



SUBPROGRAMA
CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS INORGANICOS

INFORME DE ENSAYO DE APTITUD
PEEC- SP12-2010

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

0



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.

Autorizado por:

Qco. Rubén Verdugo C.
25.10.10

soraya@ispch.cl

Teléfono: (56)(2)5755748

CONTENIDO

LISTA DE PARTICIPANTES.....	3
RESPONSABLES.....	4
INTRODUCCIÓN	4
MATERIAL DE ENSAYO	5
CRONOGRAMA	5
ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	6
RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC	7
ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS.....	8
EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO.	9
COMENTARIOS Y SUGERENCIAS	9
GLOSARIO	9
REFERENCIAS.....	10
ANEXOS.....	11

1. Lista de Participantes

ALS PATAGONIA S.A.
División ALS Environmental
La Reina, Santiago.

Análisis Ambientales S.A. - ANAM
La Reina, Santiago.

CENMA
Laboratorio de Química y Referencia
medioambiental
La Reina, Chile

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

Sección Química Ambiental
Instituto de Salud Pública de Chile
Nuñoa, 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

Responsable de la preparación encomienda ensayo de aptitud:

- Téc. Claudia Nuñez

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, permiten evaluar el desempeño de las actividades analíticas desarrolladas en el área de residuos Peligrosos por los laboratorios, en este sentido, son requeridos por los organismos acreditadores y fiscalizadores, con el fin de contar con mayores antecedentes que respalden la calidad de las prestaciones analíticas realizadas.

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma 12 (SP12): "Caracterización de Residuos Peligrosos Inorgánicos", 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: un frasco de aproximadamente 60 g correspondientes a muestra de ensayo y duplicado, denominados: ResPel inorgánicos - matriz de suelo, con su respectiva codificación (Código de la Muestra). Los analitos correspondieron a diferentes metales : arsénico, cadmio, plomo y selenio.

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el análisis. Los resultados solicitados fueron cualitativos y cuantitativos expresados en mg/L. Esta información fue entregada por los participantes en la planilla de resultados Excel correspondiente, con un mínimo de dos cifras decimales.

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.

Los valores de referencia señalados en el certificado del material de ensayo es:

Arsénico (As)	4,46 mg/L	SD: 0,58	95% I.C.
Cadmio (Cd)	3,15 mg/L	SD: 0,58	95% I.C.
Plomo (Pb)	0,85 mg/L	SD: 0,32	95% I.C.
Selenio (Se)	1,67 mg/L	SD: 0,26	95% I.C.

5. Cronograma

Envío de Material de Ensayo	30/Agosto/2010
Fecha límite de Envío de Resultados	24/Septiembre/2010
Envío Informe Final de Evaluación de Resultados	26/Octubre/2010

6. Análisis estadístico

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 .

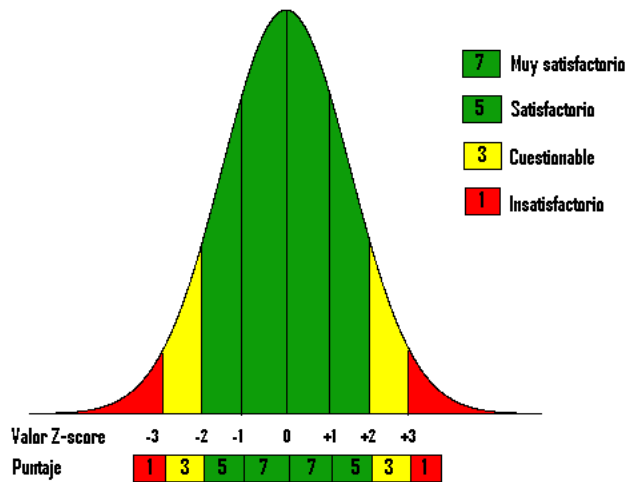


Figura 1

Los criterios de aceptabilidad, están definidos por el valor obtenido por cada laboratorio, que son clasificados de la siguiente manera:

$[Z] \leq 2$: 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.

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

Cabe señalar que para los fines del ensayo de aptitud es la evaluación Z-score individual la correspondiente al laboratorio, la que debe ser considerada como el resultado del análisis estadístico del presente interlaboratorios. Solo con el fin de realizar una evaluación global de desempeño del conjunto de los analitos, se asignó un puntaje a cada valor Z-score obtenido para cada analito y se calculó el promedio obtenido por el laboratorio. Esta evaluación solamente entrega una visión general del desempeño del laboratorio en el ámbito de los componentes inorgánicos por estos analizados.

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 5 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 todos los Laboratorios que fueron utilizados para la determinación de analitos en estudio corresponden al método EPA-1311.

8. Análisis estadístico de los resultados informados

Debido a contar con 3 datos no es posible realizar estudio de resultados anómalos (aberrantes) por el Test de Grubbs.

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

Tabla N° 2: Resumen análisis estadístico

	Arsénico	Cadmio	Plomo	Selenio
N	5	5	5	5
Valor de referencia mg/L	4,46	3,15	0,85	1,67
SD	0,570	0,424	0,139	0,247

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° 3.

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 Dto. Sup. N° 148:

Analito	CMP (mg/L)
Arsénico	5.0
Cadmio	1.0
Plomo	5.0
Selenio	1.0

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

Analito	Valor de referencia mg/L	Peligrosidad
Arsénico	4,46	No
Cadmio	3,15	Sí
Plomo	0,85	No
Selenio	1,67	Sí

9. Evaluación de desempeño

La calificación respecto de la evaluación global por laboratorio es la expuesta en la tabla N° 4. Los resultados de evaluación de desempeño Z-score por analito se encuentran en tabla N° 2 y los gráficos de distribución z-score y circulares están en los anexos.

10. Comentarios y Recomendaciones

1. 4 laboratorios obtuvieron resultados satisfactorios para los 4 analitos.
2. Se recomienda a los laboratorios evaluar las posibles causas de desviación de los resultados.
3. el 80% de los resultados reportados para los analitos plomo y arsénico fueron satisfactorios. El 100% para selenio y cadmio.
4. 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° 1. Resultados promedios reportados por los laboratorios

Código Laboratorio	N°	Arsénico	Cadmio	Plomo	Selenio	Método
QAA0320	2	4,214	3,210	0,800	1,906	EPA 1311
QAA0355	No indica	3,990	3,130	0,840	1,710	EPA 1311
QAA0356	8	5,000	3,200	0,740	1,600	EPA 1311
QAA0370	no indica	5,000	3,301	0,910	1,936	EPA 1311
QAA0375	4	5,870	2,740	0,460	1,180	EPA 1311

Tabla N° 3: Valores Z-score

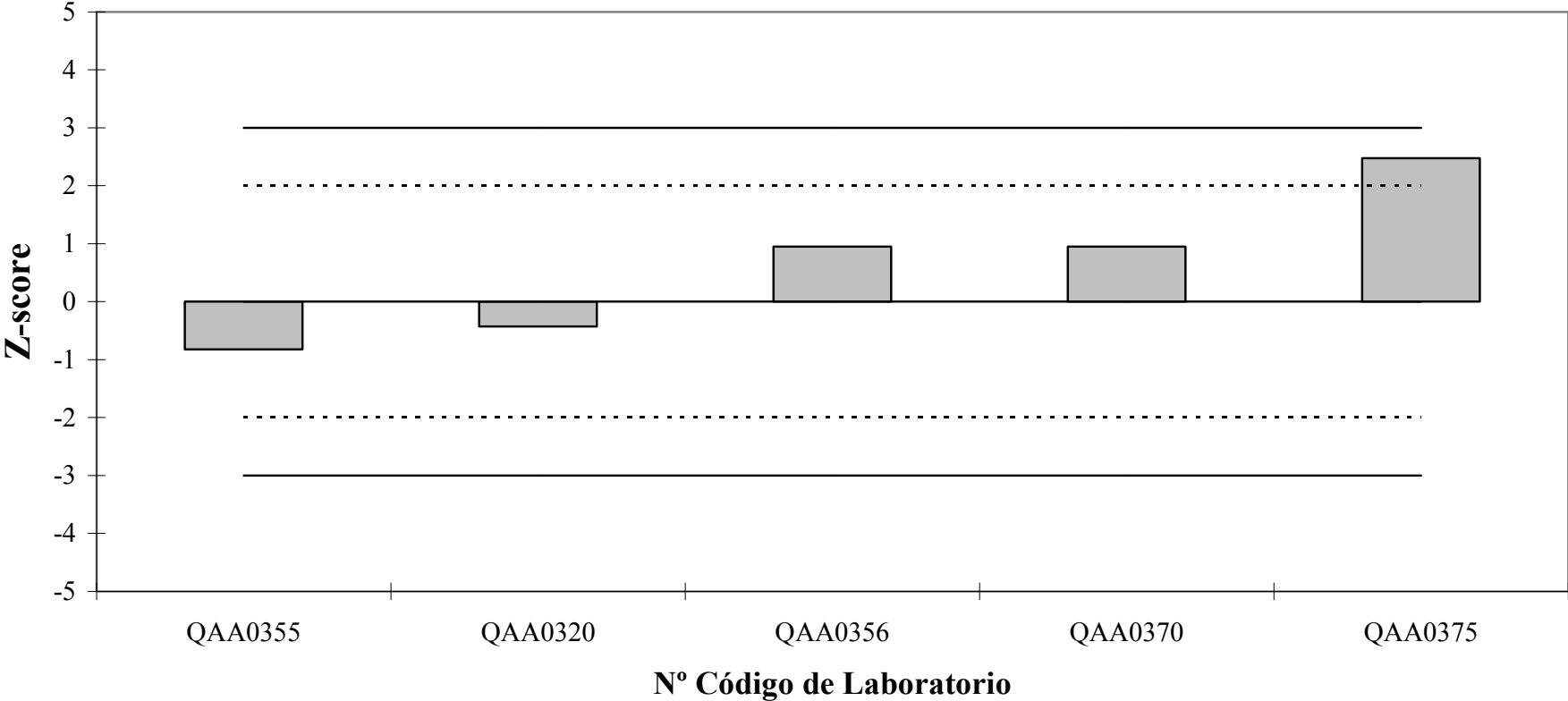
Código Laboratorio	Arsénico		Cadmio		Plomo		Selenio	
	Z-score	Evaluación	Z-score	Evaluación	Z-score	Evaluación	Z-score	Evaluación
QAA0320	-0,43	Satisfactorio	0,14	Satisfactorio	-0,36	Satisfactorio	0,95	Satisfactorio
QAA0355	-0,82	Satisfactorio	-0,05	Satisfactorio	-0,07	Satisfactorio	0,16	Satisfactorio
QAA0356	0,95	Satisfactorio	0,12	Satisfactorio	-0,79	Satisfactorio	-0,28	Satisfactorio
QAA0370	0,95	Satisfactorio	0,36	Satisfactorio	0,43	Satisfactorio	1,08	Satisfactorio
QAA0375	2,47	cuestionable	-0,97	Satisfactorio	-2,80	Cuestionable	-1,98	Satisfactorio

Tabla N° 4: Valores Evaluación Global

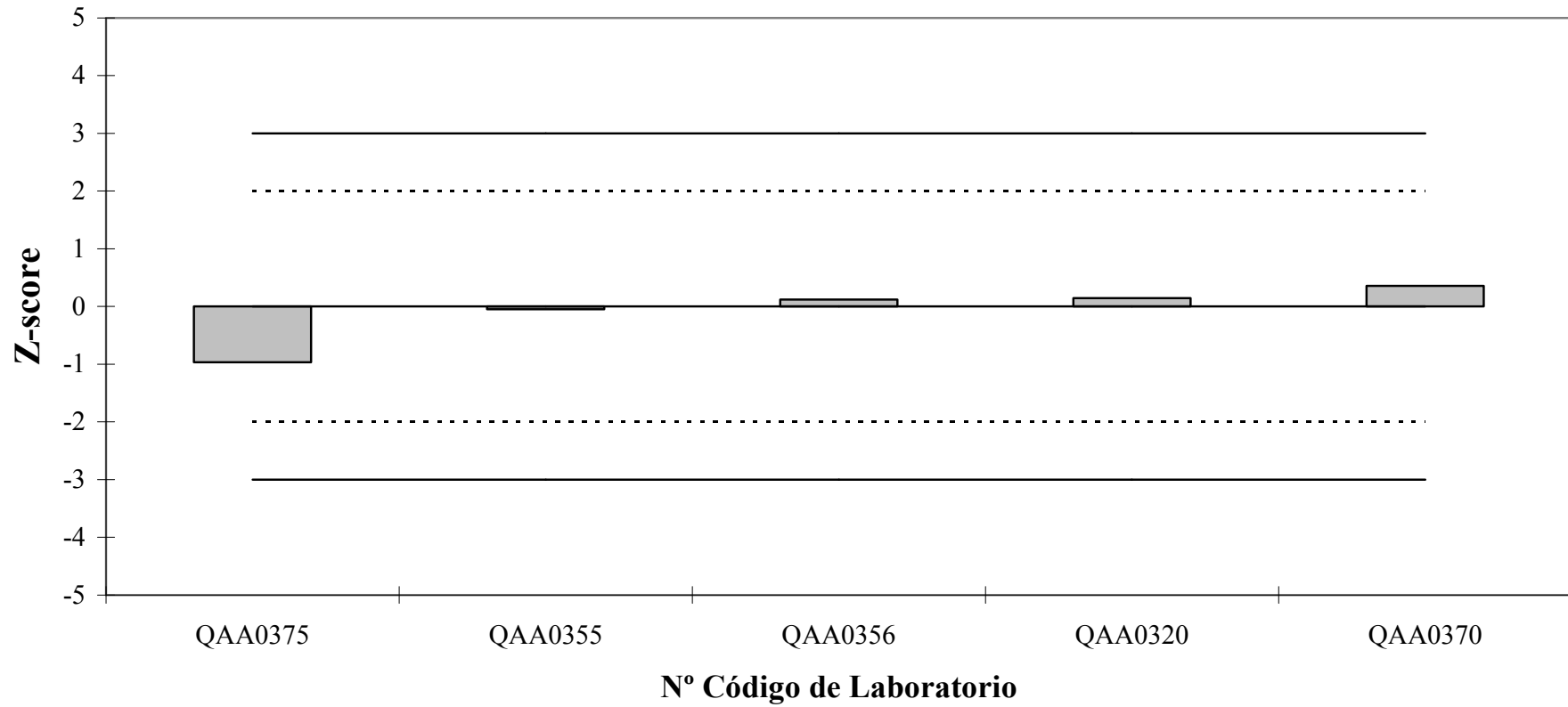
Código Laboratorio	Arsénico	Cadmio	Plomo	Selenio	Promedio Puntaje	Evaluación
QAA0320	7	7	7	7	7	Altamente satisfactoria
QAA0355	7	7	7	7	7	Altamente satisfactoria
QAA0356	7	7	7	7	7	Altamente satisfactoria
QAA0370	7	7	7	5	7	Altamente satisfactoria
QAA0375	3	7	3	5	5	Satisfactoria

Gráficos Z-score:

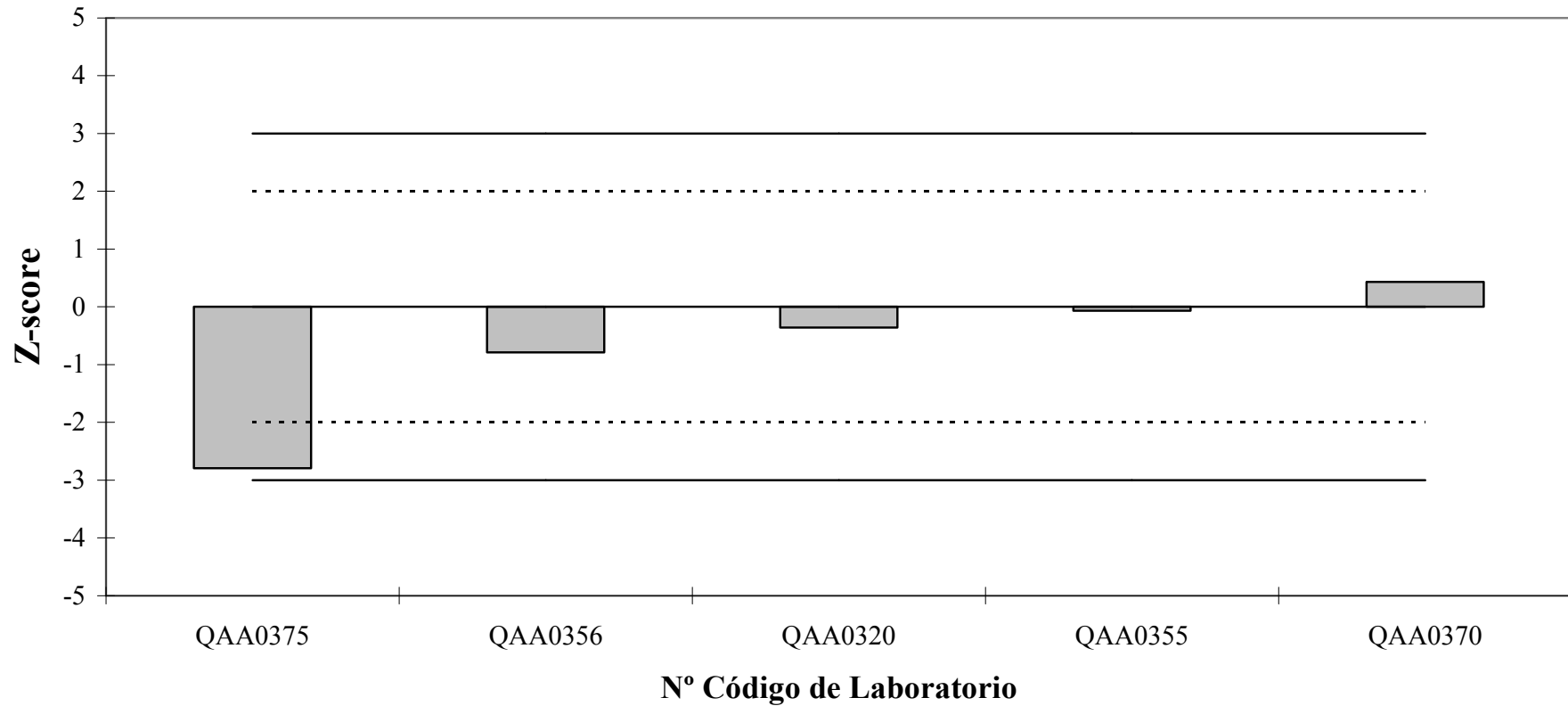
Arsénico, Ronda PEEC, SP12-2010.
Distribución de Z-score.
Valor Asignado: 4,46 Unidades: mg/L.



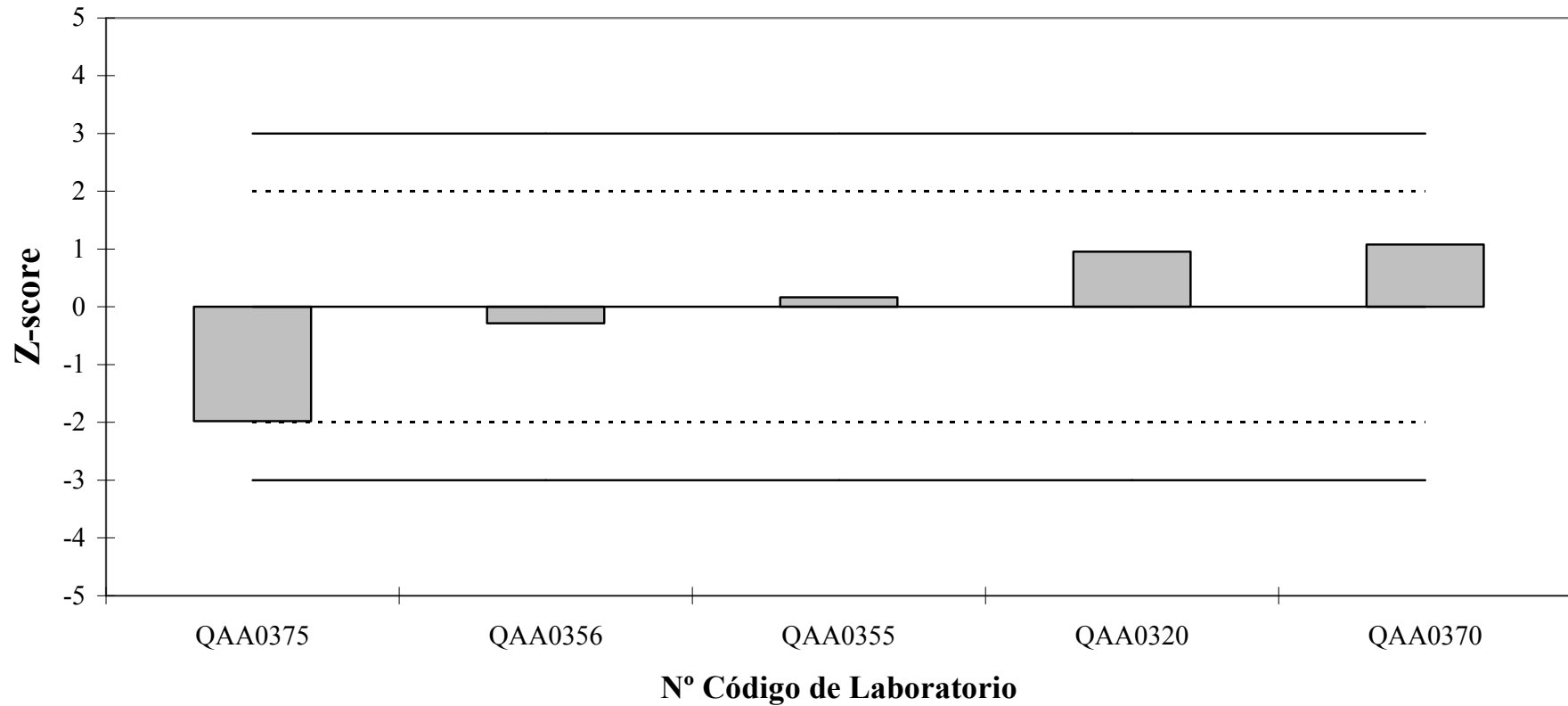
Cadmio, Ronda PEEC, SP12-2010.
Distribución de Z-score.
Valor Asignado: 3,15 Unidades: mg/L.



Plomo, Ronda PEEC, SP12-2010.
Distribución de Z-score.
Valor Asignado: 0,85 Unidades: mg/L.



Selenio, Ronda PEEC, SP12-2010.
Distribución de Z-score.
Valor Asignado: 1,67 Unidades: mg/L.



Gráficos de Evaluación de Desempeño:

