



PROTOCOLO DE ENSAYO DE APTITUD

SP19: ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO EN AGUA: TURBIEDAD, pH, CLORUROS Y CONDUCTIVIDAD

Este programa es desarrollado con aportes del Fondo de Innovación para la Competitividad, del Ministerio de Economía, Fomento y Turismo.

Coordinado por la División Metrología del Instituto Nacional de Normalización, INN

DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL
SUBDEPARTAMENTO DE METROLOGÍA Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
SECCIÓN METROLOGIA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS

Esta ronda ha sido desarrollada por el Laboratorio Candidato de Química y la Unidad de Coordinación de Ensayos de Aptitud pertenecientes a la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos
Subdepartamento de Metrología y Desarrollo Tecnológico
Departamento Salud Ambiental
Instituto de Salud Pública de Chile

Coordinadores Ensayos de Aptitud RNM:

Ma. Natalia Gutiérrez V.-ISP
Oscar Garrido G.-INN

Laboratorio Candidato de Metrología:

Rodrigo Barriga G.
Soraya Sandoval R.

SP19- Versión 01 - Octubre 2017

CONTENIDO

I	INTRODUCCIÓN	3
II	OBJETIVOS	3
III	IDENTIFICACIÓN DEL PROVEEDOR DE ENSAYO DE APTITUD	3
IV	COORDINACIÓN	3
V	REQUISITOS DE PARTICIPACIÓN	4
VI	DESCRIPCIÓN DEL ITEM DE ENSAYO - MATERIAL DE ENSAYO	4
VII	PUNTOS DE MEDICIÓN	5
VIII	CONFABULACIÓN ENTRE LOS PARTICIPANTES O FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS	5
IX	CONDICIONES DE TRANSPORTE, MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO DEL MATERIAL DE ENSAYO	5
X	CONFIDENCIALIDAD Y CODIFICACIÓN A CADA LABORATORIO PARTICIPANTE	6
XI	MÉTODO DE ENSAYO	6
XII	DESARROLLO	6
XIII	RECEPCIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS	6
XIV	VALOR ASIGNADO Y EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO	7
XV	INFORME FINAL	8
XVI	TALLER DE CIERRE DE ENSAYO DE APTITUD	9
XVII	COMENTARIOS	9

I. INTRODUCCIÓN

La División de Metrología del INN, coordina las actividades involucradas en la operación de un Programa de Ensayo de Aptitud Nacional (Proficiency Testing – PT's), a cargo de la Red Nacional de Metrología con la finalidad de poner esta actividad al servicio de los laboratorios de ensayo y calibración del país.

Desde el año 2010, la RNM ofrece un Programa de Ensayos de Aptitud el cual es parte del "Programa de Fortalecimiento y Reconocimiento de las Mejores Capacidades de Medición en la Red Nacional de Metrología", Programa desarrollado con aportes del Fondo de Innovación para la Competitividad, del Ministerio de Economía, Fomento y Turismo.

La división de Metrología del INN, coordina en conjunto con el Instituto de Salud Pública las actividades de distribución y recepción de resultados, involucradas en la operación de éste programa de Ensayo de Aptitud, con la finalidad de situar esta actividad al servicio de los laboratorios de ensayo y calibración del país.

La ronda de ensayo de aptitud de análisis físico-químico de aguas tiene como objetivo evaluar el desempeño de los laboratorios en el control de los parámetros de turbiedad, pH, cloruros y conductividad.

II. OBJETIVO

Evaluar competencia de los participantes para realizar calibraciones y el desempeño de los organismos acreditados.

III. IDENTIFICACIÓN DEL PROVEEDOR DE ENSAYO DE APTITUD

El proveedor del ensayo de aptitud, es el Instituto Candidato en Química Agua y alimentos, perteneciente a la Red Nacional de Metrología, ubicado en las dependencias del Instituto de Salud Pública.

IV. COORDINACIÓN

El programa de Ensayo de Aptitud anual, es coordinado por la División Metrología del Instituto Nacional de Normalización.

Contactos:

Coordinador de Ensayo de Aptitud del INN : Oscar Garrido G.

Teléfono : +56-2-24458875

Email : oscar.garrido@inn.cl

Proveedor de Ensayo de Aptitud del ID: María Natalia Gutiérrez V.

Teléfono : +56-2-25755531

Email : mgutierrez@ispch.cl

V. REQUISITOS DE PARTICIPACIÓN

El número máximo de participantes es de 10.

El cronograma y fechas plazo del ensayo aptitud se indican a continuación:

ACTIVIDAD	FECHA
Fecha Inicio de Inscripciones	16 de Agosto de 2017
Plazo final envío de Formularios de Inscripción	25 de Septiembre de 2017
Notificación a Laboratorios inscritos y aceptados	02 de Octubre de 2017
Envío de muestras a los participantes	17 de Octubre de 2017
Plazo final envío de resultados por parte de los Laboratorios Participantes	21 de Noviembre de 2017
Entrega Informe Preliminar B	05 de Diciembre de 2017
Taller de Cierre de la Ronda	14 de Diciembre de 2017
Entrega Informe Final A	29 de Diciembre de 2017

Se solicitará al laboratorio participante completar el envío del Formulario de Participación, antes de la fecha señalada en sitio web de metrología, como plazo de postulación.

La ficha de adscripción debe ser enviada a oscar.garrido@inn.cl.

VI. DESCRIPCIÓN DEL ÍTEM DE ENSAYO- 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 °C, cloruros y conductividad a 20 y 25°C.

Ítem 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.

Al recibir las muestras debe hacer llegar la "Hoja de acuso recibo conforme Ítem de Ensayo" vía correo electrónico al Sr. Oscar Garrido a oscar.garrido@inn.cl.

En caso de no recibir el material de ensayo dentro de 5 días hábiles desde la fecha establecida como fecha de envío en el cronograma por favor contactarse con el Coordinador de ensayos de aptitud INN Oscar Garrido vía correo electrónico a oscar.garrido@inn.cl.

VII. PUNTOS DE MEDICIÓN

Los resultados de turbiedad deben ser expresados en NTU.

Los resultados para pH deben ser expresados en unidades de pH a 20°C y a 25°C.

Los resultados de cloruros deben ser expresados en mg/L Cl⁻

Los resultados de conductividad deben ser expresados en $\mu\text{S/m}$ a 20°C y a 25°C.

VIII. CONFABULACIÓN ENTRE LOS PARTICIPANTES O FALSIFICACIÓN DE RESULTADOS

La necesidad de confianza constante en el desempeño de los laboratorios no sólo es esencial para los laboratorios y sus clientes sino también para otras partes interesadas, tales como las autoridades reguladoras, el organismo de acreditación, y otras organizaciones que especifican requisitos para los laboratorios". Si se sospecha de confabulación entre los participantes o la falsificación de resultados, se aplicarán los procedimientos correspondientes. Si los resultados de la investigación confirman que existe confabulación entre los participantes o la falsificación de resultados, se dará aviso de manera inmediata al organismo nacional de acreditación, que radica en el Instituto Nacional de Normalización (INN) y a la autoridad reglamentaria correspondiente, si corresponde.

IX. CONDICIONES DE TRANSPORTE, MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO DEL MATERIAL DE ENSAYO

Transporte:

Los *ítems* de ensayo están contenidos en un envase terciario de poliestireno expandido (EPS) con la finalidad de proteger su integridad hasta la recepción en el laboratorio de destino. Este transporte es realizado a temperatura de refrigeración.

Manipulación y Almacenamiento del material de Ensayo:

Al recepcionar la muestra:

1. El participante deberá revisar si la muestra se encuentra sin daños físicos en cuanto a su embalaje (en buen estado, etiqueta legible, sin roturas y cerrado), la **muestra A** debe ser almacenada a temperatura de refrigeración mientras que la **muestra B** se almacena a temperatura ambiente en un lugar fresco y protegido de la humedad. Tomar nota del estado, fecha de recepción y hora.
2. Verificar el código de la muestra.

3. Utilice elementos de protección personal adecuados para la manipulación del material.
4. Al manipular los ítems durante su análisis, asegurarse que las paredes externas del envase se encuentren limpias antes de proceder a abrir el material para evitar riesgos de contacto con la piel.
5. Homogenice la muestra, previo al análisis.

X. CONFIDENCIALIDAD Y CODIFICACIÓN A CADA LABORATORIO PARTICIPANTE

El participante recibirá un código de identificación de Laboratorio. Este código alfanumérico será entregado por coordinador del INN mediante correo electrónico al participante, una vez confirmada y aceptada su participación en el Ensayo de aptitud.

Cabe destacar que el código asignado es confidencial.

XI. MÉTODOS DE ENSAYO

Indicaciones:

Los participantes, deben utilizar los métodos rutinarios de análisis de laboratorio para procesar las muestras.

Se recomienda tener un buen manejo sobre la cantidad de muestra utilizada para analizar, con la finalidad de repetir el ensayo en caso que sea requerido.

XII. DESARROLLO

- a) Publicación de la Programación anual de los EA, ofrecidos por la RNM, en el sitio web: www.metrologia.cl.
- b) Publicación de Protocolo y Formulario de Inscripción del EA, en sitio web: www.metrologia.cl.
- c) Proceso de inscripción de los laboratorios participantes, mediante envío de formulario.
- d) Recepción de formularios de inscripción.
- e) Recepción de las muestras o patrones por cada Laboratorio participante del EA.
- f) Envío de códigos asignados por correo electrónico a cada Laboratorio participante.
- g) Elaboración del Programa de mediciones de cada EA, según corresponda.
- h) Desarrollo del Ensayo de Aptitud (desarrollo experimental de las mediciones).
- i) Recepción de los resultados del Ensayo de Aptitud.
- j) Elaboración, revisión y envío del Informe Preliminar a los participantes.
- k) Reunión Final (Taller de Cierre), opcional.
- l) Envío de Informe Final a los participantes.

XIII. RECEPCIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS

Ud. Recibirá adjunto a la encomienda una plantilla denominada "Planilla de Resultados".

Esta planilla debe ser llenada con letra legible, toda la información indicada (*) debe ser llenada obligatoriamente. La planilla de resultado tiene 1 página en la cual se informan los datos del laboratorio y los resultados obtenidos de las muestras de ensayo.

Los datos solicitados en la planilla corresponden al promedio de los resultados obtenidos, es decir, la concentración del analito detectada por el laboratorio participante en la muestra, por lo cual ya se le ha aplicado en cada valor el factor de dilución.

El laboratorio debe reportar en la planilla de resultados el método analítico utilizado por el laboratorio y su referencia normativa (si corresponde).

Al llenar la Planilla de Resultados, asegúrese que los datos sean ingresados correctamente, revíselos antes de firmar. Realice 2 copias de esa planilla, una para ser enviada al coordinador del INN y otra como respaldo del laboratorio.

Los resultados de turbiedad deben ser expresados en NTU.

Los resultados para pH deben ser expresados en unidades de pH a 20°C y a 25°C.

Los resultados de cloruros deben ser expresados en mg/L Cl-

Los resultados de conductividad deben ser expresados en $\mu\text{S/m}$ a 20°C y a 25°C.

Los resultados deberán enviarse vía correo electrónico o por correo certificado si lo estima conveniente, en el plazo del cronograma establecido al correo electrónico oscar.garrido@inn.cl.

En caso de que la planilla sea enviada por correo certificado o correo electrónico (e-mail), deben coincidir ambas, ya que sólo se considerarán para este caso la planilla recibida vía correo certificado como resultado oficial a fin de realizar la evaluación de los datos. No se aceptará el recibo de dos planillas distintas enviadas al mismo tiempo por el laboratorio.

Nota: Se recibirán solo aquellos resultados que sean en la planilla definida, con los antecedentes obligatorios completos y dentro de la fecha plazo establecida.

XIV. VALOR ASIGNADO Y EVALUACION DE DESEMPEÑO

El establecimiento del valor asignado podrá ser establecido de una de las siguientes maneras:

- Valor de certificado.
- Proveniente del test de homogeneidad.
- Un valor de consenso determinado con la media robusta de todos los resultados de los participantes.
- Eventualmente, cuando el comportamiento observado entre los datos informados por los participantes lo amerite, se podrá realizar el Test de Kernel, para la obtención de valor de consenso, aplicando un 0,75% de la desviación estándar establecida para el ensayo. Y a través del consenso de expertos, se determinará cuál es el valor asignado más adecuado para la ronda en estudio.

No se consideran en la evaluación ya que es de carácter cuantitativo, los resultados informados como “menor que” o “mayor que”

El establecimiento de la desviación estándar del ensayo de aptitud, se realiza a través del modelo estadístico basado en la ecuación de Horwitz.

Para evaluar el desempeño de los laboratorios es utilizado el z-score, índice que permite relacionar las diferencias entre los resultados de los participantes y el valor asignado, en términos de la dispersión aceptable de los resultados o la desviación estándar establecida. Se asumirá por tanto una distribución normal, para cualquier grupo de datos con distribución normal los Z-score deberán estar entre el rango de ± 2 a ± 3 .

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

Donde:

x_a = resultado de los participantes

X = valor asignado

σ_{pt} = Desviación estándar establecida para el ensayo de aptitud.

Los criterios de aceptabilidad, están definidos por el valor obtenido por cada laboratorio, que son clasificados de la siguiente manera:

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

$2,00 < [Z] < 3,00$: es decir, entre -2,01 y -2,99 y; entre +2,01 y +2,99 el resultado del laboratorio es **cuestionable**.

$[Z] \geq 3,00$: el resultado del laboratorio es no satisfactorio, es decir, **insatisfactorio**.

XV. INFORME FINAL

El proveedor del EA preparará el Informe Preliminar B, el cual se hará llegar a cada laboratorio para su revisión y comentarios, si procede. Los comentarios y observaciones de los participantes en relación con los contenidos del informe, deberán ser notificados en un plazo máximo de 5 días hábiles, a partir de la fecha de envío del Informe Preliminar.

El informe preliminar podrá ser enviado por el coordinador del ensayo de aptitud del INN a cada participante.

El informe preliminar incluirá el resultado de todos los laboratorios participantes, excepto aquellos que:

- Enviaron resultados erróneos.

- Valores informados bajo el límite de detección.
- Enviaron resultados fuera de plazo.

Con las observaciones que correspondan aplicar se generará un Informe Final A que será enviado por el coordinador del ensayo de aptitud del INN a cada participante además será publicado en el sitio web de metrología www.metrologia.cl. En este informe se entregan los resultados de los laboratorios participantes identificados con el código asignado a cada laboratorio. El informe describe el listado de participantes, objetivo del ensayo de aptitud, el ítem de ensayo y la evaluación estadística realizada. La evaluación de desempeño de los participantes es representada en tablas y gráficas, según sea necesario.

XVI. TALLER DE CIERRE DE ENSAYO DE APTITUD

Los participantes deberán asistir al Taller de cierre, durante esta instancia se expondrán los resultados generales de la ronda de ensayo de aptitud y se analizarán según la evaluación estadística realizada.

XVII. COMENTARIOS

Cualquier problema en la recepción del envío, en cuanto a documentos, alteración del estado de la muestra, cantidad de muestra, etc. debe ser informado a la brevedad al Coordinador de Ensayos de aptitud de INN.

Siga las instrucciones indicadas en este documento, para la adecuada manipulación de la muestra de ensayo. Al realizar el análisis, manejo de datos y cálculos, revise cuidadosamente los resultados obtenidos, antes de informarlos.