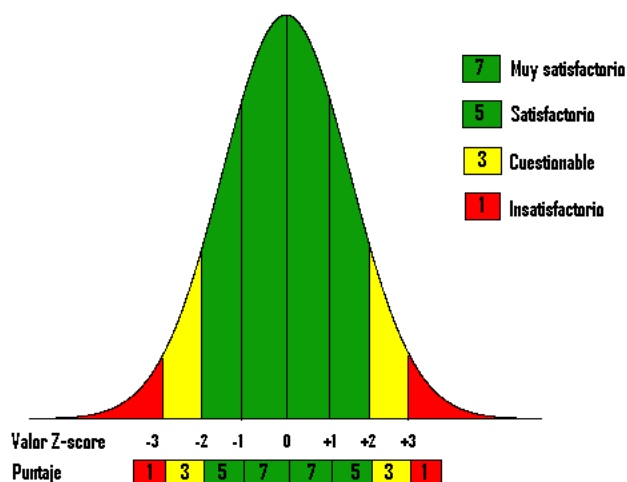


Figura 1

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 y +2, el resultado del laboratorio es satisfactorio.

$2 < [Z] \leq 3$: es decir, entre -2,1 y ≤ -3 y; entre +2,1 y $\leq +3$, el resultado del laboratorio es cuestionable.

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

Se asignó un puntaje a cada valor z-score obtenido para cada analito y se calculó el promedio obtenido por el laboratorio con el fin de realizar una evaluación global de desempeño.

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 participantes enviaron su respuesta (100% respuesta).

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

Tabla 1: Resultados recibidos por código

Código Laboratorio	Analito	Código de Muestra	Promedio Resultado	Unidades
24-6231	o-cresol	3-3A	3,870	mg/L
	m+p-cresol	3-3A	2,350	mg/L
	hexacloroetano	3-3A	<0,002	mg/L
	hexaclorobenceno	3-3A	<0,001	mg/L
	1,2-dicloroetano	3-3A	<0,002	mg/L
	cloroformo	3-3A	<0,002	mg/L
	2,4-D	3-3A	1,980	mg/L
	Lindano	3-3A	<0,001	mg/L
	Pentaclorofenol	3-3A	1,430	mg/L
	Tricloroetileno	3-3A	<0,002	mg/L
	2,4,6-triclorofenol	3-3A	0,670	mg/L
	Edrín	3-3A	<0,001	mg/L
	Benceno	3-3A	<0,001	mg/L
	Tetracloroetileno	3-3A	<0,002	mg/L
24-8317	o-cresol	1	2,500	mg/L
	m+p-cresol	1	7,200	mg/L
	hexacloroetano	1	N.S.D	mg/L
	hexaclorobenceno	1	N.S.D	mg/L
	1,2-dicloroetano	1	N.S.D	mg/L
	cloroformo	1	N.S.D	mg/L
	2,4-D	1	<1,0	mg/L
	Lindano	1	N.S.D	mg/L
	Pentaclorofenol	1	1,300	mg/L
	Tricloroetileno	1	N.S.D	mg/L
	2,4,6-triclorofenol	1	N.S.D	mg/L
	Edrín	1	N.S.D	mg/L
	Benceno	1	N.S.D	mg/L
	Tetracloroetileno	1	N.S.D	mg/L

N.S.D: No se detecta

7.2.- Métodos

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

Tabla 2: Métodos de Análisis de Residuos Peligrosos

Código laboratorio	Método utilizado
24-6231	CG-MS;CG-ECD; CG-MS purga y Trampa
24-8317	EPA-8081 OC Fenoles EPA -8060 Volátiles EPA -8015

8. Análisis estadístico de los resultados informados

Debido a contar con 2 datos no es posible realizar estudio de resultados anómalos (aberrantes).

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	Pentaclorofenol	2,4,6 Triclorofenol
N	2	2	2	2	2
Valor de referencia, mg/L	3,24	3,35	4,22	1,58	0,538
SD	0,43	0,45	0,54	0,24	0,09

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	SI	SI	1	SI	1
m+p cresol	SI	SI	1	SI	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	SI	SI	1	NO	0
Lindano	NO	NO	1	NO	1
Pentaclorofenol	SI	SI	1	SI	1
Tricloroetileno	NO	NO	1	NO	1
2,4,6-triclorofenol	SI	SI	1	NO	0
Endrín	NO	NO	1	NO	1
Benceno	NO	NO	1	NO	1
Tetracloroetileno	NO	NO	1	NO	1
Total	14 puntos		14		12
%	100		100		86

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	3,87	1,45	2,50	-1,70
m+p-cresol	2,35	-2,20	7,20	8,62
2,4 D	1,98	-4,10	<1,0	
Pentaclorofenol	1,43	-0,60	1,30	-1,20
2,4,6-triclorofenol	0,67	1,4	N.S.D	

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, 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
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	3,24	No
m+p cresol	3,35	No
2,4-D	4,22	No
Pentaclorofenol	1,58	No
2,4,6-triclorofenol	0,538	No

9. Evaluación de desempeño

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

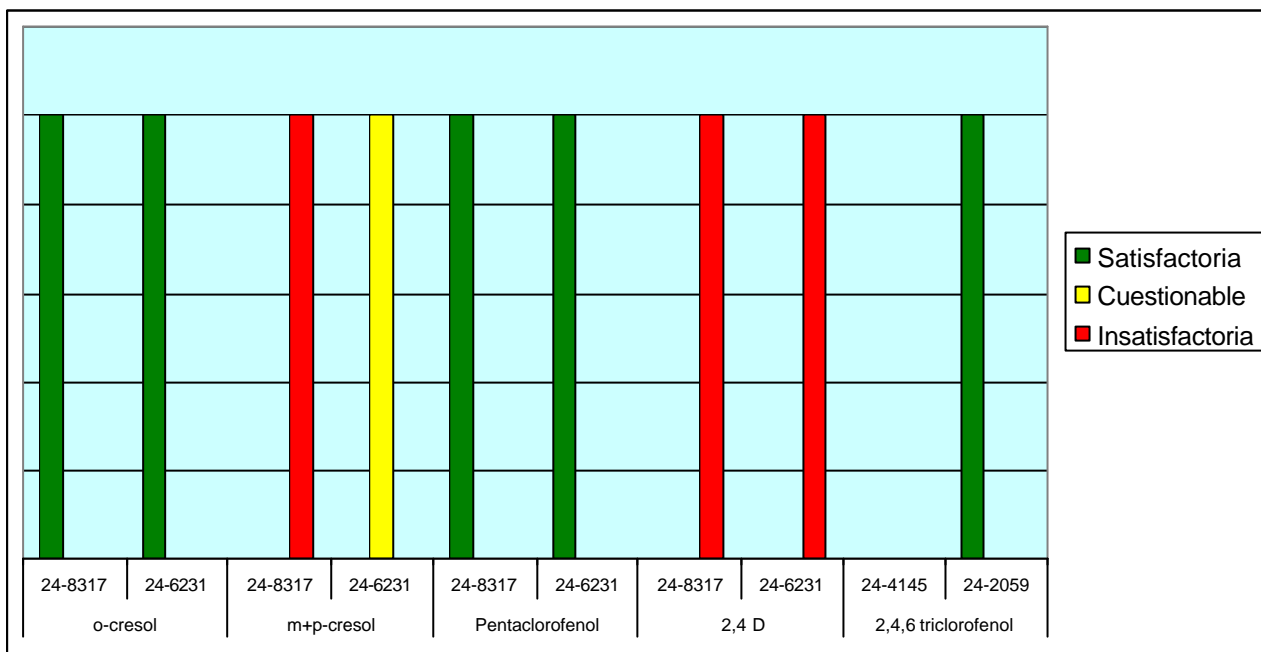
Analito	24-6231		24-8317	
	Z-Score	Puntaje	Z-Score	Puntaje
o- cresol	1,45	5	-1,70	5
m+p cresol	-2,20	3	8,62	1
2,4-D	-4,10	1	*	1
Pentaclorofenol	-0,60	7	-1,20	5
2,4,6-triclorofenol	1,4	5	*	7
Evaluación/Promedio	Cuestionable	4	Cuestionable	3

*no se calculo valor z-score pero el resultado <1 mg/L es insatisfactorio

En relación a la distribución de calificación de los laboratorios, los resultados obtenidos son cuestionables para ambos laboratorios en lo que respecta a la evaluación global.

Por otro lado, desde el punto de vista cualitativo ambos laboratorios obtuvieron sobre un 80% de aceptabilidad, respecto a los analitos presentes en el material de referencia enviado.

24-6231		24-8317	
Puntaje	%	Puntaje	%
14/14	100	12/14	86



9. Comentarios y Recomendaciones

1. En relación, a los analitos, solamente se obtuvieron 3 resultados inaceptables.
2. En general el laboratorio código N° 24-8317, reporto resultados muy alejados del valor de referencia para m+p-cresol.
3. Los dos laboratorios participantes, obtuvieron una evaluación insatisfactoria en cuanto a la determinación de 2,4-D.
4. 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.
5. Se recomienda a los laboratorios evaluar las posibles causas de desviación de los resultados.

10. Glosario

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.

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 está obligado a eliminar.

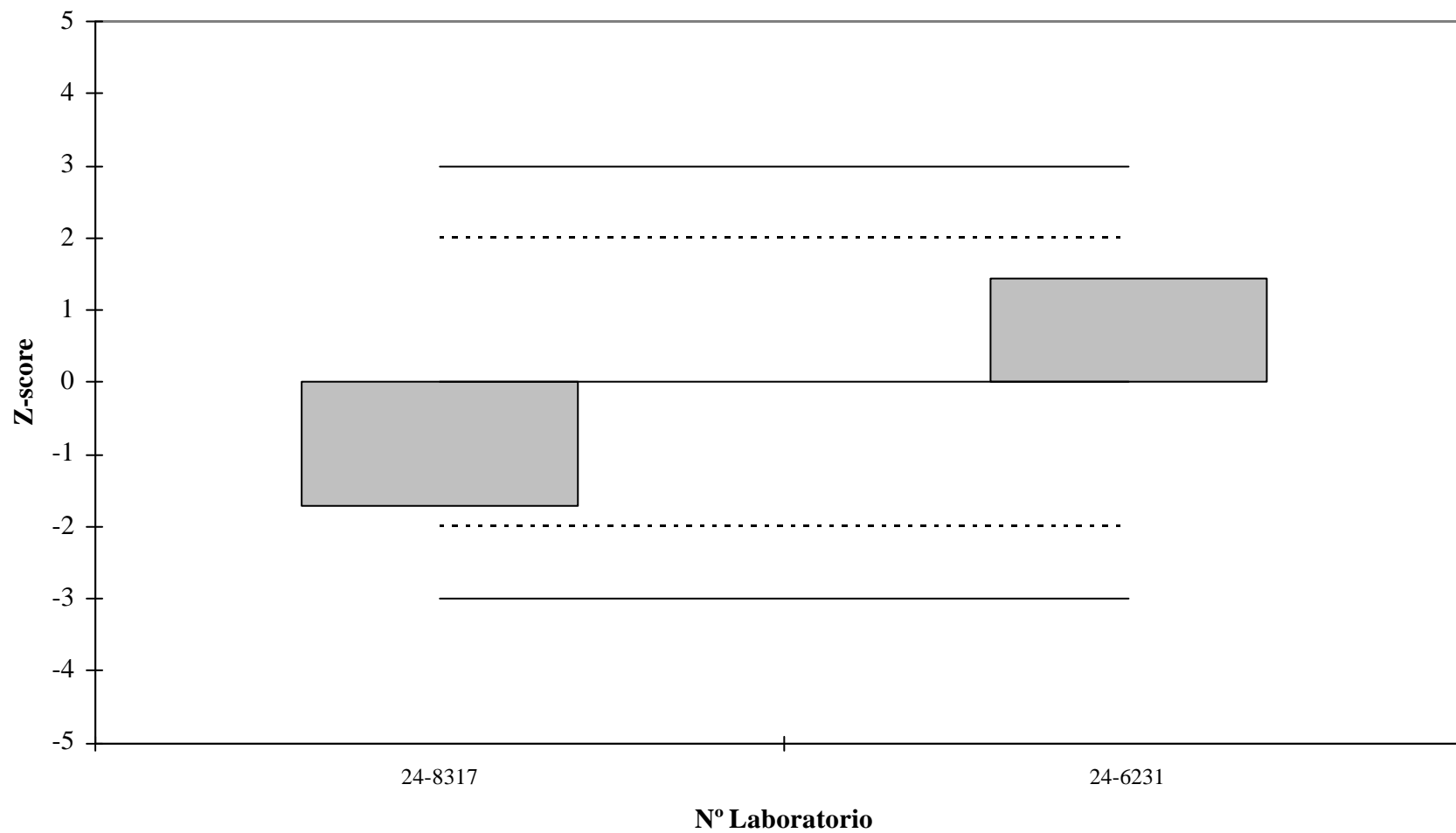
Residuo Peligroso (ResPel): Es un residuo o mezcla de residuos que presentan riesgo para la salud pública y/o efectos adversos al medio ambiente, ya sea directamente o debido a su manejo actual o previsto.

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.

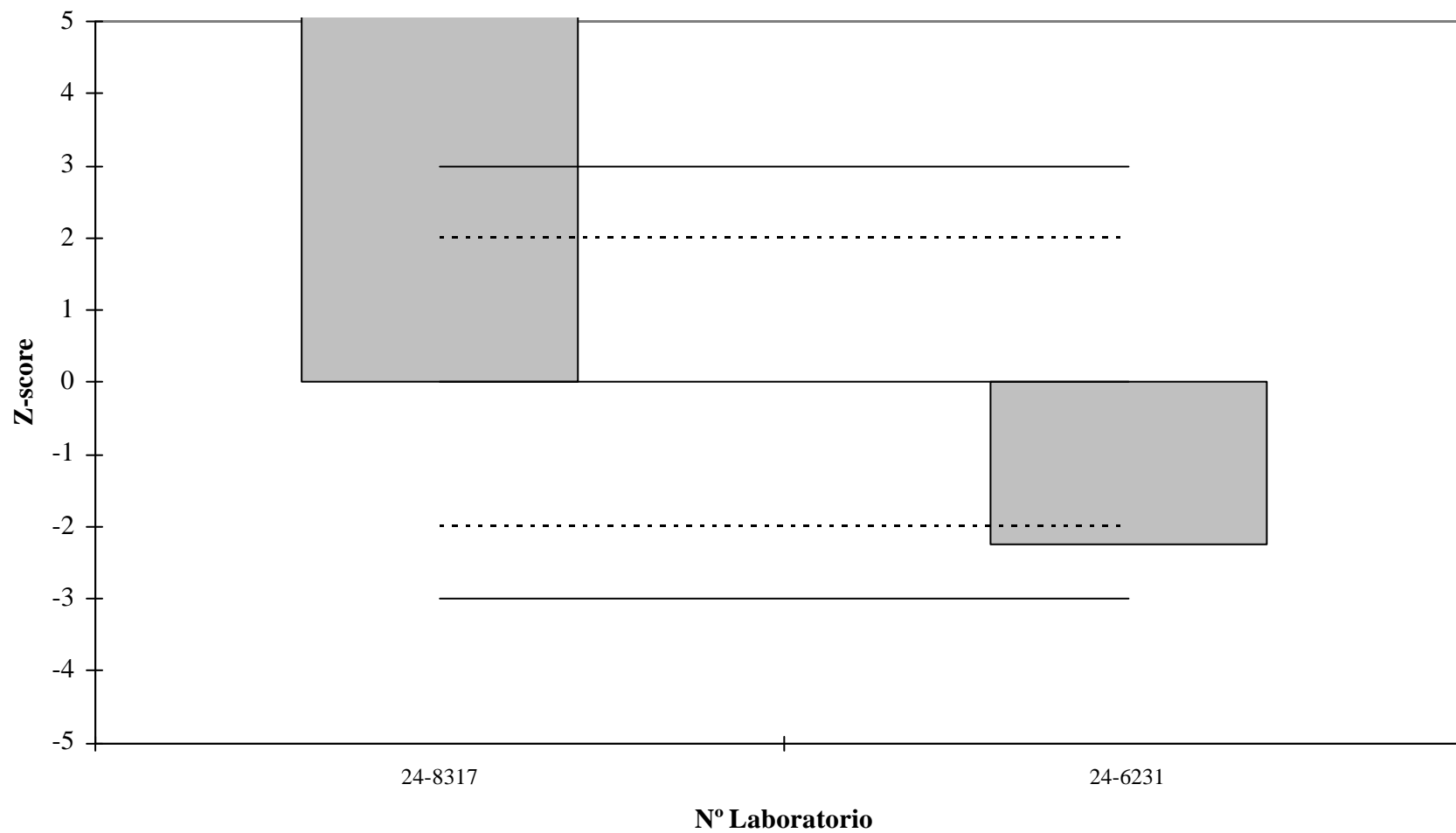
11. Referencias

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.

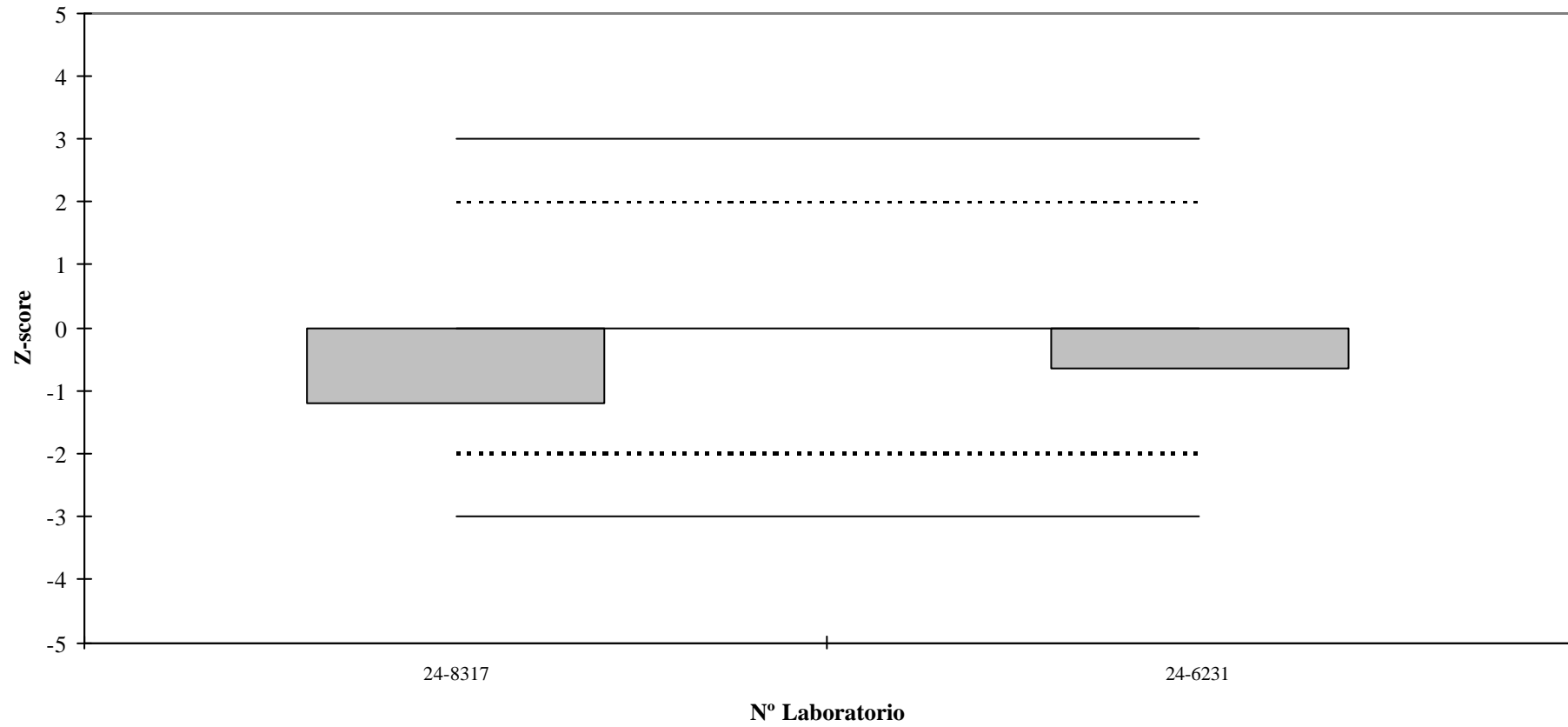
o-cresol en matriz de Suelo, Ronda PEEC
RESPEL Orgánicos, SP11- 2008.
Distribucion de Z-score.
Valor de Referencia: 3,24 mg/L.



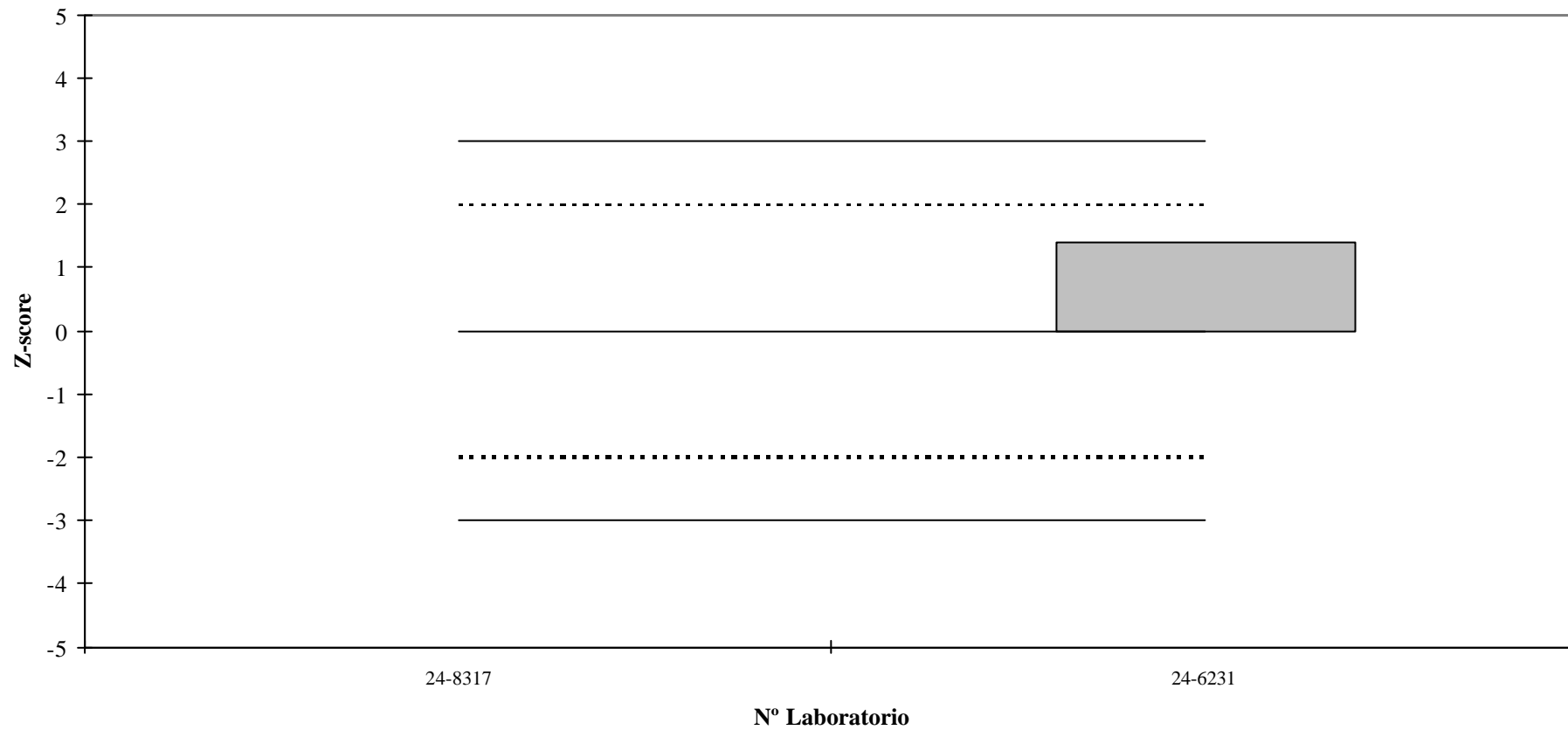
m+p-cresol en matriz de Suelo, Ronda PEEC
RESPEL Orgánicos, SP11- 2008.
Distribucion de Z-score.
Valor de Referencia: 3,35 mg/L.



Pentaclorofenol en matriz de Suelo, Ronda PEEC
RESPEL Orgánicos, SP11- 2008.
Distribucion de Z-score.
Valor de Referencia: 1,58 mg/L.



2,4,6 Triclorofenol en matriz de Suelo, Ronda PEEC
RESPEL Orgánicos, SP11- 2008.
Distribucion de Z-score.
Valor de Referencia: 0,538 mg/L.



2,4-D en matriz de Suelo, Ronda PEEC
RESPEL Orgánicos, SP11- 2008.
Distribucion de Z-score.
Valor de Referencia: 4,22 mg/L.

