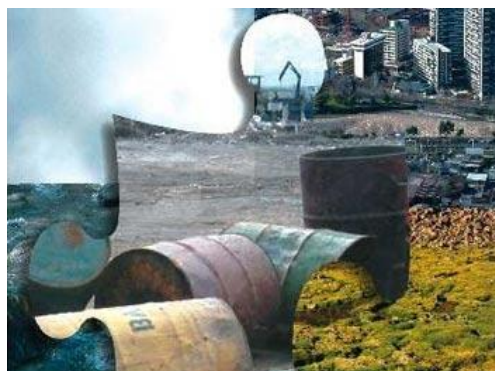




PROGRAMA DE EVALUACION
EXTERNA DE CALIDAD
PEEC QUÍMICA AMBIENTAL Y
DE ALIMENTOS

CARACTERIZACIÓN DE
RESIDUOS PELIGROSOS
SUBPROGRAMA: RESIDUOS
PELIGROSOS ORGANICOS



INFORME FINAL DE ENSAYO
DE APTITUD PEEC SP11-2013

DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL
SUBDEPARTAMENTO DE METROLOGÍA Y BIOTECNOLOGÍA
SECCIÓN METROLOGIA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS



Departamento Salud Ambiental
Subdepartamento de Metrología y Biotecnología
Sección Metrología Ambiental y de Alimentos
Instituto de Salud Pública de Chile
Avda. Marathon 1000, Ñuñoa
Santiago de Chile

Coordinador PEEC:

Q. Leonor Esquivel M.
23.09.2013 v.0

Autorizado por:

Jefe Departamento Salud
Ambiental
Q. Rubén Verdugo C.

metrologia@ispch.cl

Teléfono: (56)(2)5755475

CONTENIDO

1. Lista de participantes	3
2. Responsables	3
3. Introducción	3
4. Material de ensayo	3
5. Cronograma	4
6. Análisis estadístico	4
7. Resultados informados por los participantes del PEEC	6
8. Análisis estadístico de los resultados informados	6
9. Evaluación de desempeño	7
10. Comentarios y sugerencias	7
11. Referencias	8
12. Anexos	9

1. LISTA DE PARTICIPANTES

A objeto de resguardar la confidencialidad debido al número de participantes adscritos (1), no se indicará en este informe a los laboratorios participantes.

2. RESPONSABLES

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- Leonor Esquivel (Coordinador PEEC)

Colaboradores:

- Q.F Soraya Sandoval (revisión de informe)
- T. Diego Ruiz (preparación y envasado ítems de ensayo)
- T. Rosario Montecinos (embalaje de ítems de ensayo)

3. INTRODUCCIÓN

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma (SP11-2013): "Caracterización de Residuos Peligrosos Orgánicos", desarrollado por el PEEC – Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile.

Este ensayo de aptitud está dirigido a la cuantificación de Residuos peligrosos (ResPel) Orgánicos, lo que permite evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas en ésta área, tanto a laboratorios públicos como a los laboratorios privados, reconocidos por el SEREMI de salud para caracterización de residuos peligrosos y que forman parte de la reglamentación vigente.

4. MATERIAL DE ENSAYO

El material enviado consistió en dos ítems (muestra y duplicado) en matriz de suelo contaminado, con un contenido aproximado de 50 gramos cada uno, fueron dosificados y envasados en frascos de vidrio previamente esterilizados.

Los analitos a ensayar correspondieron a 4 sustancias que se encuentran dentro de la definición de residuos peligrosos expresados en el Reglamento Sanitario sobre manejo de Residuos peligrosos Decreto 148.

El material de ensayo para el análisis, correspondió a un material de referencia certificado adquirido y trazable a NIST. Los valores asignados para los siguientes parámetros fueron establecidos en referencia a los datos obtenidos del valor del certificado de análisis:

1,4- Diclorobenceno	0,0367	± 0,00866	
2,4- Dinitrotolueno	2,68	± 0,491	(± U_{k=2})
Heptacloro	0,0012	± 0,000487	
2,4, 5-Triclorofenol	1,14	± 0,163	

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipulación e indicaciones prácticas de seguridad a tomar en cuenta, durante el desarrollo del ensayo. Se señaló que las metodologías analíticas a utilizar en 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.

5. CRONOGRAMA

Envío de material de ensayo	14/Mayo/2013
Fecha límite de envío de resultados	12/Junio/2013
Fecha comprometida publicación informe preliminar	26/Junio/2013
Fecha efectiva publicación informe preliminar	30/Junio /2013

6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados y analizados estadísticamente.

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

Los resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios son transformados a valores estándares (z-score)

6.1. Z-score:

El Z-score estima el sesgo que existe entre el resultado informado por el laboratorio participante y el valor asignado al material de ensayo, y relaciona además la desviación estándar del ensayo de aptitud. El Z-score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:

$$Z = \frac{X - X_a}{\sigma_{pt}}$$

Dónde:

Z= Valor Z-score

X = Concentración reportada del analito en el material de ensayo

X_a= Valor asignado o de referencia

σ_{pt} = Desviación estándar del ensayo de aptitud.

La desviación estándar del ensayo de aptitud para cada analito, fue calculada, en base al modelo estadístico de Horwitz. Utilizando la siguiente formula:

$$\sigma = 0,02 c^{0,8495}$$

Dónde:

c es la concentración expresada en fracción de masa (%=10⁻², mg/kg=10⁻⁶).

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:

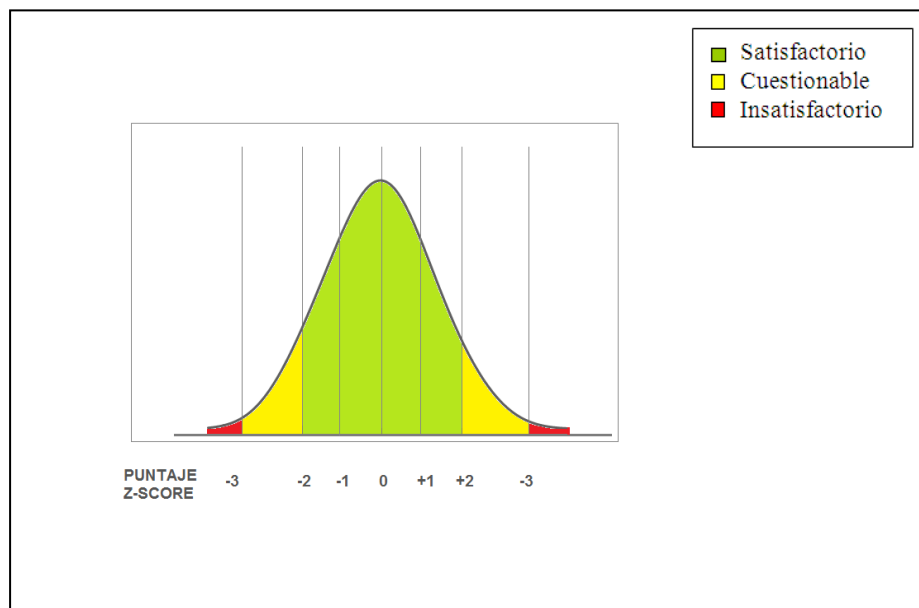


Figura1. Valor de Z-score y criterios de aceptabilidad

$[Z] \leq 2$: es decir, entre -2, 00 y +2,00 el resultado del laboratorio es *SATISFACTORIO*

$2 < [Z] < 3$: es decir, entre -2,01 y < -2,99 y; entre +2,01 y < +2,99 el resultado del laboratorio es *CUESTIONABLE*

$[Z] \geq 3$: el resultado del laboratorio es *NO SATISFACTORIO*

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al **CIL** (Código Identificación de Laboratorio) asignado a su laboratorio.

7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

7.1.- Datos

Los resultados enviados por el participante se presentan en la tabla N° 4 que se encuentra en anexos.

7.2.- Métodos

Se solicitó para esta ronda remitirse al método oficial para determinar la característica de toxicidad por lixiviación Test TCLP EPA- 1311

8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

En relación a la evaluación estadística, se reportaron los siguientes resultados:

Tabla N° 1: Resumen análisis estadístico muestra

Parámetros	1,4- Diclorobenceno (mg/L)	2,4- Dinitrotolueno (mg/L)	Heptacloro (mg/L)	2,4,5-Triclorofenol (mg/L)
Valor asignado	0,0367	2,68	0,0012	1,14
σ_{pt}	0,0096	0,37	0,0005	0,18

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico para cada analito, en la tabla N° 4, se señalan los resultados z-score obtenidos.

Se indican 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 tabla N°2:

Tabla N°2: Concentraciones Máximas Permisibles de analitos en evaluación

N° CAS	Analito	CMP (mg/L)
N° CAS 106-46-7	1,4- Diclorobenceno	7,5
N° CAS 121-14-2	2,4- Dinitrotolueno	0,13
N° CAS 76-44-8	Heptacloro	0
N° CAS 95-95-4	2,4,5-Triclorofenol	400

En este sentido, los resultados de toxicidad extrínseca para el material de referencia evaluado, determina la peligrosidad o no de esta muestra, que según los datos presentados en tabla N°3 correspondería a un material peligroso.

Tabla N°3: Valores de referencia para el material de ensayo en evaluación

Analito	Valor de referencia mg/L
1,4- Diclorobenceno	0,0367
2,4- Dinitrotolueno	2,68
Heptacloro	0,0012
2,4,5-Triclorofenol	1,14

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

Ver comentarios y sugerencias punto d)

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) Sólo un participante se adscribió y envió resultados para este ensayo.
- b) El participante indica como Método de Referencia EPA 8041.
- c) El laboratorio QAMA0777 obtuvo resultados insatisfactorios en dos de los analitos reportados y evaluados. No obstante, los valores no satisfactorios corresponden a valores asignados por debajo del límite de detección informado por el participante.
- d) Se sugiere revisar las causas de desviaciones en los resultados para laboratorios que cuenten con un Z-Score dentro del rango de No satisfactorios.
- e) No se elaboró gráfica de desempeño porcentual, ni distribución de Z-score, por tratarse de un sólo participante.

11. REFERENCIAS

1. Thompson, M., Ellison, S.L.R and Wood, R. 2006. *The International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report)*. Pure Appl. Chem. 78, pp 145-196.
2. 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.
3. Resolución N° 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. N° 173 / 2005. Ministerio de Salud.

12. ANEXOS

Tabla N° 4: Resultados de 1,4- Diclorobenceno, 2,4- Dinitrotolueno, Heptacloro, 2,4,5-Triclorofenol reportados por los participantes, valores Z-score y evaluación.

Código Laboratorio	1,4-Diclorobenceno (mg/L)	Z-score	E	2,4-Dinitrotolueno (mg/L)	Z-score	E	Heptacloro (mg/L)	Z-score	E	2,4,5-Triclorofenol (mg/L)	Z-score	E
QAMA0777	5	513,8	I	2,66	-0,05	S	0,004	5,28	I	1,13	-0,06	S
Valor Asignado	0,0367			2,68			0,0012			1,14		

*: No envía planilla de resultados.

** : No informa resultado.

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

