



SUBPROGRAMA CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS:
CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS ÓRGANICOS

INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD
PEEC- SP11-2010

**PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD
PEEC QUÍMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS**



DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL
SECCION METROLOGÍA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS

Departamento Salud Ambiental
Instituto de Salud Pública de Chile
Avda. Marathón 1000, Ñuñoa
Santiago de Chile

Redactor Técnico:

Q.F. Soraya Sandoval R.
12.06.2010

Publicación Autorizada por:

B.Q. María Cristina Martínez
13.06.2010

soraya@ispch.cl
Teléfono: (56)(2)5755498

Indice

Lista de participantes.....	5
Profesionales responsables.....	5
Introducción.....	5
Material de ensayo - Envío.....	6
Cronograma.....	6
Análisis estadístico.....	7
Resultados informados por los participantes	8
Datos.....	8
Métodos.....	8
Análisis estadístico de los resultados informados	8
Evaluación del desempeño de los participantes.....	10
Comentarios y recomendaciones.....	10
Glosario.....	10
Referencias.....	11
Anexos.....	12

1. Lista de Participantes

ALS PATAGONIA S.A.
(División ALS Environmental)
Santiago, Chile.

Análisis Ambientales S.A.
(ANAM)
Santiago, Chile.

CESMEC S.A. -Sede Santiago
División Química
Santiago, Chile.

2. Profesionales Responsables

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

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

Preparación encomienda ensayo de aptitud:

- Técn. Claudia Nuñez

3. Introducción

El Instituto de Salud Pública (ISP), en cumplimiento de su función de Laboratorio Nacional de Referencia, normaliza las técnicas analíticas, procedimientos y metodologías para la caracterización de residuos peligrosos, como también, evalúa 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 2010 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 frasco de aproximadamente 60 g correspondientes a muestra de ensayo y duplicado, denominados: ResPel Orgánicos - matriz de suelo, con su respectiva codificación (Código de la Muestra). Los laboratorios debían informar el promedio de los resultados obtenidos de las muestras para los analitos analizados, correspondientes 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	2,76 mg/L
m+p cresol	No detectable
cresol total	2,00 mg/L
Pentaclorofenol	No detectable

El proveedor del material de referencia, RTC Corporation, organismo acreditado informa que los valores fueron determinados por CG y CG/MS en un estudio colaborativo por estadística robusta, de acuerdo a Los sistemas de calidad verificando su estabilidad y exactitud en cuanto a ISO 17025, ISO Guía 34 y 35, e ILAC G13/ 2000.

5. Cronograma

Envío de Material de Ensayo	14/Mayo/2010
Fecha límite de Envío de Resultados	14/Junio/2010
Envío Informe Final de Evaluación de Resultados	13/Julio/2010

6. Análisis estadístico

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

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:

$$Z = \frac{X - \mu}{\sigma_h}$$

Donde:

Z= Valor Z-score

X= concentración reportada del analito en el material de ensayo

μ = valor asignado o de referencia

σ_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 .

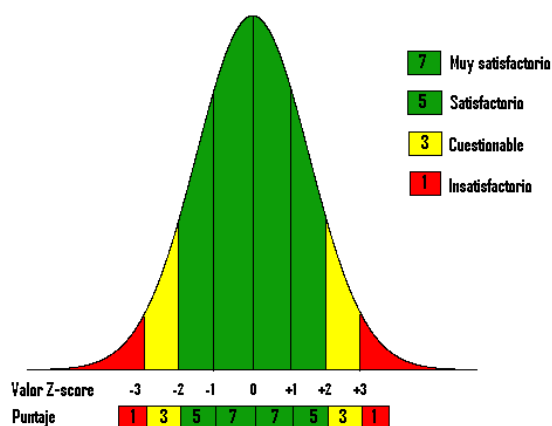


Figura 1

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] ≤ 3 : es decir, entre -2,1 y ≤ -3 y; entre +2,1 y ≤ +3,
el resultado del laboratorio es cuestionable.

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

Para los analitos evaluados cualitativamente, se asignó satisfactorio cuando su presencia o ausencia fue detectada adecuadamente por el participante, de acuerdo a lo señalado por el certificado.

Para cada analito determinado cuantitativamente, se le asignó un puntaje al valor z-score obtenido y se calculó el promedio obtenido por el laboratorio con el fin de realizar una evaluación global de desempeño, esta evaluación es de carácter orientativo.

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 3 laboratorios participantes enviaron su respuesta (100% respuesta). Los resultados enviado por los participantes pueden ser encontrados en la tabla N° 1.

7.2.- Métodos

Los métodos informados por los Laboratorios que fueron utilizados para la determinación de analitos en estudio corresponden en los tres casos a EPA-8041, EPA 8270 C y SW-846 USEPA 8270.

8. Análisis estadístico de los resultados informados

Debido a que se disponía de 3 datos no fue posible realizar estudio de resultados anómalos (aberrantes), a través del test de Grubbs.

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

TABLA N° 1: RESUMEN ANALISIS ESTADISTICO

	o-cresol mg/L	m+p cresol mg/L	Cresol total mg/L	Pentaclorofenol mg/L
N	3	3	3	3
Valor de referencia	2,76	No detectable	2,00	No detectable
SD	0,38	No aplica	0,29	No aplica

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 se encuentran en tabla N° 5 (Ver Anexos).

Los gráficos de dispersión lineal, sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios se encuentran en los anexos. Indicándose los limites 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 (Ver referencia N° 5):

TABLA N° 2: CMP de compuestos orgánicos en ResPel

Analito	CMP (mg/L)
o- cresol	200
Cresol total	200
Pentaclorofenol	100

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

TABLA N° 3: Peligrosidad del material de ensayo de acuerdo a su Valor de referencia y CMP

Analito	Valor de referencia mg/L	Peligrosidad
o- cresol	2,76	No
m+p cresol	No detectable	No
Cresol total	2,00	No
Pentaclorofenol	No detectable	No

9. Evaluación de desempeño

La calificación respecto de la evaluación global por laboratorio esta expuesta en la tabla N° 6 y 7, los gráficos se encuentran en los anexos.

10. Comentarios y Recomendaciones

1. Sólo un laboratorio obtuvo resultados insatisfactorios para los 4 analitos.
2. Se recomienda a los laboratorios evaluar las posibles causas de desviación de los resultados.
3. La versión oficial del presente informe se encuentra publicado en la página Web: www.ispch.cl

11. Glosario

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 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.

12. 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.

13. Anexos

Tabla N° 4. Resultados promedios reportados por los laboratorios

Código Laboratorio	o-Cresol mg/L	m+p-Cresol mg/L	Cresol total mg/L	Pentaclororfenol mg/L
QAA0356	2,85	N.D.	2,85	1,73
QAA0320	1,84	<0,002	1,84	<0,002
QAA0370	1,08	*	1,08	<0,0021

* No informa resultado

Tabla N° 5: Valores Z-score

Código Laboratorio	o-Cresol	m+p-Cresol	Cresol total	Pentaclororfenol
QAA0356	0,2	No aplica	2,95	No aplica
QAA0320	-2,4	No aplica	-0,55	No aplica
QAA0370	-4,4	No aplica	-3,19	No aplica

Tabla N° 6: Valores Evaluación Global Análisis Cuantitativo

Código Laboratorio	o-Cresol	Cresol total	Promedio Puntaje	Evaluación global
QAA0356	7	3	5	Satisfactoria
QAA0320	3	7	5	Satisfactoria
QAA0370	1	1	1	Insatisfactoria

Tabla N° 7: Valores Evaluación Global Análisis Cualitativo

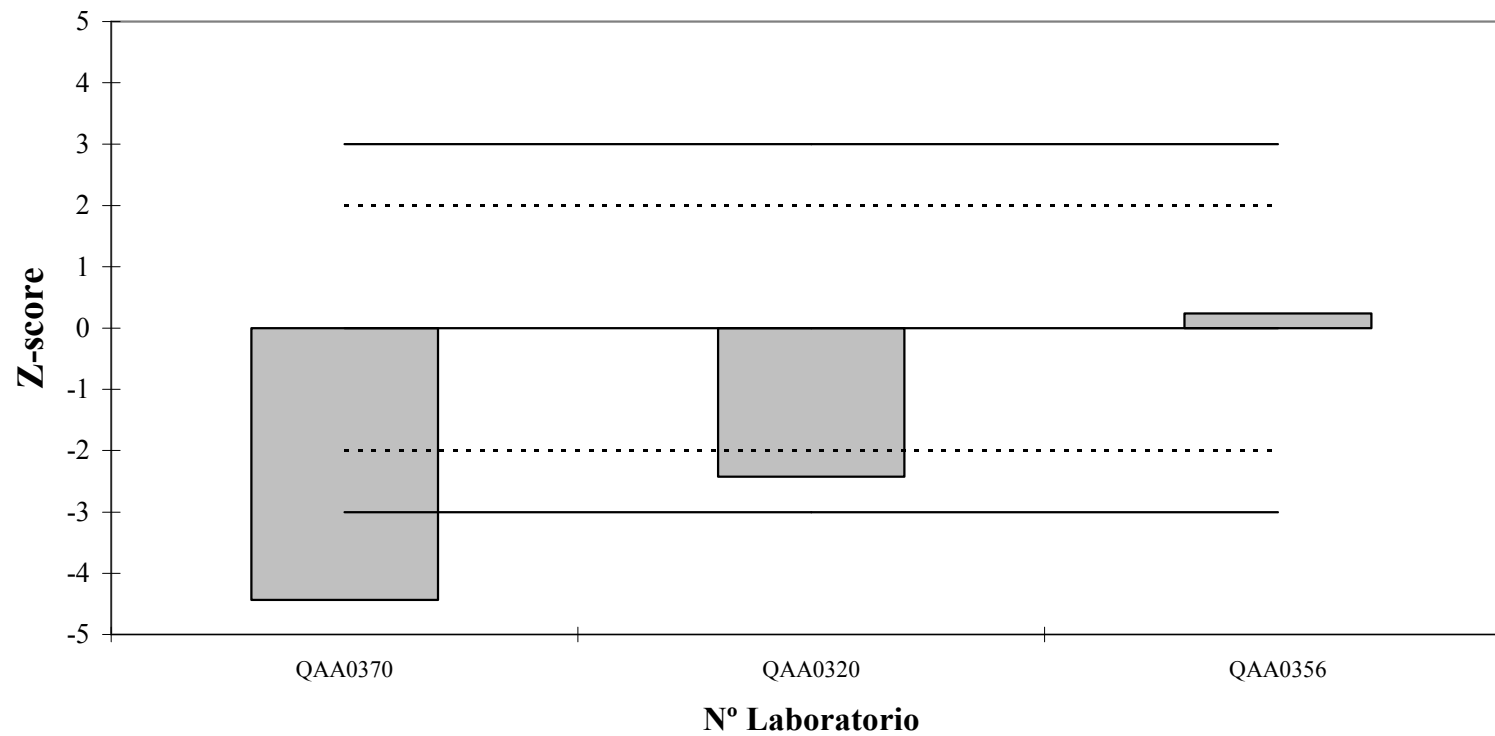
Código Laboratorio	m+p-Cresol	Pentaclororfenol
QAA0356	Satisfactorio	Insatisfactorio
QAA0320	Satisfactorio	Satisfactorio
QAA0370	-----	Satisfactorio

Gráficos Z-score:

o-cresol en matriz de TCLP suelo, Ronda PEEC, SP11, 2010.

Distribución de Z-score.

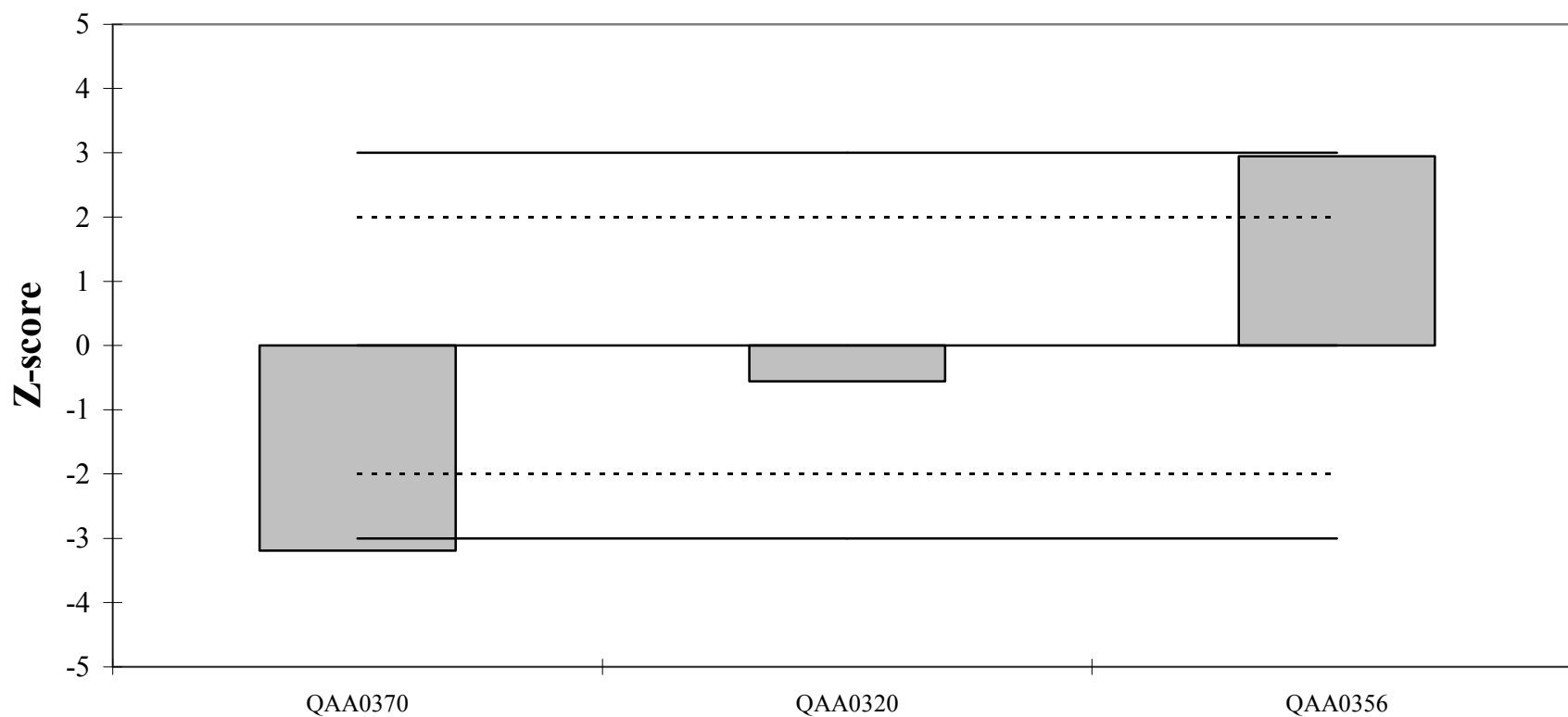
Valor Asignado: 2,76 Unidades: mg/L.



cresol total en matriz de TCLP suelo, Ronda PEEC, SP11, 2010.

Distribución de Z-score.

Valor Asignado: 2,00 Unidades: mg/L.



Gráficos de Evaluación de Desempeño:

