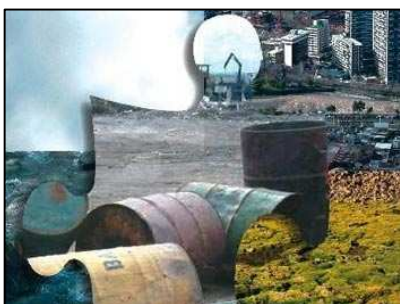




PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD
PEEC QUÍMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS



CARACTERIZACIÓN DE RESIDUOS PELIGROSOS
INORGANICOS

INFORME SP12-2014 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.
03.09.2014 V.0

Autorizado por:

Jefe (S) Departamento Salud Ambiental
QF. Ivan Triviño A.

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	5
8. Análisis estadístico de los resultados informados	6
9. Evaluación de desempeño	6
10. Comentarios y sugerencias	6
11. Referencias	7
12. Anexos	8

1. LISTA DE PARTICIPANTES

CENMA LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL	LA REINA	CHILE
CESMEC S.A. LABORATORIO MEDIO AMBIENTE	SAN JOAQUIN	CHILE
INSTITUTO DE SALUD PUBLICA DE CHILE SECCIÓN QUIMICA AMBIENTAL	SANTIAGO	CHILE
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALITICOS UDT	CONCEPCION	CHILE
SGS CHILE SEDE SANTIAGO LABORATORIO ENVIROMENTAL SERVICES	SAN JOAQUIN	CHILE

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 (SP12-2014): "Caracterización de Residuos Peligrosos Inorgánicos", 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) Inorgánicos, 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.

4. MATERIAL DE ENSAYO

El material enviado consistió en dos ítem 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 previamente esterilizados.

Los analitos a ensayar correspondieron a 5 metales que se encuentran dentro de la definición de residuos peligrosos expresados en el Reglamento Sanitario sobre manejo de Residuos peligrosos Decreto N° 148.

El material de ensayo para análisis de metales, correspondió a un material de referencia certificado adquirido trazable a NIST.

Los valores asignados para los siguientes parámetros fueron establecidos en referencia a los datos obtenidos del valor del certificado de análisis ($\pm U k=2$):

Arsénico As	trazable a NIST SRM 3103a	(4,49 ± 0,220) mg/L
Bario Ba	trazable a NIST SRM 3104a	(0,320 ± 0,0367) mg/L
Cromo Cr	trazable a NIST SRM 3112a	(0,533 ± 0,0723) mg/L
Cadmio Cd	trazable a NIST SRM 3108	(3,18 ± 0,207) mg/L
Plomo Pb	trazable a NIST SRM 3128	(0,867 ± 0,134) mg/L

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipulación e indicaciones básicas 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 " $<$ " "ó" " $>$ ", 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, mg/kg=10⁻⁶).

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:

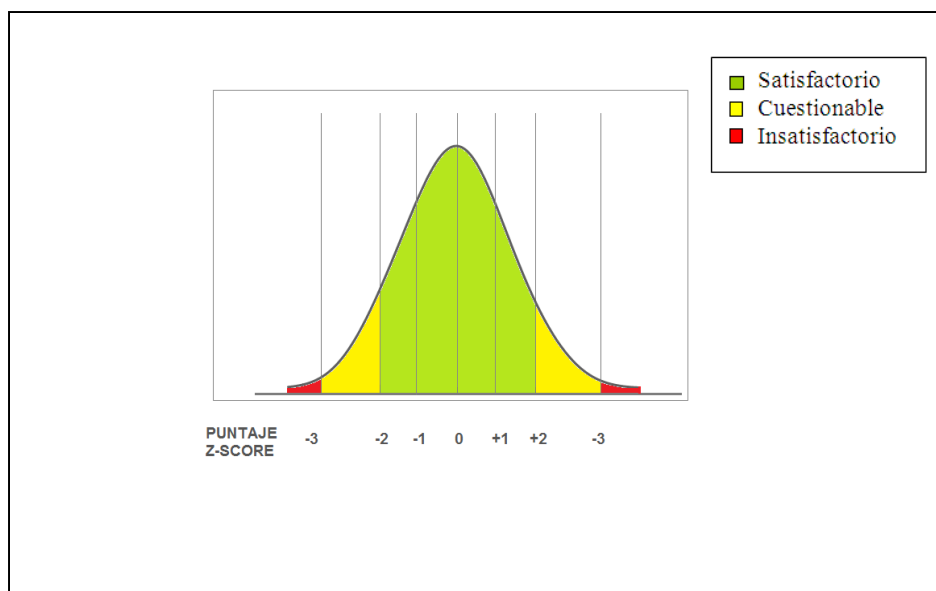


Figura1. Valor de Z-score y criterios de aceptabilidad

[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, para su confidencialidad.

7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

7.1.- DATOS

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

De los 5 laboratorios adscritos, el 80 % envió resultados a través del portal PEEC.

7.2.- TÉCNICAS Y MÉTODOS

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

Como métodos Instrumentales para la determinación de los parámetros se reportaron el uso de EAA llama, EAA generación de hidruros e ICP-OES digestión microonda.

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	As (mg/L)	Ba (mg/L)	Cr (mg/L)	Cd (mg/L)	Pb (mg/L)
n	4	2	4	4	4
Valor asignado	4,49	0,320	0,533	3,18	0,867
σ_{pt}	0,573	0,0607	0,0937	0,427	0,1417

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 7440-38-2	Arsénico	5
N° CAS 7440-39-2	Bario	100
N° CAS 7440-43-9	Cadmio	1
N° CAS 7439-92-1	Plomo	5
N° CAS 7440-47-3	Cromo	5

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
Arsénico	4,49
Bario	0,320
Cadmio	3,18
Plomo	0,867
Cromo	0,533

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

Se realizaron los gráficos (ver anexos) de dispersión lineal, sobre los resultados Z-score obtenidos por los laboratorios para cada analito. Indicándose los límites de satisfactorio y cuestionable.

Asimismo, se elaboraron gráficas circulares para expresar los resultados porcentuales obtenidos en cada caso, de los parámetros en evaluación.

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) Para el análisis de Arsénico se obtuvo 50% de desempeño satisfactorio y 50% de desempeño insatisfactorio. Respecto al año anterior (75% satisfactorio) se ha visto disminuido el rendimiento en su desempeño durante el presente año.
- b) Para el análisis de Bario, dos laboratorios reportaron resultados con desempeño satisfactorio.
- c) El laboratorio QAMA0791 y el laboratorio QAMA0903, no fueron evaluados en este informe ya que sus resultados se encontraron por debajo del límite de detección del método.
- d) Para el análisis de Cadmio se obtuvo tres laboratorios (75%) con desempeño satisfactorio y un laboratorio (25%) con desempeño no satisfactorio. Al comparar con el año anterior (2013), se encuentra una baja del desempeño en este analito.
- e) Pb y Cr resultaron con 100% de desempeño satisfactorio.
- f) Los laboratorios QAMA0903 y QAMA0975 obtuvieron desempeños satisfactorios en los analitos reportados.
- g) Se sugiere revisar las causas de desviaciones en los resultados para los laboratorios que cuenten con un z-Score dentro del rango no satisfactorio.
- h) La versión final de este informe se encontrará 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

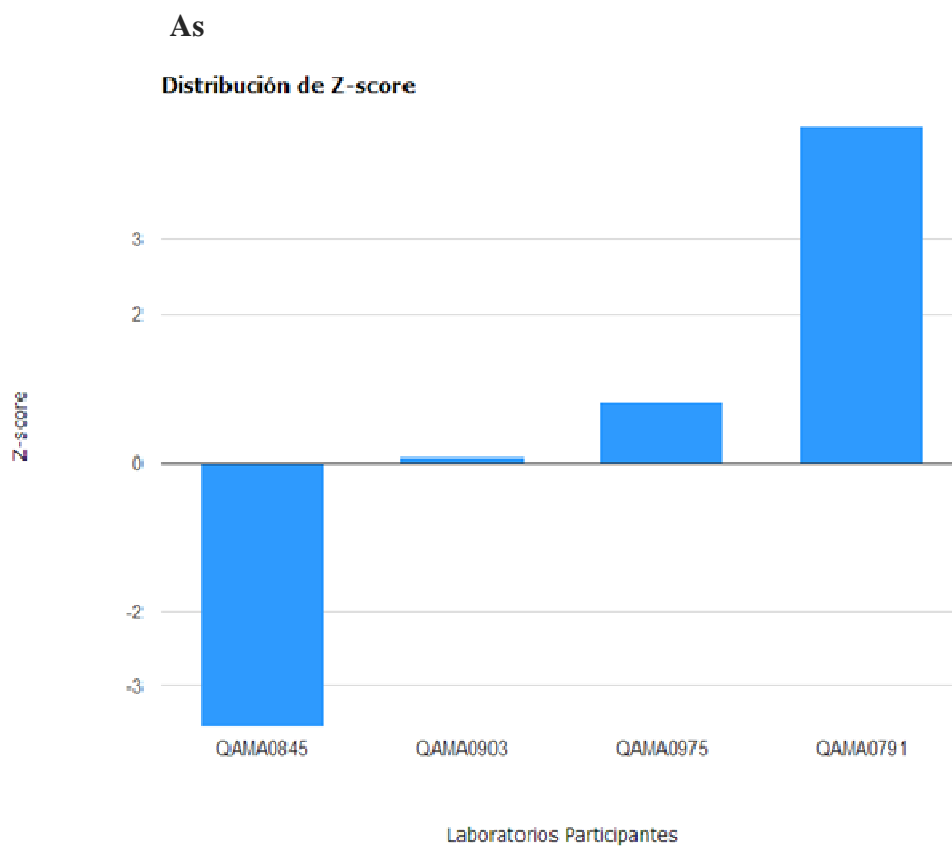
Tabla N°4: Resultados de Arsénico, Bario, Cromo, Cadmio y Plomo reportados por los participantes, valores Z-score y evaluación.

Código Laboratorio	As (mg/L)	Z-score	E	Ba (mg/L)	Z-score	E	Cr (mg/L)	Z-score	E	Cd (mg/L)	Z-score	E	Pb (mg/L)	Z-score	E
QAMA0791	7,08	4,52	I	**	**		0,67	1,46	S	3,35	0,40	S	1,0	0,94	S
QAMA0845	2,46	-3,54	I	0,28	-0,54	S	0,42	-1,14	S	1,87	-3,06	I	0,83	0,20	S
QAMA0903	4,54	0,09	S	**	**		0,51	-0,25	S	3,05	-0,30	S	0,88	0,09	S
QAMA0975	4,96	0,83	S	0,27	-0,79	S	0,47	-0,61	s	3,17	-0,01	S	0,73	-0,91	S
Valor Asignado	4,49			0,320			0,533			3,18			0,867		

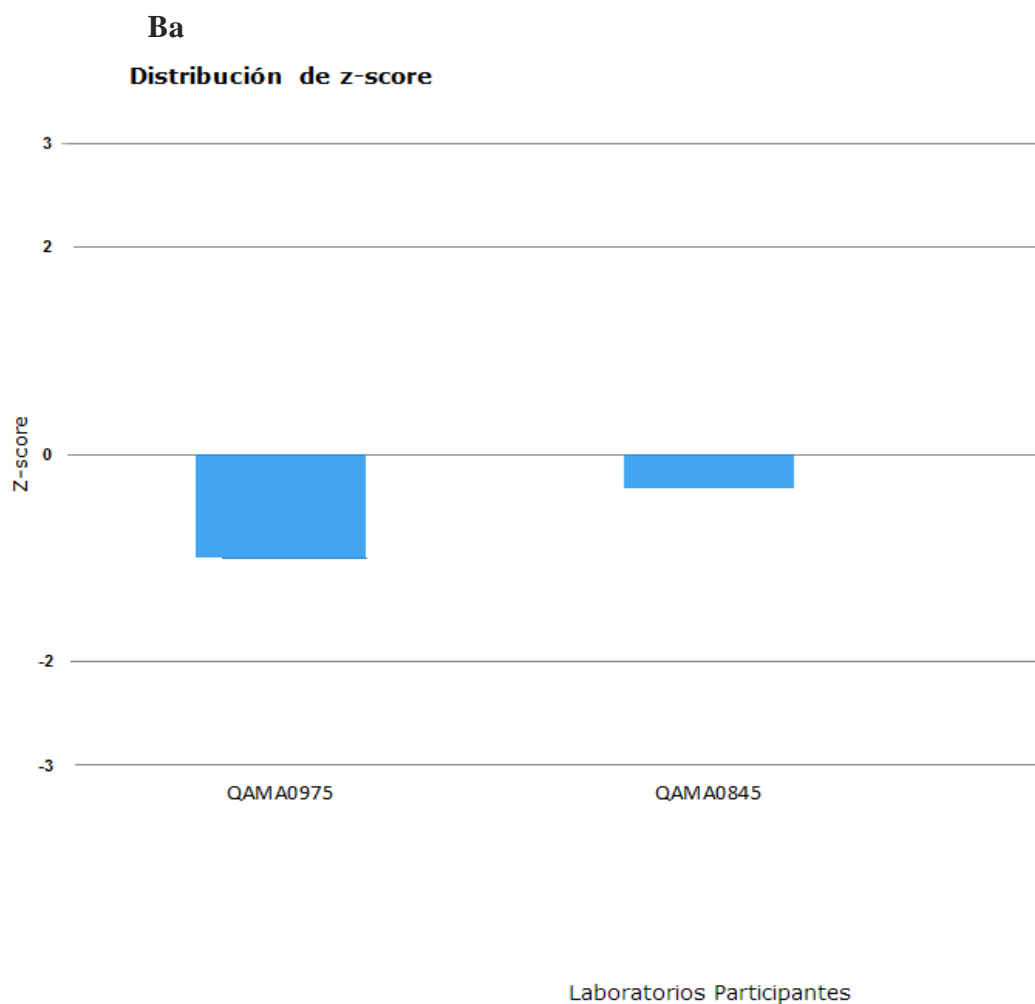
** : No informa resultado.

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

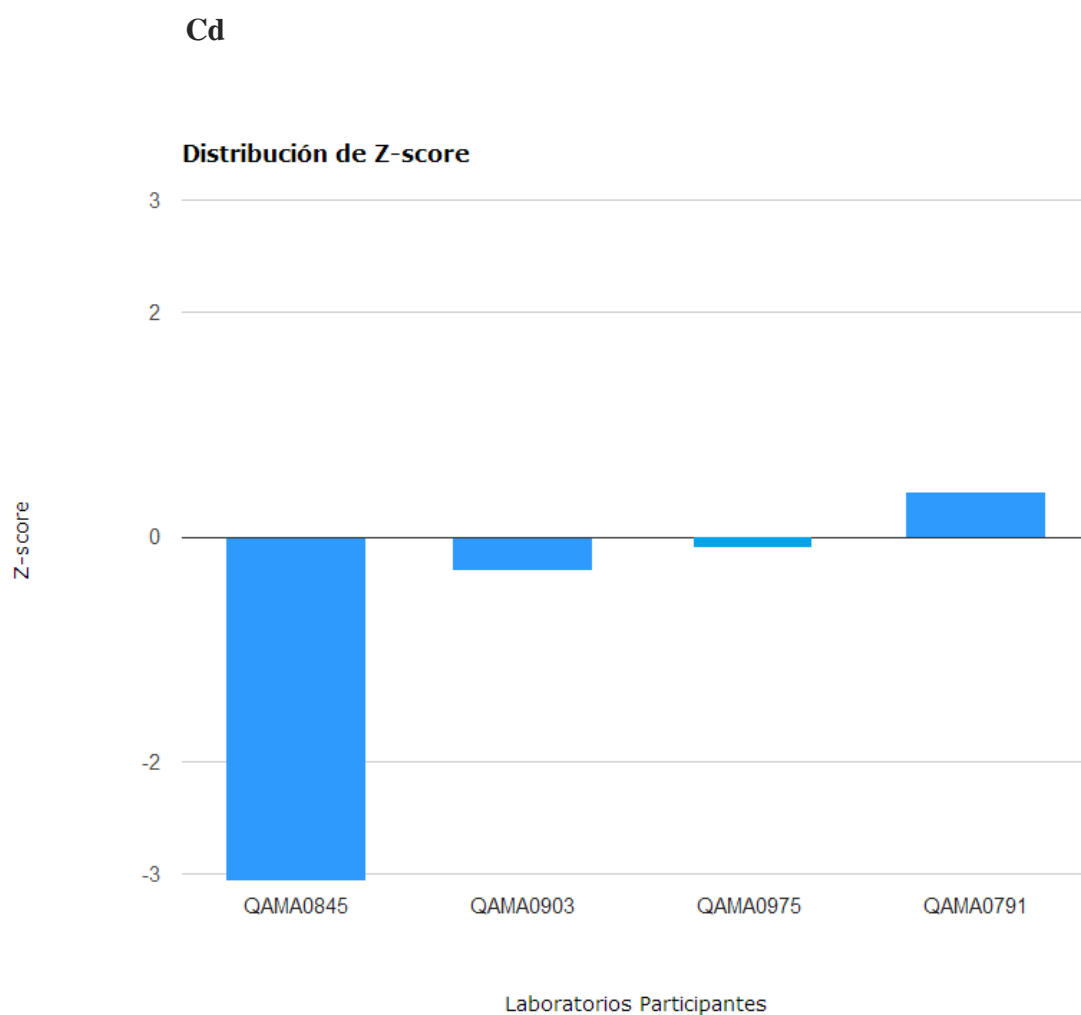
Gráfica N° 1 a) Distribución Z-score



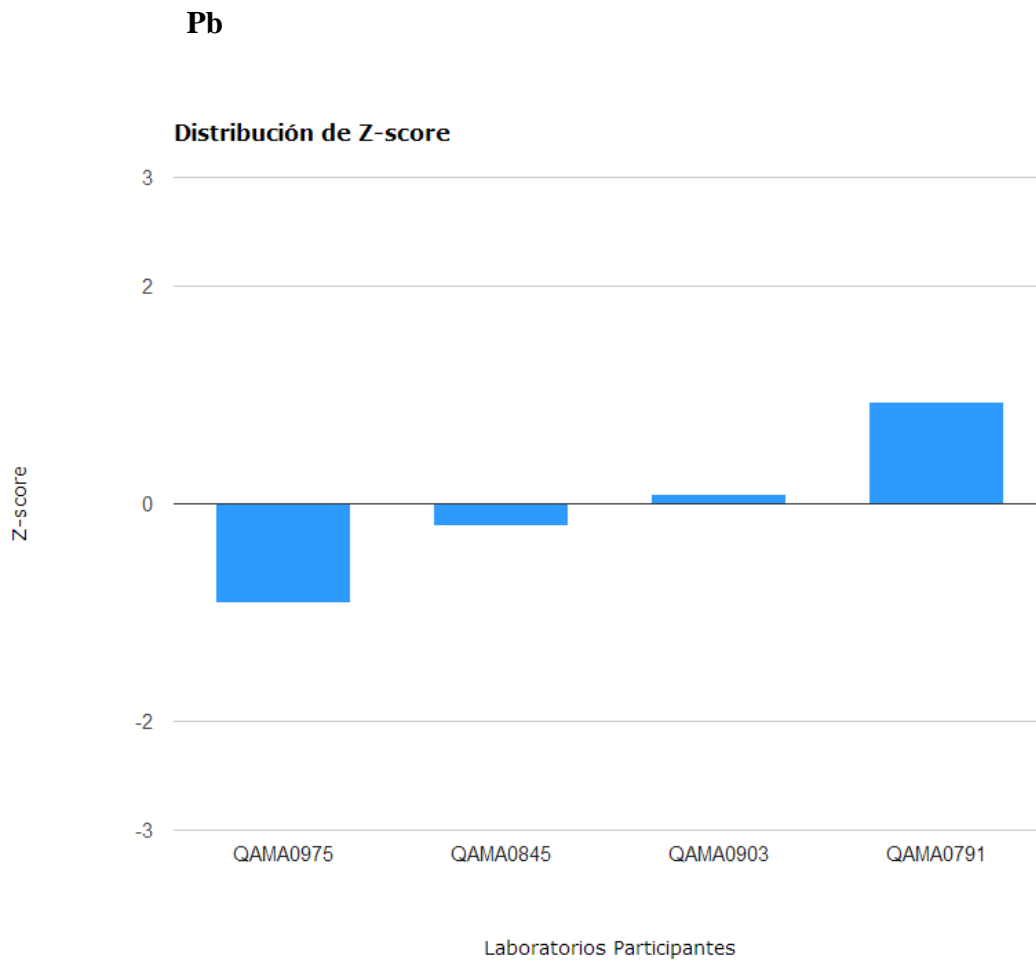
Gráfica N° 1 b) Distribución Z-score



Gráfica N° 1 c) Distribución Z-score



Gráfica N° 1 d) Distribución Z-score



Gráfica N° 1 e) Distribución Z-score

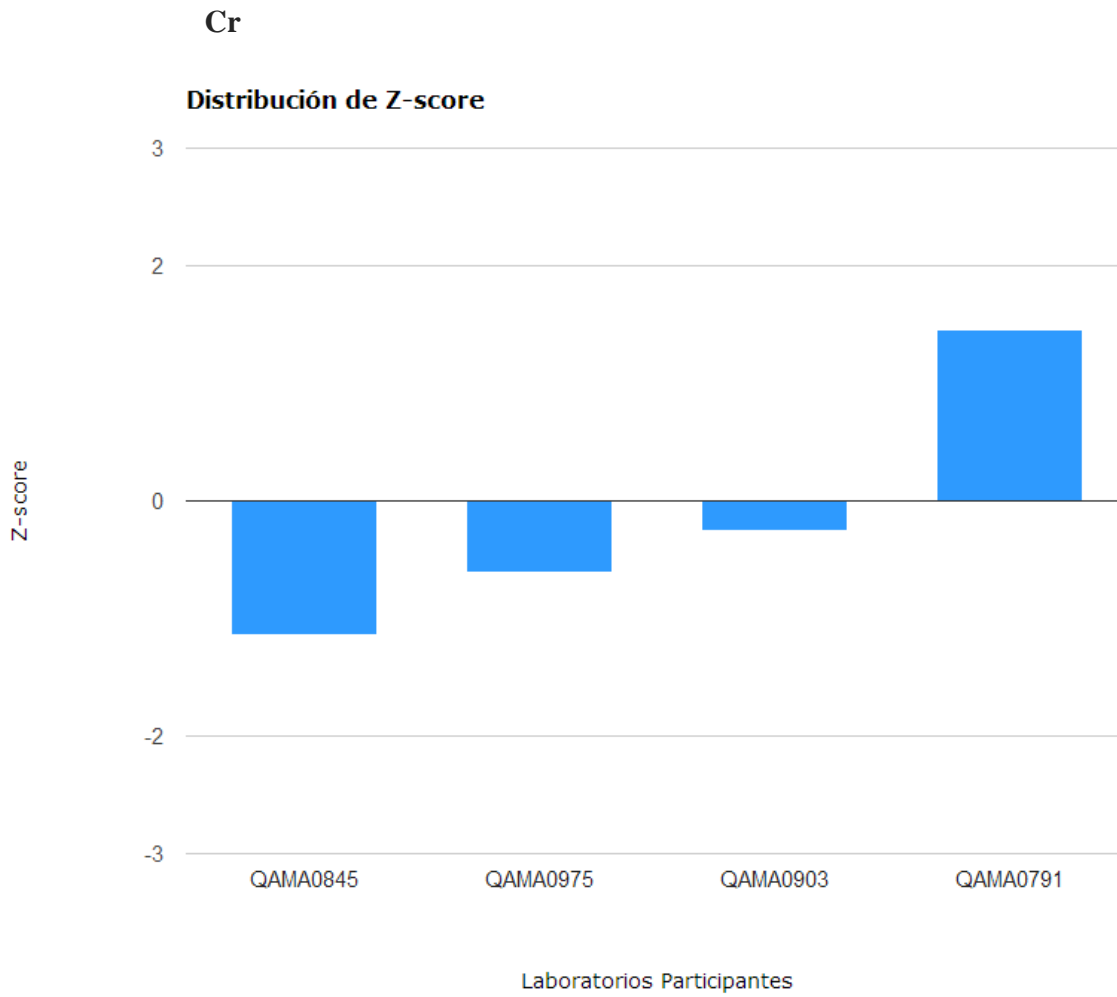
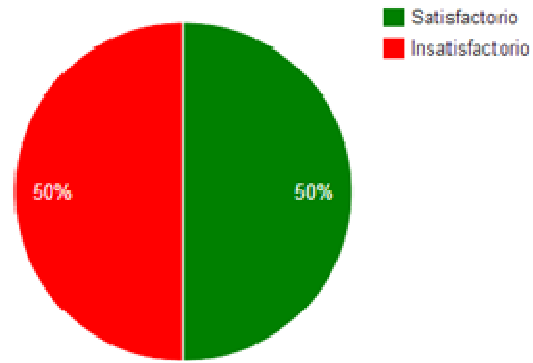


Gráfico N° 2 a): Evaluación de desempeño para Arsénico

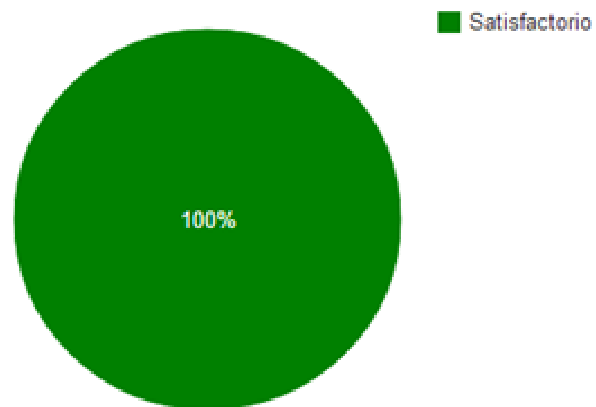
Gráfica Porcentual de Evaluación de Desempeño



As

Gráfico N° 2 b): Evaluación de desempeño para Bario

Gráfica Porcentual de Evaluación de Desempeño



Ba

Gráfico N° 2 c): Evaluación de desempeño para Cadmio

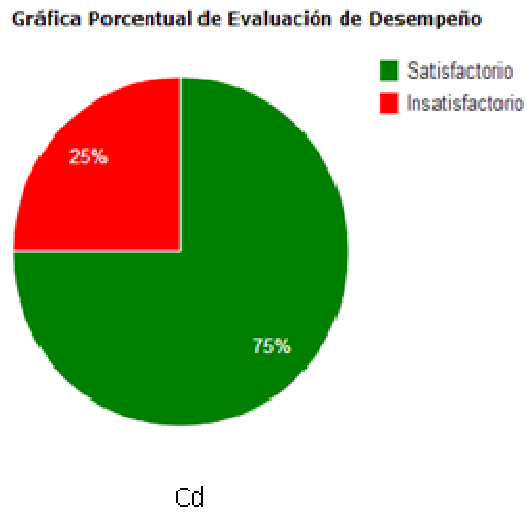


Gráfico N° 2 d): Evaluación de desempeño para Plomo



Gráfico N° 2 e): Evaluación de desempeño para Cromo



