



**INFORME FINAL V0**

**ENSAYO DE APTITUD SP19 - 2017**

**“DETERMINACIÓN DE TURBIEDAD, pH, CLORUROS Y CONDUCTIVIDAD”**

**Organizador**  
**Red Nacional de Metrología - Instituto de Salud - División de Metrología Instituto**  
**Nacional de Normalización**



**Elaborado por:**

Coordinador Ensayo de Aptitud  
QF. María Natalia Gutiérrez Vargas (ISP).

**Revisado por:**

Ing. Karina González Navea (ISP).

Jefe(S) Subdepartamento de Metrología y Desarrollo Tecnológico  
QF. Soraya Sandoval Riquelme (ISP).

**Aprobado por:**

Pedro Ibarra- División de Metrología Instituto Nacional de Normalización.



## INDICE

| CONTENIDOS  | PÁGINAS |
|---|---------|
| 1.- LISTA DE PARTICIPANTES                            | 4       |
| 2.- RESPONSABLES                                      | 4       |
| 3.- INTRODUCCIÓN                                      | 4       |
| 4.- OBJETIVOS   | 5       |
| 5.- MATERIAL DE ENSAYO                                | 5       |
| 6.- ANÁLISIS ESTADÍSTICO                              | 6       |
| 7.- RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES       | 9       |
| 8.- ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS | 11      |
| 9.- EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO                           | 12      |
| 10.- COMENTARIOS Y SUGERENCIAS                        | 14      |
| 11.- REFERENCIAS                                      | 15      |
| 12.- ANEXOS   | 16      |

## 1. LISTA DE PARTICIPANTES

|   |
|---|
| 5M S.A.   |
| CESMEC S.A. SEDE IQUIQUE  |
| CORTHORN QUALITY CHILE S.A.   |
| DEPARTAMENTO METROLOGÍA QUÍMICA LACOMET                                     |
| GCL, GESTIÓN DE CALIDAD Y LABORATORIO                                       |
| GCL, GESTIÓN DE CALIDAD Y LABORATORIO SEDE CONCEPCIÓN                       |
| LABORATORIO CTS DE SGS CHILE SEDE PUERTO VARAS                              |
| LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA AMBIENTAL, SEREMI DE SALUD REGIÓN DE COQUIMBO  |
| LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE LA SEREMI DE SALUD MAGALLANES, PUNTA ARENAS |
| LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI SALUD REGIÓN DE LOS RÍOS                    |
| LABORATORIO ENVIROMENTAL SERVICES DE SGS CHILE, SEDE SANTIAGO               |

## 2. RESPONSABLES

### 2.1. Coordinadores de la ronda:

Oscar Garrido / Pedro Ibarra- División de Metrología INN- Difusión, inscripción, entrega códigos confidenciales, recepción de resultados y distribución de informe a participantes.

María Natalia Gutiérrez V.- ISP- Documentación ronda- evaluación estadística- elaboración informe preliminar y final.

### 2.2. Colaboradores:

Gabriel Zambrano- ISP-Despacho encomiendas.

Rodrigo Barriga- ISP- Elaboración y evaluación ítem de Ensayo. Revisión Informe.

Karina González – ISP – Revisión Informe.

Soraya Sandoval – ISP – Revisión Informe.

## 3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda del ensayo de intercomparación del Subprograma (SP19) "Determinación de turbiedad, pH, Cloruros y conductividad" en dos muestras de agua.

Este ensayo corresponde al Subprograma Físico químico de agua, en el cual se solicita la determinación de turbiedad expresada en NTU, de pH en unidades de pH a 20°C, Cloruros en unidades de mg/L. y conductividad en  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

Además se solicitó la medición de conductividad y pH a 25°C.

La ronda fue organizada por la Red Nacional de Metrología (RNM) División de Metrología del INN y el Laboratorio Candidato Instituto de Salud Pública de Chile miembro de la RNM, como herramienta para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en laboratorios de ensayos que realizan análisis físico químico de aguas.

#### 4. OBJETIVOS

El objetivo de esta ronda es permitir evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas por los laboratorios en análisis físico químicos de aguas, a través de la determinación de parámetros como turbiedad, pH, Cloruros y conductividad en aguas.

#### 5. MATERIAL DE ENSAYO

Los materiales de ensayo consisten en dos muestras, correspondientes a una porción homogénea de agua.

**Muestra A (Etiqueta Azul):** ampolla de vidrio de 97 mL aprox. sellada, etiquetada y codificada. El material se mantuvo refrigerado antes de su despacho.

Para análisis de turbiedad, pH a 20 y 25 °C, cloruros y conductividad a 20 y 25°C.

**Muestra B (Etiqueta Verde):** frasco de vidrio de 200 mL aprox. sellado, etiquetado y codificado. El material se mantuvo a temperatura ambiente antes de su despacho.

Para análisis de conductividad a 20 y 25°C.

A continuación se muestra los valores de referencia de ambos materiales:

**Tabla N°1: Valor de Material de Referencia Certificado Muestra A (Etiqueta Azul)**

| Parámetro            | Valor           | U (k=2)        |
|----------------------|-----------------|----------------|
| Cloruros             | 1,96 mg/L       | 0,07 mg/L      |
| Conductividad (20°C) | 18,7 $\mu$ S/cm | 1,8 $\mu$ S/cm |
| pH (20°C)            | 6,3             | 0,6            |

Trazabilidad

**Tabla N°2: Valor Material de Referencia Muestra B (Etiqueta Verde)**

| Parámetro            | Valor            | U (k=2)         | Trazabilidad |
|----------------------|------------------|-----------------|--------------|
| Conductividad (20°C) | 29,40 $\mu$ S/cm | 0,72 $\mu$ S/cm | ASTM-NIST    |
| Conductividad (25°C) | 32,54 $\mu$ S/cm | 1,03 $\mu$ S/cm | ASTM-NIST    |

## 6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados fueron recolectados por el coordinador del ensayo de aptitud (profesional División de Metrología INN) y analizados por profesionales del ISP.

Se determinó la existencia de datos anómalos, utilizando test estadístico de *Grubbs*, detectándose valores anómalos según lo señalado en Tabla N°3 y N°4.

Para poder comparar los diferentes resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios, estos son transformados a valores estándares (Z-Score).

En el caso de la muestra A (Etiqueta azul) los valores asignados corresponden al valor obtenido por robusta para parámetro turbiedad, en cambio para pH y Cloruros el valor asignado se obtuvo del certificado del Material de Referencia.

La desviación estándar de la ronda para turbiedad y pH fue calculada por robusta y para Cloruros fue determinada por Horwitz (Ver tabla N°3)

A continuación se muestra detalle de la evaluación estadística realizada para cada parámetro.

**Tabla N°3: Resumen estadístico Muestra A (Etiqueta Azul)**

| Analito              | Valor asignado                 | Desviación estándar        | N° datos | Datos Anómalos |
|----------------------|--------------------------------|----------------------------|----------|----------------|
| Turbiedad            | 0,36 NTU<br>Robusta            | 0,24 NTU<br>Robusta        | 14       | 3              |
| Cloruros             | 1,96 mg/L<br>Certificado       | 0,283 mg/L<br>Horwitz      | 9        | 0              |
| pH (20°C)            | 6,3<br>Certificado             | 0,33<br>Robusta            | 10       | 2              |
| Conductividad (20°C) | 18,7 $\mu$ S/cm<br>Certificado | 5,63 $\mu$ S/cm<br>Robusta | 9        | 1              |

Los valores de Conductividad y pH a 25°C fueron presentados en el taller de cierre.

En el caso de la muestra B (Etiqueta verde) los valores asignados corresponden al valor obtenido del certificado del Material de Referencia.

La desviación estándar de la ronda fue calculada por robusta (Ver tabla N°4)

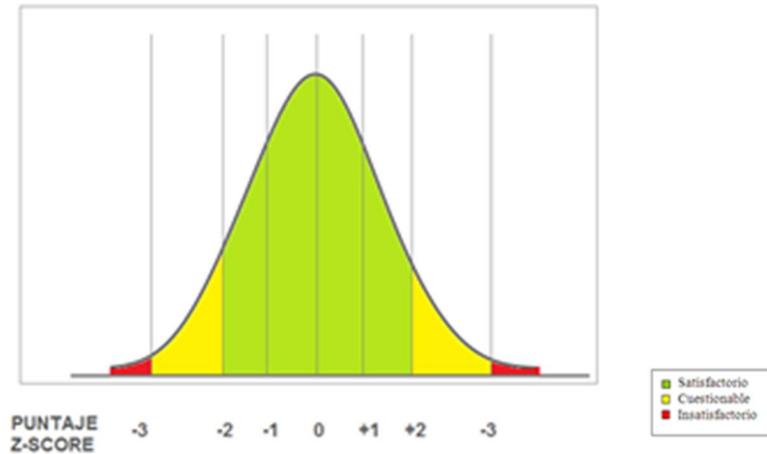
**Tabla N°4: Resumen estadístico Muestra B (Etiqueta Verde)**

| Analito              | Valor asignado                 | Desviación estándar       | N° datos | Datos Anómalos |
|----------------------|--------------------------------|---------------------------|----------|----------------|
| Conductividad (20°C) | 29,4 $\mu$ S/cm<br>Certificado | 1,8 $\mu$ S/cm<br>Robusta | 9        | 0              |

Los valores de Conductividad a 25°C fueron presentados en el Taller de cierre.

### 6.1. Z-Score:

El Z-Score estima el error que existe entre el resultado informado por el laboratorio participante y el valor asignado del ítem de ensayo, y la desviación estándar del ensayo de aptitud. El Z-Score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:



$[ Z ] \leq 2$ : 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", es decir, insatisfactorio.

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al Código Identificación de Laboratorio asignado por INN, para este fin.

## 7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

Resultados informados por los participantes.

**Tabla N°5: Resultados participantes Turbiedad (Muestra A)**

| Código participante | N° Resultado | Resultado Informado Turbiedad (NTU) | Z-Score | Evaluación      |
|---------------------|--------------|-------------------------------------|---------|-----------------|
| SP19-05             | 1            | 0,26                                | -0,4    | Satisfactorio   |
| SP19-06             | No aplica    | <0,20                               | *       | *               |
| SP19-07             | No aplica    | **                                  | **      | **              |
| SP19-08             | 1            | 0,89                                | 2,3     | Cuestionable    |
| SP19-08             | 2            | 0,9                                 | 2,3     | Cuestionable    |
| SP19-09             | 1            | 0,2                                 | -0,7    | Satisfactorio   |
| SP19-09             | 2            | 0,2                                 | -0,7    | Satisfactorio   |
| SP19-12             | 1            | 0,3                                 | -0,3    | Satisfactorio   |
| SP19-12             | 2            | 0,3                                 | -0,3    | Satisfactorio   |
| SP19-16             | 1            | 1,52                                | 4,9     | Insatisfactorio |
| SP19-16             | 2            | 1,53                                | 5,0     | Insatisfactorio |
| SP19-17             | 1            | 0,422                               | 0,3     | Satisfactorio   |
| SP19-22             | No aplica    | **                                  | **      | **              |
| SP19-25             | 1            | 0,201                               | -0,7    | Satisfactorio   |
| SP19-25             | 2            | 0,204                               | -0,7    | Satisfactorio   |
| SP19-26             | 1            | 0,5                                 | 0,6     | Satisfactorio   |
| SP19-26             | 2            | 0,5                                 | 0,6     | Satisfactorio   |

**Nota:** \*El resultado reportado por el laboratorio, no fue evaluado dado que no se consideran los valores tales como  $>0$ ,  $\geq 0$  o  $\leq$  debido a que no se consideran datos numéricos.

\*\* No reporta resultado

**Tabla N°6: Resultados participantes Cloruros (Muestra A)**

| Código participante | N° Resultado | Resultado Informado Cloruros (mg/L) | Z-Score | Evaluación      |
|---------------------|--------------|-------------------------------------|---------|-----------------|
| SP19-05             | 1            | 2,24                                | 1,0     | Satisfactorio   |
| SP19-06             | No aplica    | **                                  | **      | **              |
| SP19-07             | 1            | 1,99                                | 0,1     | Satisfactorio   |
| SP19-08             | No aplica    | **                                  | **      | **              |
| SP19-09             | No aplica    | **                                  | **      | **              |
| SP19-12             | No aplica    | **                                  | **      | **              |
| SP19-16             | 1            | 1,73                                | -0,8    | Satisfactorio   |
| SP19-16             | 2            | 1,78                                | -0,6    | Satisfactorio   |
| SP19-17             | 1            | 12,39                               | 36,9    | Insatisfactorio |
| SP19-17             | 2            | 12,49                               | 37,2    | Insatisfactorio |
| SP19-22             | No aplica    | **                                  | **      | **              |
| SP19-25             | 1            | 2                                   | 0,1     | Satisfactorio   |
| SP19-25             | 2            | 1,97                                | 0,0     | Satisfactorio   |
| SP19-26             | 1            | 6,7                                 | 16,7    | Insatisfactorio |

**Nota:** \*\* No reporta resultado

**Tabla N°7: Resultados participantes pH a 20°C y 25°C (Muestra A)**

| Código participante | Resultado pH (20°C) | Z-Score | Evaluación      | Resultado pH (25°C) |
|---------------------|---------------------|---------|-----------------|---------------------|
| SP19-05             | 6,49                | 0,6     | Satisfactorio   | 6,53                |
| SP19-06             | 6,27                | -0,1    | Satisfactorio   | 6,31                |
| SP19-07             | **                  | **      | **              | 6,29                |
| SP19-08             | 6,07                | -0,7    | Satisfactorio   | 6,05                |
| SP19-09             | 7,7                 | 4,2     | Insatisfactorio | 7,6                 |
| SP19-12             | 6,1                 | -0,6    | Satisfactorio   | 6,7                 |
| SP19-16             | 6,47                | 0,5     | Satisfactorio   | 6,37                |
| SP19-17             | 7,545               | 3,7     | Insatisfactorio | **                  |
| SP19-22             | 6,24                | -0,2    | Satisfactorio   | 6,3                 |
| SP19-25             | 6                   | -0,9    | Satisfactorio   | 6,11                |
| SP19-26             | 5,99                | -0,9    | Satisfactorio   | 5,78                |

**Nota:** \*\* No reporta resultado

**Tabla N°8: Resultados participantes Conductividad a 20°C y 25°C (Muestra A)**

| Código participante | Resultado Conductividad (20°C) | Z-Score | Evaluación      | Resultado Conductividad (25°C) |
|---------------------|--------------------------------|---------|-----------------|--------------------------------|
| SP19-05             | 21,91                          | 0,6     | Satisfactorio   | 21,8                           |
| SP19-06             | 22,6                           | 0,7     | Satisfactorio   | 21,8                           |
| SP19-07             | **                             | **      | **              | 21,14                          |
| SP19-08             | 18,8                           | 0,0     | Satisfactorio   | 19,13                          |
| SP19-09             | **                             | **      | **              | **                             |
| SP19-12             | 39,7                           | 3,7     | Insatisfactorio | 21,8                           |
| SP19-16             | 20,48                          | 0,3     | Satisfactorio   | 20,48                          |
| SP19-17             | 129,5                          | 19,7    | Insatisfactorio | 130,3                          |
| SP19-22             | 21,6                           | 0,5     | Satisfactorio   | 21,6                           |
| SP19-25             | 35,6                           | 3,0     | Cuestionable    | 38,9                           |
| SP19-26             | 30                             | 2,0     | Cuestionable    | 35                             |

**Nota:** \*\* No reporta resultado

**Tabla N°9: Resultados participantes Conductividad a 20°C y 25°C (Muestra B)**

| Código participante | Resultado Conductividad (20°C) | Z-Score | Evaluación      | Resultado Conductividad (25°C) |
|---------------------|--------------------------------|---------|-----------------|--------------------------------|
| SP19-05             | 31                             | 0,9     | Satisfactorio   | 30,8                           |
| SP19-06             | 31,3                           | 1,1     | Satisfactorio   | 30,8                           |
| SP19-07             | **                             | **      | **              | 30,96                          |
| SP19-08             | **                             | **      | **              | 26,46                          |
| SP19-09             | 30,7                           | 0,7     | Satisfactorio   | 31,7                           |
| SP19-12             | 27,4                           | -1,1    | Satisfactorio   | 29,6                           |
| SP19-16             | 28,62                          | -0,4    | Satisfactorio   | 28,74                          |
| SP19-17             | 30,1                           | 0,4     | Satisfactorio   | 30,5                           |
| SP19-22             | 30,1                           | 0,4     | Satisfactorio   | 30                             |
| SP19-25             | 26,7                           | -1,5    | Satisfactorio   | 30,1                           |
| SP19-26             | 39                             | 5,4     | Insatisfactorio | 46                             |

**Nota:** \*\* No reporta resultado

## 8. METODOLOGÍA UTILIZADA POR LOS PARTICIPANTES

Las referencias normativas de las metodologías analíticas y fundamento utilizados por los participantes son los siguientes:

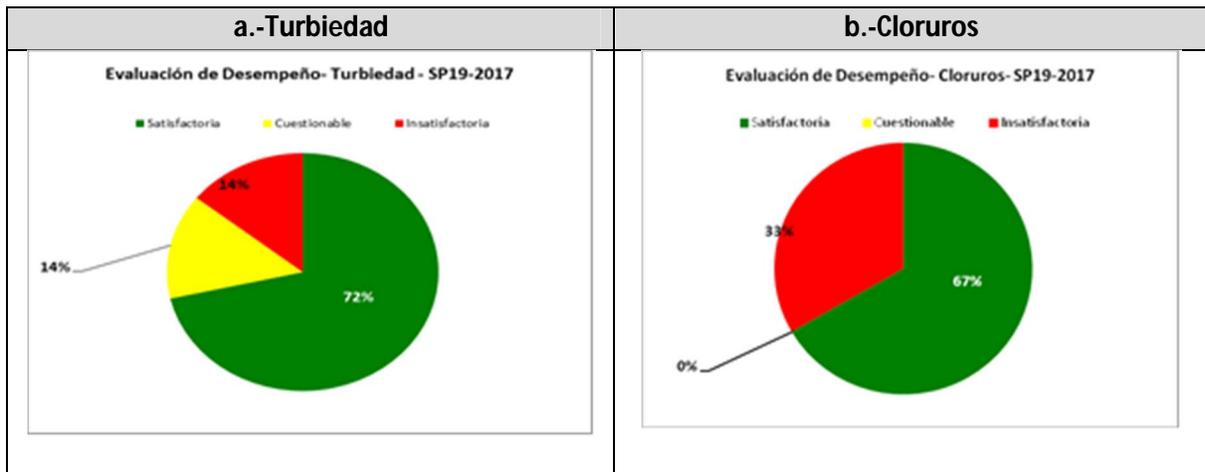
- Turbiedad: los participantes informan fundamento Nefelométrico con la utilización de Standard Methods.
- Para Cloruros: los participantes informan fundamento Cromatografía iónica y Argentometría sin señalar la metodología de referencia utilizada.
- Para pH: los participantes informan la utilización de fundamento Potenciométrico con la utilización de Standard Methods.

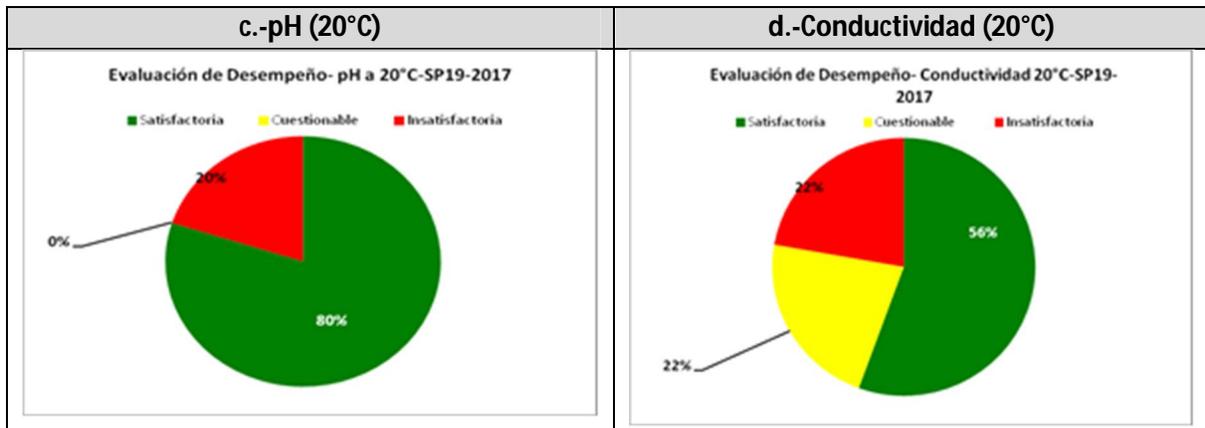
Para conductividad: los participantes informan fundamento Electrométrico con la utilización de Standard Methods.

## 9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

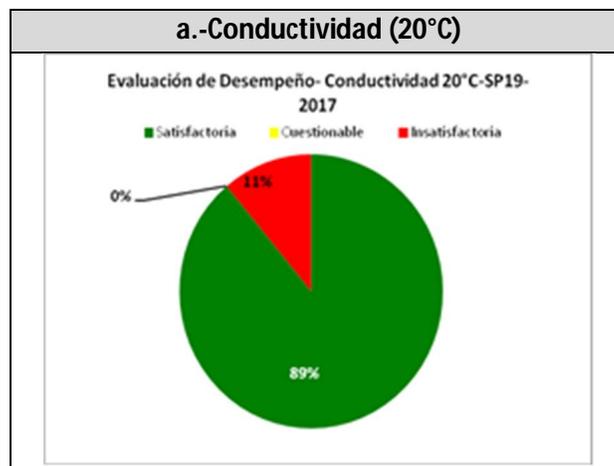
La evaluación de desempeño de los participantes se muestra a continuación en las gráficas N°1 a, b, c, d y gráfica N°2 a y b.

**Gráfica N°1: Evaluación de Desempeño Muestra A (Etiqueta Azul)**





Gráfica N°2: Evaluación de Desempeño Muestra B (Etiqueta verde)



Además en Anexo N° 1 se presentan los resultados de los participantes según la distribución de Kernel

## 10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

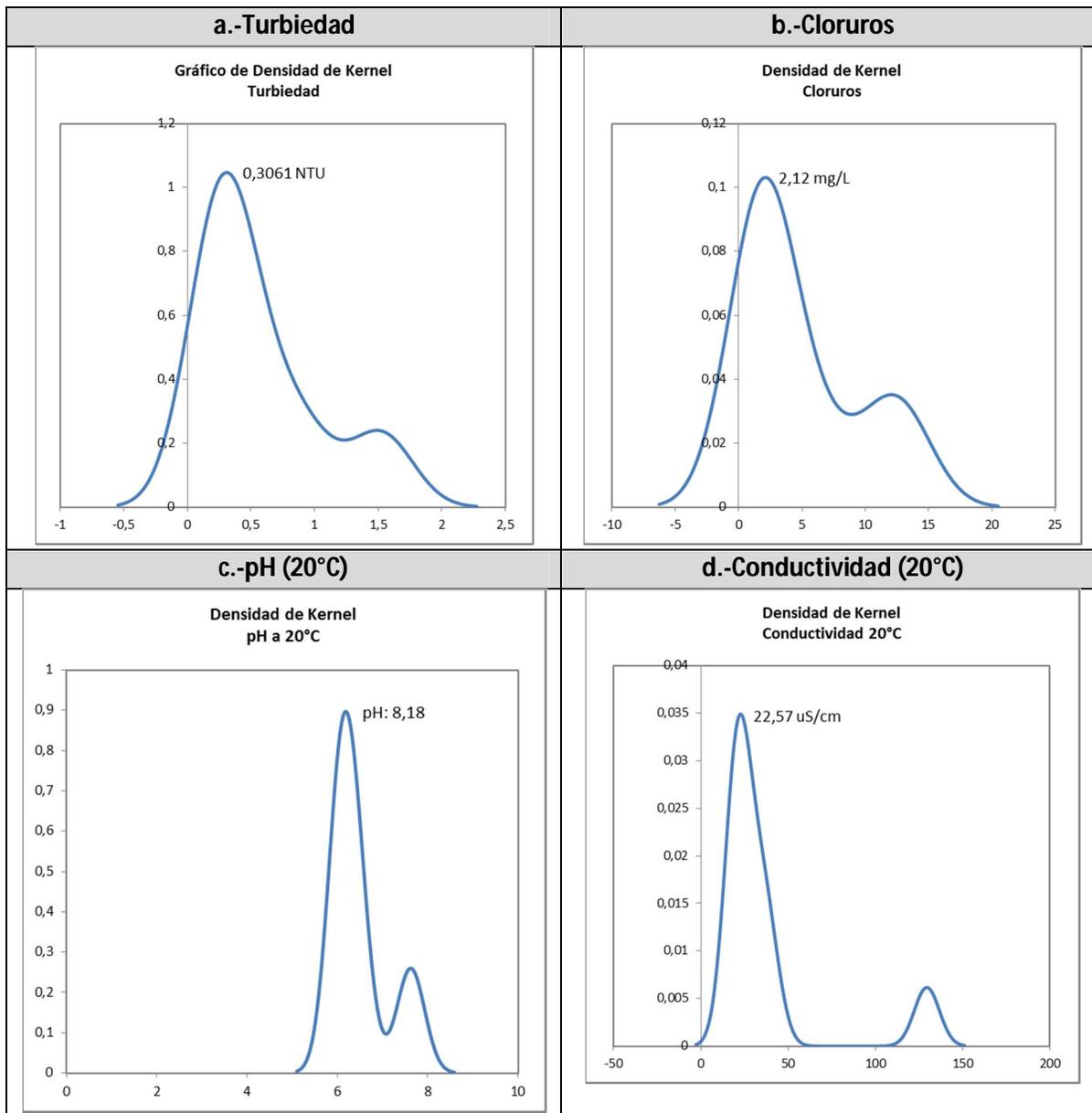
- a. Se recomienda que los laboratorios con desempeños cuestionables o insatisfactorios realicen sus análisis de causa.
- b. En el análisis de turbiedad de la muestra A (etiqueta azul) 8 laboratorios reportaron resultados del total de 11 participantes. El 72% obtuvo resultados satisfactorios, el 14% resultados cuestionables y el 14% resultados insatisfactorios.
- c. En el análisis de cloruros de la muestra A (etiqueta azul) 6 laboratorios reportaron resultados del total de 11 participantes. El 67% obtuvo resultados satisfactorios y el 33% resultados insatisfactorios.
- d. En el análisis de pH de la muestra A (etiqueta azul) 10 laboratorios reportaron resultados del total de 11 participantes. El 80% obtuvo resultados satisfactorios y el 20% resultados insatisfactorios.
- e. En el análisis de conductividad de la muestra A (etiqueta azul) 9 laboratorios reportaron resultados del total de 11 participantes. El 56% obtuvo resultados satisfactorios, el 22% resultados cuestionables y el 22% resultados insatisfactorios.
- f. En el análisis de conductividad de la muestra B (etiqueta verde) 9 laboratorios reportaron resultados del total de 11 participantes. El 89% obtuvo resultados satisfactorios y el 11% resultados insatisfactorios.
- g. Para el parámetro de pH a 25°C de la muestra A (etiqueta azul) se entregan los resultados reportados por los participantes de carácter informativo ya que no fue posible realizar la evaluación de desempeño y obtener puntajes de Z-Score debido a que el certificado de análisis del Material de Referencia entrega valor de pH a condiciones Normalizadas de presión y temperatura.
- h. Para el parámetro de conductividad a 25°C de la muestra A (etiqueta azul) se entregan los resultados reportados por los participantes de carácter informativo ya que no fue posible realizar la evaluación de desempeño y obtener puntajes de Z-Score debido a que el certificado de análisis del Material de Referencia entrega valor de conductividad a condiciones Normalizadas de presión y temperatura.
- i. Para el parámetro de conductividad a 25°C de la muestra B (etiqueta verde) se entregan los resultados reportados por los participantes de carácter informativo ya que no fue posible realizar la evaluación de desempeño y obtener puntajes de Z-Score debido a la alta dispersión de los resultados reportados por los participantes respecto al valor de análisis del Material de Referencia.

## 11. REFERENCIAS

- a) *ISO 13528:2015 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.*
- b) NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud.
- c) *“Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers”. Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A.*
- d) *Thompson, M., Ellison, S.L.R and Wood, R. 2006. The International Harmonized Protocol for Proficiency*

## 12. ANEXOS

Gráfica N°1: Distribución de Kernel Muestra A (Etiqueta Azul)



Gráfica N°2: Distribución de Kernel Muestra B (Etiqueta verde)

