



SUBPROGRAMA CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS:
CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS ÓRGANICOS

INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD
PEEC- SP11-2012

**PROGRAMA DE EVALUACIÓN 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

Coordinador PEEC:

Leonor Esquivel M.
V.0 22.10.2012

Autorizado por:

Ruben Verdugo C.

metrologia@ispch.cl

Teléfono: (56)(2)5755475

CONTENIDO

LISTA DE PARTICIPANTES.....	4
RESPONSABLES.....	4
INTRODUCCIÓN.....	4
MATERIAL DE ENSAYO.....	4
CRONOGRAMA.....	5
ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	5
RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC.....	7
ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS.....	7
EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO.....	8
COMENTARIOS Y RECOMENDACIONES.....	8
GLOSARIO.....	10
REFERENCIAS.....	11
ANEXOS.....	12

1. Lista de Participantes

A objeto de resguardar la confidencialidad debido al número de participantes adscritos (3), no se indicará en este informe a los laboratorios participantes.

2. Responsables

- Leonor Esquivel (Coordinador PEEC)

El personal que colaboró en el desarrollo de este trabajo fue:

- Soraya Sandoval (Encargado área Química)
- Julieta De la Cruz (Personal de apoyo)
- Diego Ruiz (Personal de apoyo)

3. Introducción

El Instituto de Salud Pública, en cumplimiento de su función de Laboratorio Nacional de Referencia, evalúa anualmente a los laboratorios públicos y laboratorios privados reconocidos por SEREMI de Salud para caracterización de residuos peligrosos, por medio del programa de ensayo aptitud, con el objetivo de determinar el desempeño de las técnicas y procedimientos empleados y la confiabilidad de los resultados que obtienen.

Los ensayos de aptitud que provee el Departamento de Salud Ambiental corresponden a la cuantificación de Residuos peligrosos (ResPel) Orgánicos y ResPel Inorgánico, lo cual permite evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas en ésta área. Por lo mismo, 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 SP11 - 2012 de Ensayos Aptitud: "Caracterización de Residuos Peligrosos Orgánicos", desarrollado por el PEEC - Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile.

4. Material de Ensayo - Envío

El ítem de ensayo enviado corresponde a un Material de Referencia Certificado en matriz de suelo adquirido por el Instituto a RTC Corporation.

A los participantes les fue enviado dos Materiales de ensayo (muestra y duplicado) con su respectiva codificación (Código de la Muestra) y denominados: ResPel Orgánicos, cada uno de los cuales contenía aproximadamente 50 g de residuo peligroso en una matriz de suelo.

Los analitos a analizar correspondieron a diferentes compuestos orgánicos que se encuentran dentro de la definición de residuos peligrosos expresados en el Decreto N°148/03.

Cada participante recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y prácticas estándares de seguridad para el desarrollo del análisis.

La información referente al ensayo fue entregada por los participantes en la planilla de resultados Excel correspondiente y los resultados fueron reportados en mg/L.

Se señaló que las metodologías analíticas a utilizar para el desarrollo del ensayo de aptitud, corresponden a las oficializadas por el Ministerio de Salud, a través de la Resolución Exenta N° 292/2005.

La evaluación de la ronda estuvo conformada por una parte cuantitativa y una parte cualitativa. Al respecto, los valores de referencia señalados en el certificado del material de ensayo son:

Analito	Valor Certificado (mg/L)	± U (k=1,96)
1,4- Diclorobenceno	0,0367	0,00866
2,4- Dinitrotolueno	2,68	0,491
Heptacloro	0,0124	0,000487
2,4,5-Triclorofenol	1,14	0,163

5. Cronograma

Envío de Material de Ensayo	06/Agosto/2012
Fecha límite de Envío de Resultados	04/Septiembre/2012
Envío Informe preliminar de Resultados	28/Septiembre/2012

6. Análisis Estadístico

Los valores asignados de esta ronda corresponden al valor del certificado para cada uno de los analitos en estudio.

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 del ensayo de aptitud.

La desviación estándar del ensayo de aptitud, fue calculada en base al modelo estadístico de Horwitz.

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 Horwitz.

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

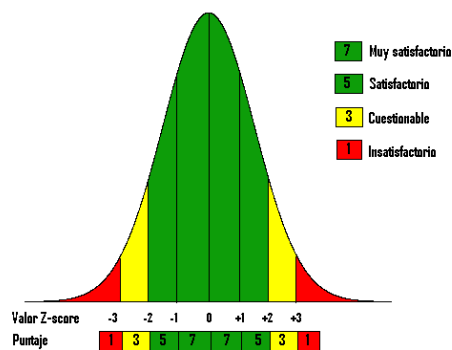


Figura 1

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 -2,00 y +2,00 el resultado del laboratorio es satisfactorio.

2 < [Z] < 3 : es decir, entre -2,01 y < -3,00 y; entre +2,01 y < +3,00 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 identificación (confidencial) asignado a su laboratorio.

7. Resultados informados por los participantes del PEEC

7.1.- Datos

De los 3 laboratorios adscritos sólo dos enviaron respuesta dentro del plazo establecido. Los resultados enviados por los participantes pueden ser encontrados en la tabla N° 4.

7.2.- Métodos

Los métodos utilizados por los Laboratorios para la determinación de analitos en estudio corresponden a: EPA 1311 con cuantificación EPA 8041 y EPA 8270.

8. Análisis estadístico de los resultados informados

No se contó con un número de datos suficiente que permitiera una evaluación estadística para determinar valores anómalos, esto es $n \geq 6$. Los laboratorios que reportaron sus resultados como " $<$ " ó " $>$ ", no son evaluados en esta ronda.

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

TABLA N° 1: RESUMEN ANALISIS ESTADISTICO

Analito	1,4 Diclorobenceno	2,4- Dinitrotolueno	Heptacloro	2,4,5-Triclorofenol
Datos				
n	2	2	2	2
Valor Certificado (mg/L)	0,0367	2,68	0,0124	1,14
σ_h	0,0097	0,3697	0,0005	0,1788

Se realizó la determinación Z-Score de los analitos presentes en el material de referencia, 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 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, que presentará característica de toxicidad extrínseca cuando el test de toxicidad por lixiviación arroje concentraciones superiores a las señaladas en la tabla N°2:

TABLA N° 2: CMP de compuestos orgánicos en ResPel

Analito	CMP (mg/L)
1,4- diclorobenceno	7,5
2,4- dinitrotolueno	0,13
Heptacloro	0
2,4,5-Triclorofenol	400

En este sentido, los resultados de toxicidad extrínseca para el material de referencia informado, determina la peligrosidad o no de esta muestra, tal es el caso del 2,4 Di nitrotolueno al encontrarse sobre el criterio máximo permisible determinaría que el residuo es peligroso

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

Analito	Valor Certificado mg/L
1,4- diclorobenceno	0,0367
2,4- dinitrotolueno	2,68
Heptacloro	0,0124
2,4,5-Triclorofenol	1,14

9. Evaluación de desempeño

La evaluación cuantitativa global por laboratorio está expuesta en la tabla N° 5 y en los gráficos ubicados en el anexo.

10. Comentarios y Recomendaciones

- a) Dos participantes QAA 0610 y QAA 0678 reportaron resultados dentro del plazo establecido.
- b) Se realizó la determinación de Z-Score de los siguientes analitos: 2,4- dinitrotolueno y 2,4,5-Triclorofenol.
- c) Los resultados de 1,4- diclorobenceno y de Heptacloro no fueron evaluados. Según los resultados reportados por los laboratorios para los analitos mencionados, éstos se encontraban presentes en la muestra en concentraciones muy cercanas o inferiores al límite de detección.

- d) Llama la atención que el laboratorio QAA 0610 reporte un Límite de detección 5,0 mg/L para el analito 1,4-diclorobenceno, valor cercano a la concentración máxima permisible.
- e) El laboratorio QAA 0678 reporta como método de referencia EPA 8270.
- f) El laboratorio QAA 0610 reporta método de referencia de preparación EPA 1311 y cuantificación por EPA 8041.
- g) Sugerimos a los laboratorios que cuenten con un Z-Score dentro del rango de cuestionables o cercano a sobrepasar el límite de resultado satisfactorio, evaluar las posibles causas de desviación de resultados.
- h) Existiendo valores de Z-Score muy superiores a [3] es importante que dichos laboratorios evalúen las causas del error del resultado, desde el punto de vista de cálculos de resultados y analítico, a fin de realizar las correspondientes medidas correctivas.

11. Glosario

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.

Valor Asignado: Valor atribuido a una propiedad particular de un ítem de ensayo de aptitud.

i) Valor conocido con resultados determinados mediante una formulación específica del ítem de ensayo de aptitud (fabricación o dilución).

ii) Valor de referencia certificado según lo determinado mediante los métodos de ensayo o medición definitivos para ensayos cuantitativos.

iii) Valores de referencia, como los determinados mediante análisis medición o comparación del ítem de ensayo de aptitud junto con un material de referencia o patrón trazable a un patrón nacional o internacional

iv) Valores consensuados por participantes expertos (que en algunos casos pueden ser laboratorios de referencia) los que deberían tener competencia demostrable en la determinación del o de los mensurandos a ensayar, utilizando métodos validados que se sepa son altamente exactos y comparables a los métodos utilizables en general.

v) valores consensuados por los participantes utilizando los métodos estadísticos descritos en ISO 13528 y en el protocolo armonizado internacional de IUPAC, teniendo en cuenta los efectos de los valores atípicos.

Desviación estándar para la evaluación de la aptitud: Es la medida de la dispersión utilizada en la evaluación de los resultados de la escala de valores y la escala diferencial, sobre los ensayos de aptitud, basados en la información disponible.

Z-score: Puntuación estadística estándar, puntuación típica, puntuación de la Z. 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 encima o debajo del valor medio o de referencia.

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.

12. Referencias

1. Abdi, H. (2007). Z-scores. In N.J. Salkind (Ed.), Encyclopedia of Measurement and Statistics. Thousand Oaks, CA: Sage.
2. Reglamento Sanitario sobre Manejo de Residuos Peligrosos. Dto. Sup. Nº 148, 12 de Junio de 2003, D. Of. 16 de Junio de 2004. Ministerio de Salud.
3. Resolución Nº 292 /2005. Fija las metodologías para caracterización de Residuos peligrosos. Ministerio de Salud.
4. Reglamento de Laboratorios Privados de Salud Pública de Caracterización de Residuos Peligrosos. Dto. Nº 173 / 2005. Ministerio de Salud.
5. Aplicación del Reglamento de Laboratorios Privados de Caracterización de Residuos Peligrosos. Circular A15/40 Ministerio de Salud.
6. USEPA. Method 1311. "Toxicity Characteristic Leaching Procedure". Code of Federal Regulations, 40 CFR Part 261, Appendix II, (1991).

13. Anexos

Tabla N° 4. Resultados reportados por los participantes.

Código Laboratorio	1,4 -Diclorobenceno mg/L	2,4- Dinitrotolueno mg/L	Heptacloro mg/L	2,4,5-Triclorofenol mg/L
QAA0610	<5,0	2,64	<0,004	1,12
QAA0660	*	*	*	*
QAA0678	<0,05	1,87	<0,01	0,68

(*) No reporta resultados

Tabla N° 5. Evaluación de z-score y evaluación de desempeño.

Analito	Código Laboratorio	QAA0610	Zscore	Evaluación	QAA0678	Zscore	Evaluación
1,4- Diclorobenceno (mg/L)		<5,0	-	-	<0,05	-	-
2,4- Dinitrotolueno (mg/L)		2,64	-0,1	Satisfactorio	1,87	-2,2	Cuestionable
Heptacloro (mg/L)		<0,004	-	-	<0,01	-	-
2,4,5-Triclorofenol (mg/L)		1,12	-0,1	Satisfactorio	0,68	-2,6	Cuestionable

Grafico Nº 1-a: Distribución datos z-score

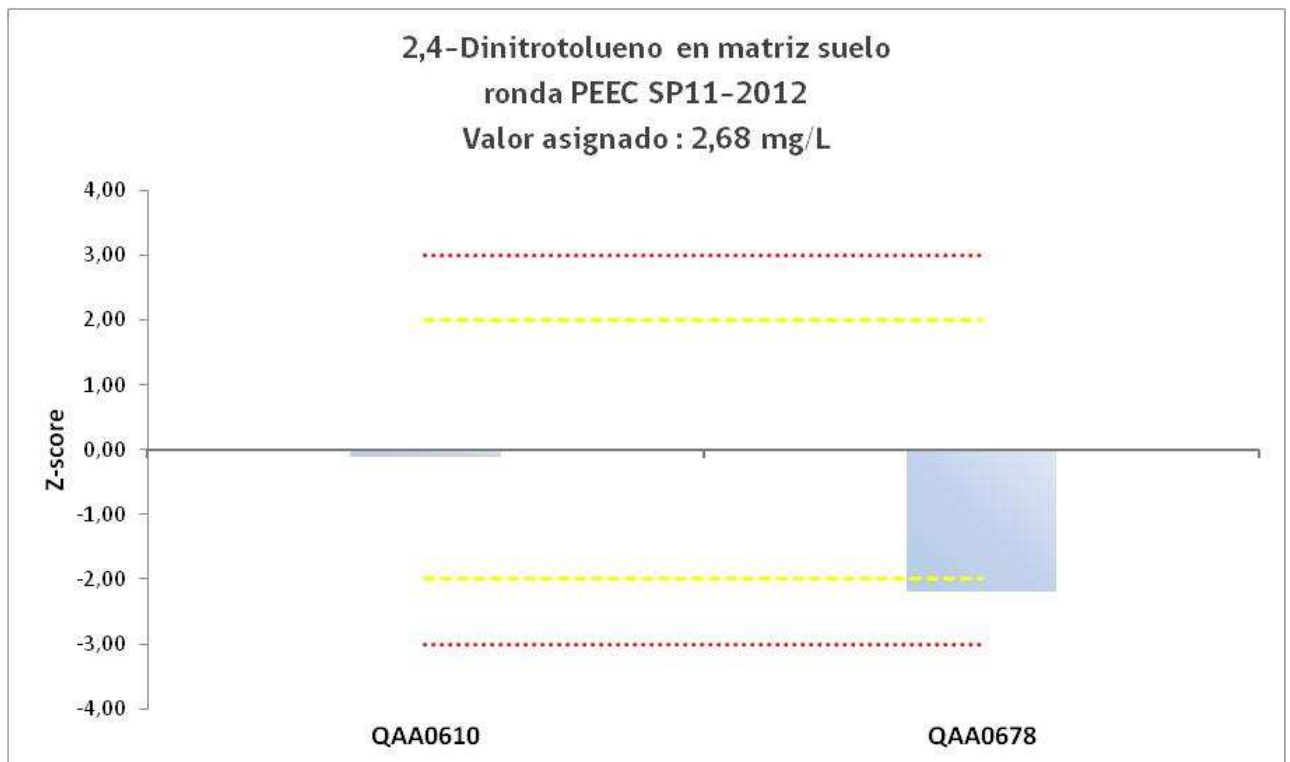


Grafico Nº 1-b: Distribución datos z-score

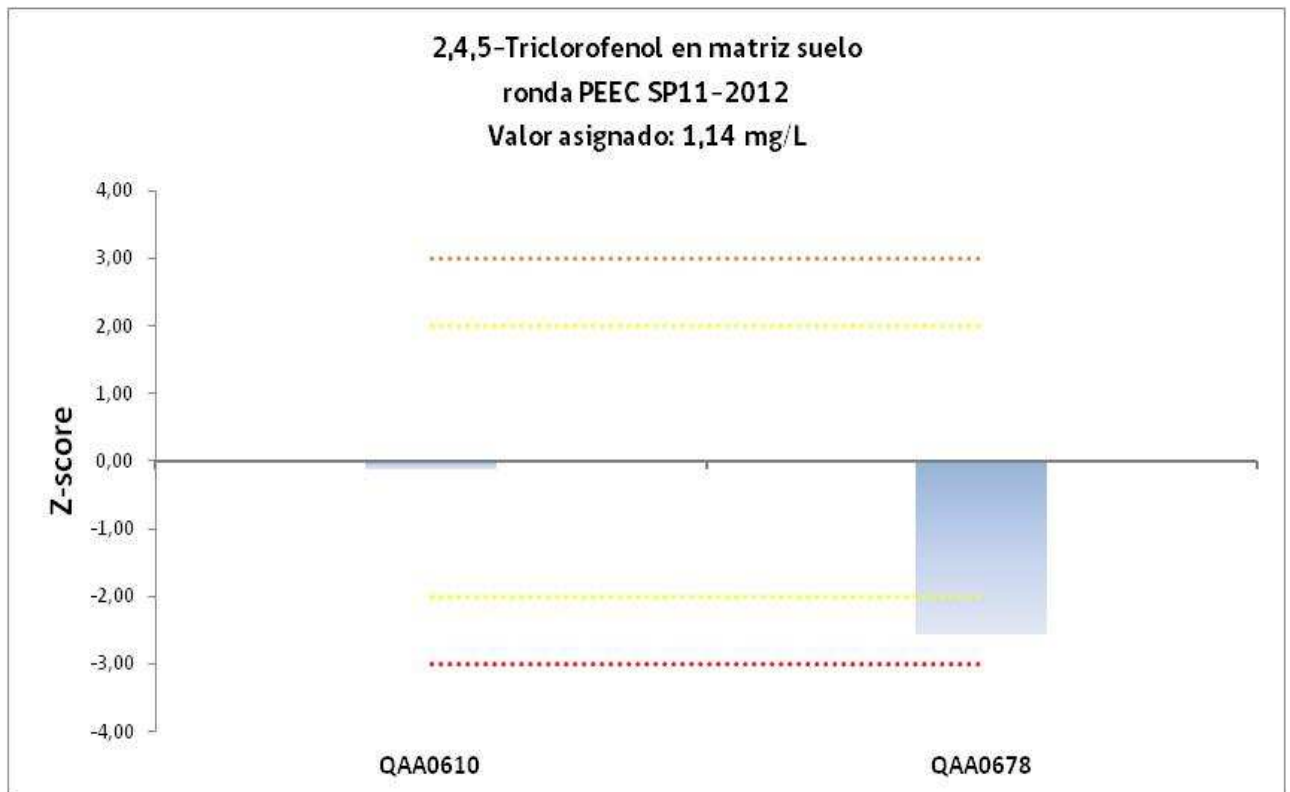


Grafico 2-a Evaluación de Desempeño



Grafico 2-b Evaluación de Desempeño



