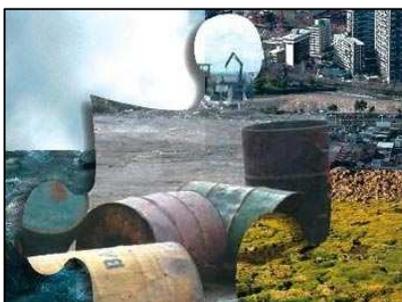




PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD
PEEC QUÍMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS



CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS
ORGÁNICOS

INFORME SP11-2014 V.0



DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL
SUBDEPARTAMENTO DE METROLOGÍA Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
SECCIÓN METROLOGÍA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS
UNIDAD DE COORDINACIÓN DE ENSAYO DE APTITUD

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.
02.09.2014 V.0

Autorizado por:

Jefe (TP) Departamento Salud Ambiental
BQ. Roberto Bravo M.

metrologia@ispch.cl

Teléfono: (56)(2)25755475

CONTENIDO

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

1. LISTA DE PARTICIPANTES

A objeto de resguardar la confidencialidad debido al número de participantes adscritos (2), no se indicará en este informe a los laboratorios participantes.

2. RESPONSABLES

Responsable de la organización y desarrollo de esta ronda:

- Leonor Esquivel M. (Coordinador PEEC).

Colaboradores:

- John Copier F. (etiquetado, embalaje y envasado de ítems de ensayo)
- Tamara Salfate Q. (revisión de protocolo, análisis estadístico e informe preliminar)
- Soraya Sandoval R. (revisión de informe final)

3. INTRODUCCIÓN

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma (SP11-2014): "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 de ensayo (muestra y duplicado) en matriz de suelo contaminado, con un contenido aproximado de 50 gramos cada uno, los que fueron dosificados y envasados en frascos de vidrio ámbar.

Los analitos a ensayar correspondieron a 3 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 adquirido cuya trazabilidad es declarada a NIST gravimétricamente.

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) mg/L
2,4- Dinitrotolueno	(2,68	±	0,491) mg/L
2,4, 5-Triclorofenol	(1,14	±	0,163) mg/L

(± U k=2)

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	24/Junio/2014
Fecha límite de envío de resultados	23/Julio/2014
Fecha informe parcial	30/Julio/2014

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 " $<$ " " $>$ ", no son evaluados en esta ronda.

Los resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios son transformados a valores estándares (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 ($\% = 10^{-2}$, $\text{mg/kg} = 10^{-6}$).

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:

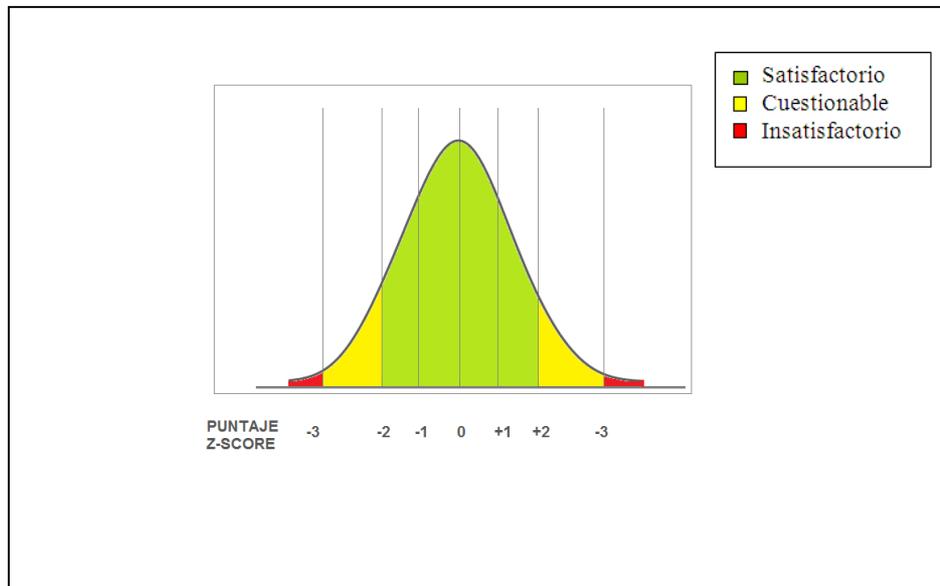


Figura1. Valor de Z-score y criterios de aceptabilidad

[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 < -2,99 y; entre +2,01 y < +2,99 el resultado del laboratorio es *CUESTIONABLE*

[Z] ≥ 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 dos (2) laboratorios reportaron resultados para los tres parámetros solicitados: 1,4-Diclorobenceno, 2,4-Dinitrotolueno y 2,4,5-Triclorofenol. Los resultados fueron analizados estadísticamente en función del certificado del material de referencia utilizado para esta ronda de ensayo.

7.2.- TÉCNICAS Y MÉTODOS

Los participantes indican como métodos de referencia: Test TCLP EPA 8270 y EPA 1311 para 1,4-Diclorobenceno y 2,4-Dinitrotolueno, y para 2, 4,5-Triclorofenol Test TCLP EPA 8041 y EPA 1311.

Como método Instrumental para la determinación de los parámetros se reporta el uso de Cromatografía CG-MS.

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)	2,4,5-Triclorofenol (mg/L)
Valor asignado	0,0367	2,68	1,14
σ_{pt}	0,0096	0,369	0,179

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico para cada analito, en la tabla N° 4, se señalan los 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 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
2,4,5-Triclorofenol	1,14

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

De acuerdo a lo observado en relación a los resultados obtenidos y los métodos reportados por los laboratorios, se puede señalar que existió un buen desempeño de los laboratorios (ver anexos gráfica 1a) y 1b), obteniéndose un 100% de evaluación satisfactoria para los analitos 2,4-Dinitrotolueno y 2,4,5-Triclorofenol; y un 50% para 1,4-Diclorobenceno, considerando un resultado cuestionable para el reporte de uno de los laboratorios participantes.

En los anexos se indican y grafican los métodos de referencia asociados a cada evaluación, así como las gráficas de desempeño.

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) Para el presente año se adscribieron solo dos participantes, en relación a lo realizado el año 2013
- b) El laboratorio QAMA0897 obtuvo un resultado cuestionable en uno de los analitos reportados y evaluados, por lo que se sugiere revisar las causas de desviaciones en los resultados con un Z-Score fuera del rango de satisfactorios.
- c) El laboratorio QAMA0791 obtuvo resultados satisfactorios para todos los analitos reportados.
- d) La versión final de este informe se encuentra publicado en www.ispch.cl.

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.
5. NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud.

12. ANEXOS

Tabla N°4: Resultados de 1,4- Diclorobenceno, 2,4- Dinitrotolueno, 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	2,4,5-Triclorofenol (mg/L)	Z-score	E
QAMA0791	0,033	-0,38	S	2,590	-0,24	S	1,026	-0,64	S
QAMA0897	0,058	2,20	C	3,119	1,19	S	1,137	-0,02	S
Valor Asignado	0,0367			2,68			1,14		

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

Tabla N° 5. a) Evaluación de desempeño según método de referencia informado para análisis de 1,4-Diclorobenceno.

Evaluación	Método de referencia	
	EPA 8270	EPA 1311
Satisfactorio	1	
Cuestionable		1
Insatisfactorio		

Tabla N° 5. b) Evaluación de desempeño según método de referencia informado para análisis de 2,4-Dinitrotolueno

Evaluación	Método de referencia	
	EPA 8270	EPA 1311
Satisfactorio	1	1
Cuestionable		
Insatisfactorio		

Tabla N° 5. c) Evaluación de desempeño según método de referencia informado para análisis de 2,4,5-Triclorofenol

Evaluación	Método de referencia	
	EPA 8041	EPA 1311
Satisfactorio	1	1
Cuestionable		
Insatisfactorio		

Gráfico N° 1 a) Distribución Z-score para 1,4-Diclorobenceno

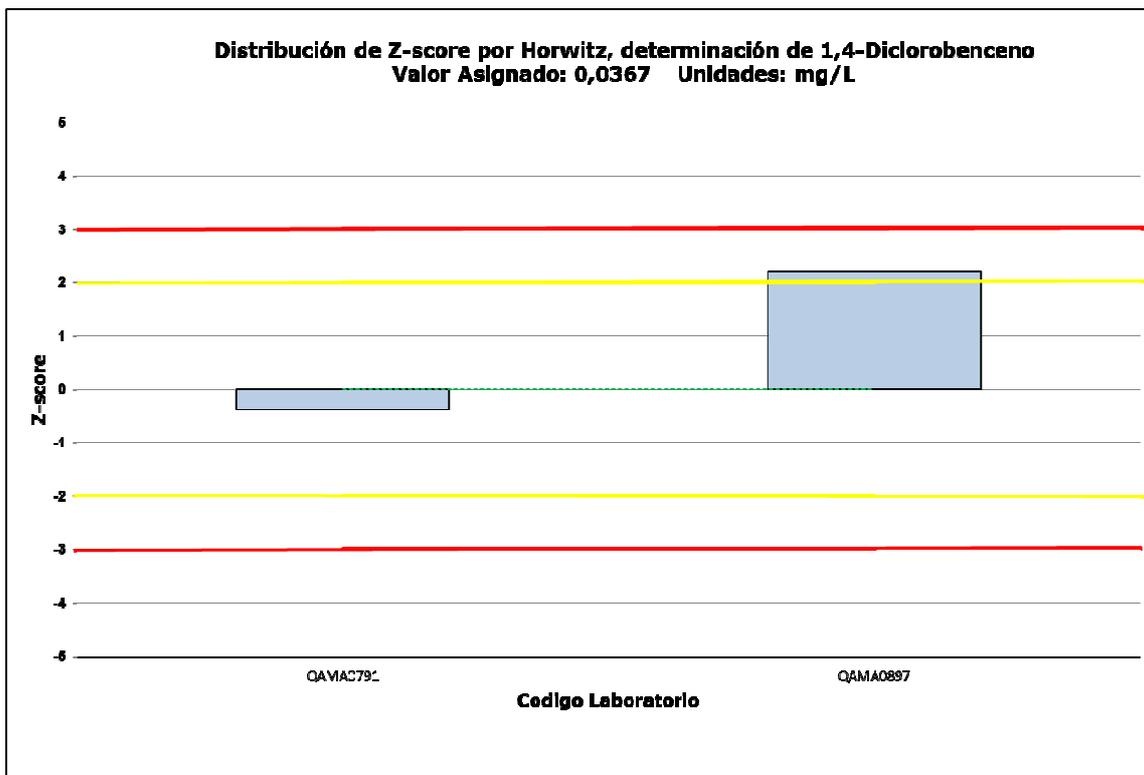


Gráfico N° 1 b) Distribución Z-score para 2,4-Dinitrotolueno

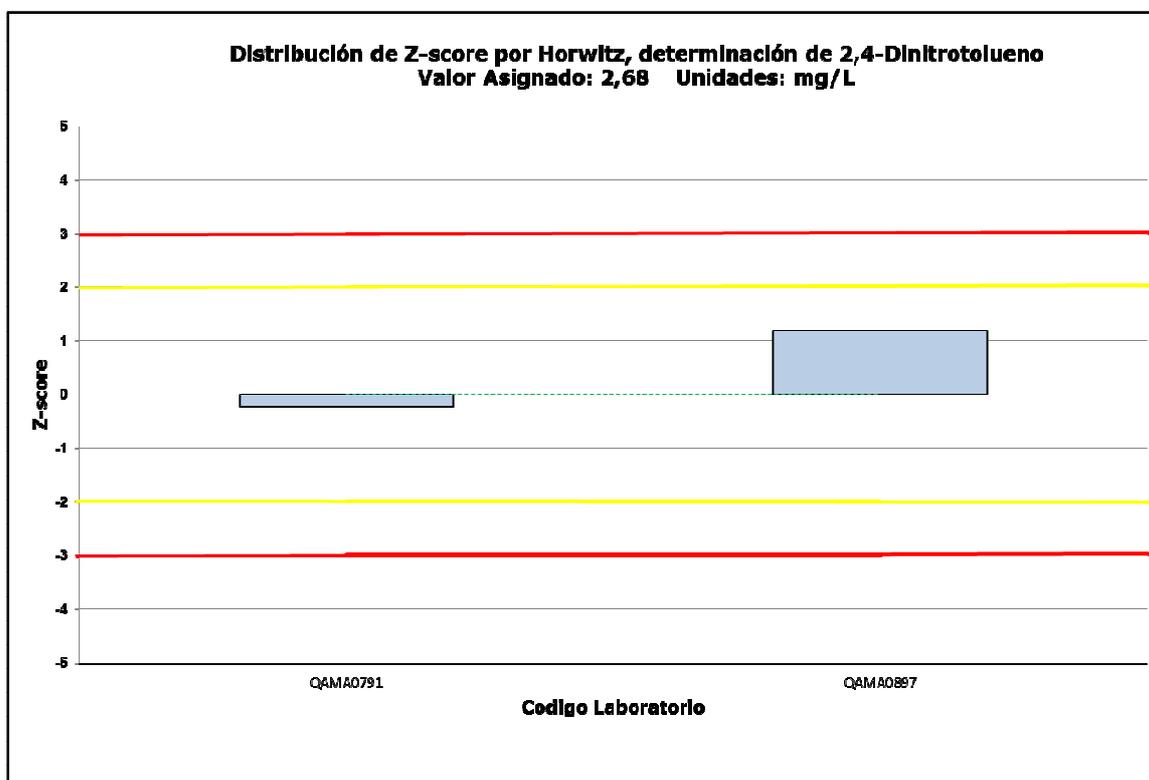


Gráfico N° 1 c) Distribución Z-score para 2,4-2,4,5-Triclorofenol

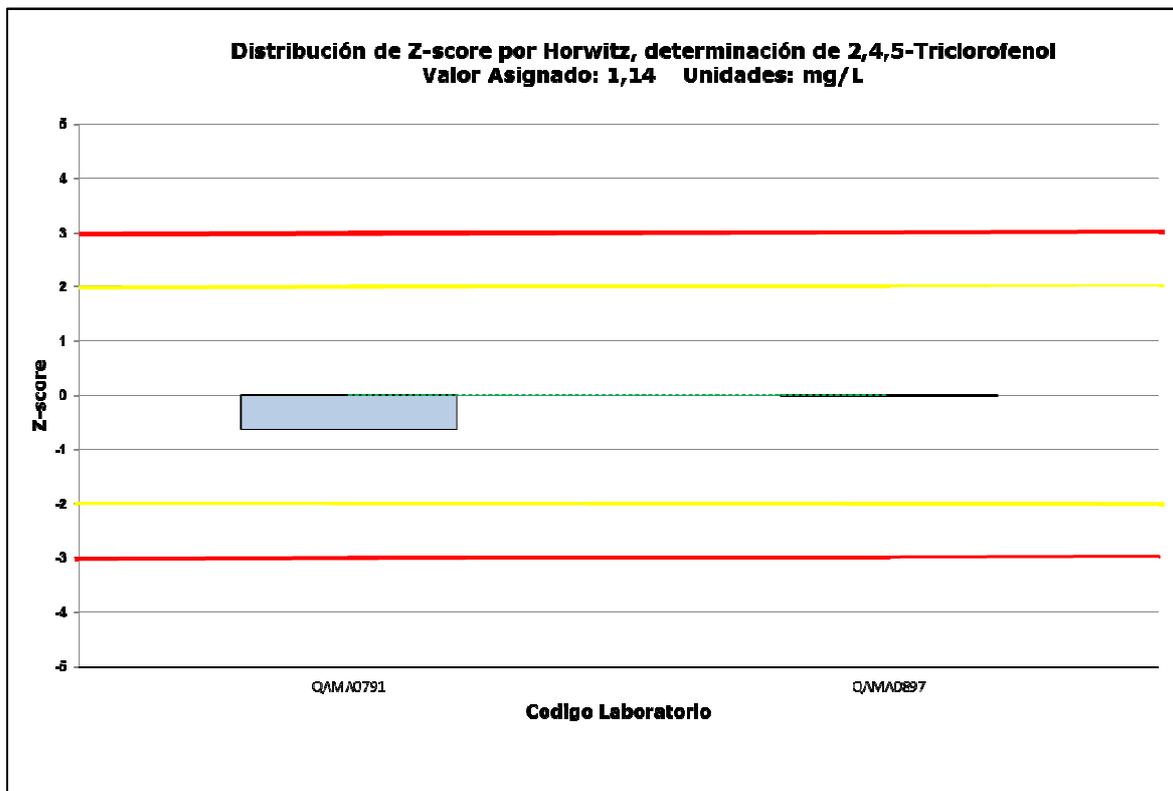


Gráfico N° 2 a): Evaluación de desempeño 1,4- Diclorobenceno

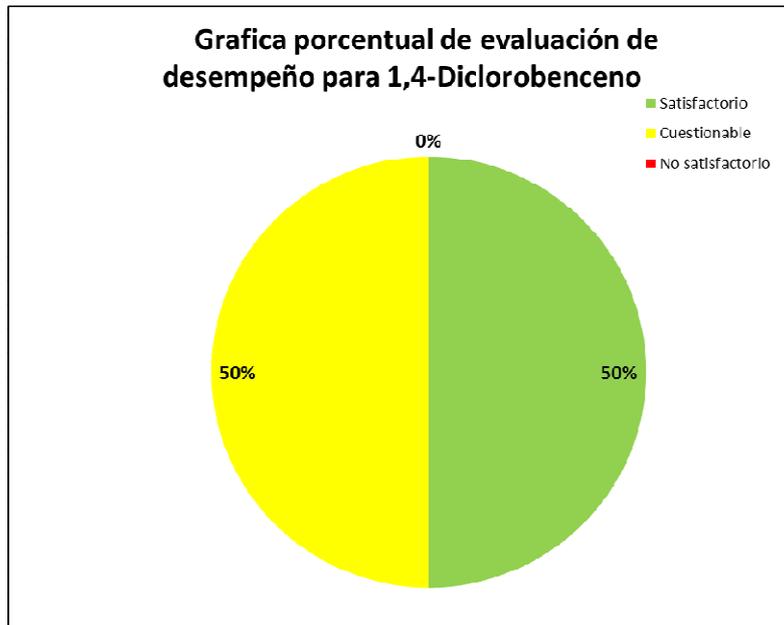


Gráfico N° 2 b): Evaluación de desempeño 2,4- Dinitrotolueno

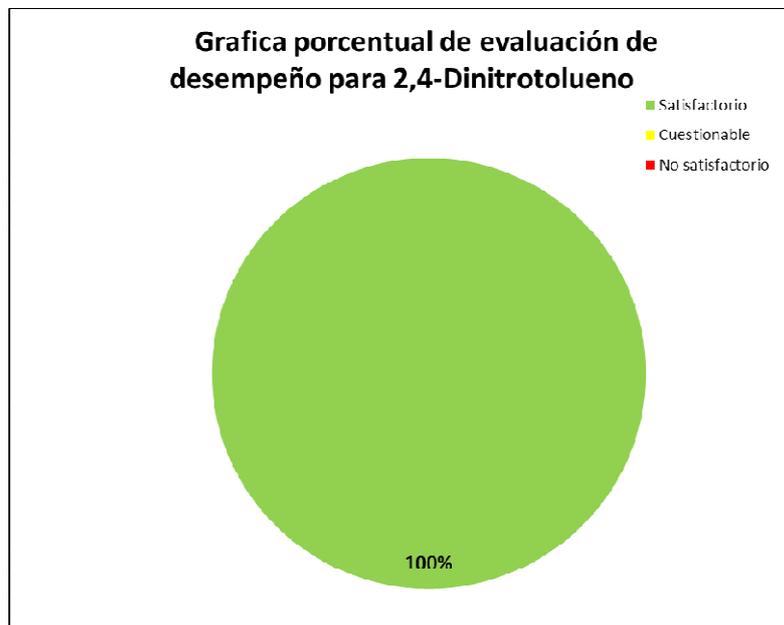


Gráfico N° 2 c): Evaluación de desempeño 2,4,5-Triclorofenol



Gráfico N° 3 a) a) Evaluación de desempeño vs. Método de referencia 1,4- Diclorobenceno

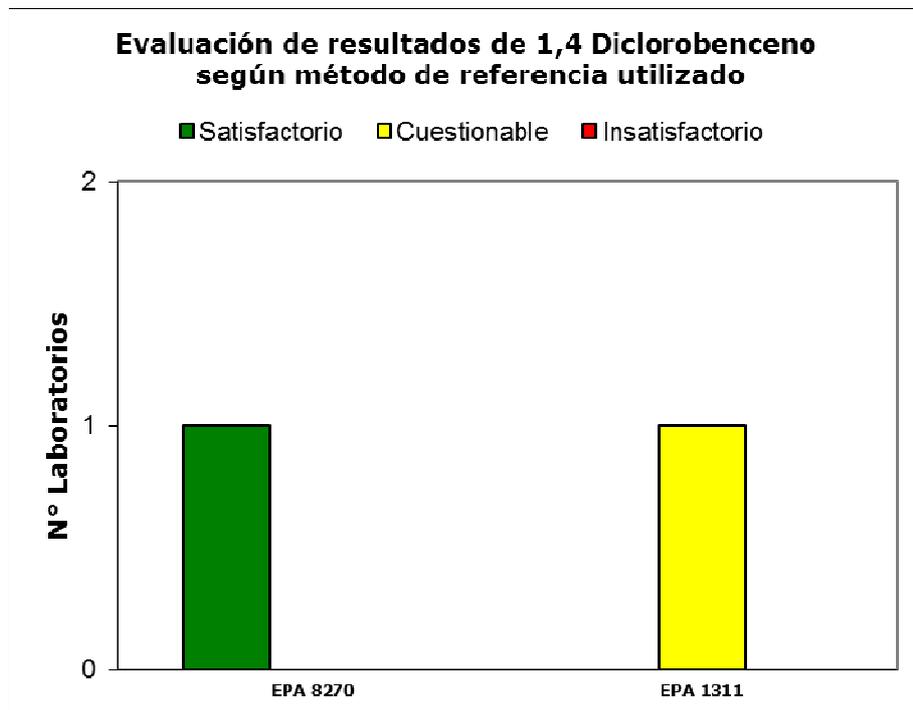


Gráfico N° 3 b) a) Evaluación de desempeño vs. Método de referencia 2,4- Dinitrotolueno

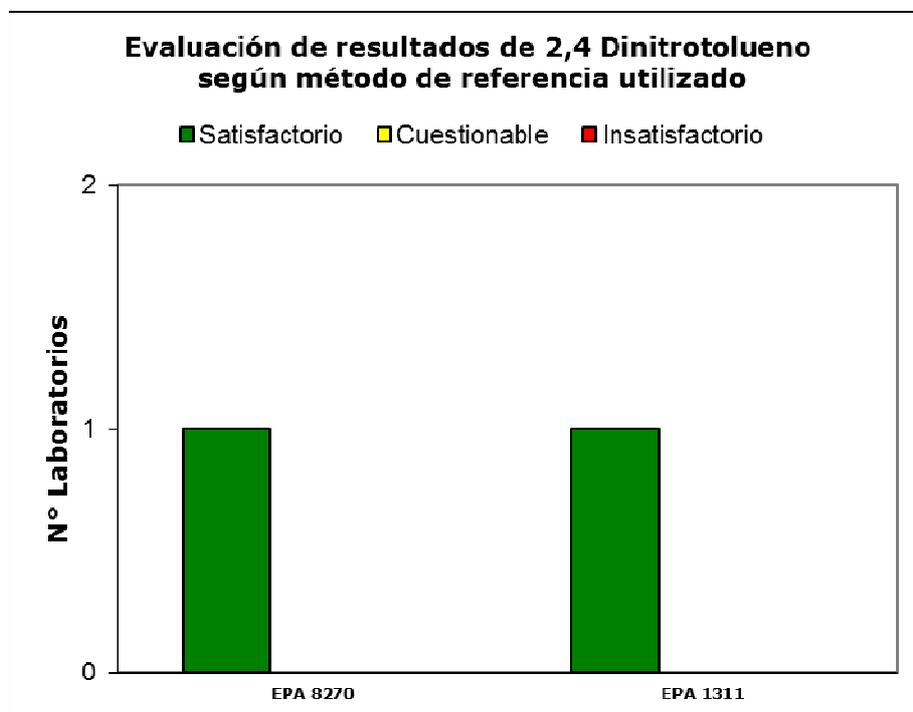


Gráfico N° 3 c) a) Evaluación de desempeño vs. Método de referencia 2,4,5-Triclorofenol

