

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

PROGRAMA ANIONES EN AGUAS

SUBPROGRAMA: NITRITO Y FLUOR EN AGUAS.

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | PEEC SP8-2017 V.0

PROGRAMA ANIONES EN AGUAS SUBPROGRAMA:
NITRITO Y FLUOR EN AGUAS.

Coordinador PEEC:

QF. Ma. Natalia Gutiérrez
27/06/2017 V.0

Autorizado por:

Jefe Departamento Salud Ambiental
Dra. Isel Cortés Nordarse



P E E C
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

PROGRAMA ANIONES EN AGUAS

SUBPROGRAMA:

NITRITO Y FLUOR EN AGUAS.

CONTENIDO

1. LISTA DE PARTICIPANTES	4
2. RESPONSABLES	5
3. INTRODUCCIÓN	5
4. MATERIAL DE ENSAYO	5
5. CRONOGRAMA	6
6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO	7
7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC	8
8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS	8
9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO	9
10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS	9
11. REFERENCIAS	9
12. ANEXOS	10

1. LISTA DE PARTICIPANTES

ALS LIFE SCIENCES CHILE S.A.	COLINA
BIOTECMAR SERVICIOS UNIVERSIDAD CATÓLICA DE LA SANTÍSIMA CONCEPCIÓN	TALCAHUANO
CESMEC S.A. SEDE IQUIQUE	ALTO HOSPICIO
CESMEC S.A. SEDE SANTIAGO	COLINA
CESMEC S.A. SEDE CONCEPCIÓN	CONCEPCIÓN
LABORATORIO AMBIENTAL / SEREMI DE SALUD ARAUCANÍA	TEMUCO
LABORATORIO AMBIENTAL DE VIÑA DEL MAR DE LA SEREMI DE SALUD REGIÓN VALPARAÍSO	VIÑA DEL MAR
LABORATORIO AMBIENTAL DEL MAULE / SEREMI DE SALUD MAULE	TALCA
LABORATORIO AMBIENTAL LLANQUIHUE / SEREMI DE SALUD REGIÓN DE LOS LAGOS	PUERTO MONTT
LABORATORIO AMBIENTAL ÑUBLE DELEGACIÓN PROVINCIAL ÑUBLE SEREMI DE SALUD DEL BÍO BÍO	CHILLÁN
LABORATORIO AMBIENTAL O'HIGGINS SEREMI DE SALUD O'HIGGINS	RANCAGUA
LABORATORIO AMBIENTAL REGIÓN ARICA Y PARINACOTA	ARICA
LABORATORIO DE ALIMENTOS Y AGUAS. INSTITUTO DE AGROINDUSTRIA	TEMUCO
LABORATORIO DE ALIMENTOS-UNIVERSIDAD AUSTRAL DE CHILE	VALDIVIA
LABORATORIO DE SALUD AMBIENTAL CONCEPCIÓN	CONCEPCIÓN
LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA	COPIAPÓ
LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE LA SEREMI DE SALUD MAGALLANES, PUNTA ARENAS.	PUNTA ARENAS
LABORATORIO DEL AMBIENTE BÍO BÍO / SEREMI DE SALUD BÍO BÍO	LOS ÁNGELES
LABORATORIO DEL AMBIENTE OSORNO/ SEREMI DE SALUD REGIÓN DE LOS LAGOS	OSORNO
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD AYSÉN	AYSÉN
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD REGIÓN COQUIMBO	LA SERENA
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI SALUD REGIÓN DE LOS RÍOS	VALDIVIA
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI SALUD TARAPACÁ	IQUIQUE
LABORATORIO ENVIROMENTAL SERVICES DE SGS CHILE, SEDE SANTIAGO	PUDAHUEL
LABORATORIO LECYCA UNIVERSIDAD DEL BÍO BÍO	CHILLÁN

LABORATORIO SALUD AMBIENTAL ANTOFAGASTA	ANTOFAGASTA
LABORATORIO SANITARIO AMBIENTAL SEREMI SALUD REGIÓN METROPOLITANA	SANTIAGO
LABORATORIO SATÉLITE PUERTO NATALES	PUNTA ARENAS
SECCIÓN QUÍMICA AMBIENTAL INSTITUTO DE SALUD PUBLICA DE CHILE	SANTIAGO
VIAMED TECHNICAL LABORATORY S.A.	ÑUÑO A

2. RESPONSABLES

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- QF. María Natalia Gutiérrez Vargas (Coordinador Ensayos de Aptitud).

Colaboradores:

- Gabriel Zambrano (Preparación de cajas y etiquetado, preparación y embalaje de ítems de ensayo).
- Ing. Karina González N. (Revisión de informe)
- QF. Soraya Sandoval (Revisión de informe)

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma (SP8) "Nitritos y Flúor en Aguas", desarrollado por el PEEC Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile (ISP).

4. MATERIAL DE ENSAYO - ENVÍO

El material de ensayo enviado al laboratorio consistió en una muestra de aproximadamente 150 mL de agua, destinada a la determinación de flúor y de nitrito en una matriz de agua, debidamente codificada y envasada en frascos plásticos y sellados herméticamente, enviada y mantenida a temperatura de refrigeración.

El ítem de ensayo fue elaborado por el Área de Química Metrológica de la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos, del Instituto de Salud Pública de Chile. La evaluación del ítem se realizó por el método de Electrodo Ion Selectivo (EIS) para el analito Flúor y por Espectrofotometría de Absorción Molecular para Nitritos.

El valor asignado al material de ensayo fue establecido de acuerdo al valor de preparación y test de homogeneidad se muestra en Tabla N°1.

Tabla N°1:

Valor Asignado

Analito	Valor asignado	U (k=2)
Flúor (mg/L F-)*	2,07	0,034
Nitrito (mg/L NO ₂ -)*	25,80	0,002

* Trazabilidad NIST (Flúor: NIST SRN 682; Nitrito: NIST SRM 3183)

El test de Homogeneidad demostró que el material era aceptable para los fines previstos ($S_{sam^2} < al C$ (Critical)) (Ver Tabla N°2).

Tabla N°2:

Test de Homogeneidad

Parámetro	Flúor	Nitrito
S_{sam^2}	0,0003	0,0000
C (crítico)	0,01	0,83

Cada laboratorio recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el ensayo de aptitud. Indicándose a los participantes que se debían cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo.

A los participantes, se les recomendó analizar la muestra de ensayo utilizando los métodos rutinarios de análisis de sus laboratorios.

5. CRONOGRAMA

Envío de material de ensayo

09 / Mayo / 2017

Fecha límite de envío de resultados

31 / Mayo / 2017

Fecha efectiva publicación informe parcial

14 / Junio / 2017

6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados y analizados estadísticamente. En base al método estadístico de Grubbs, se evalúa la presencia de datos anómalos, posteriormente se procedió a realizar el análisis estadístico.

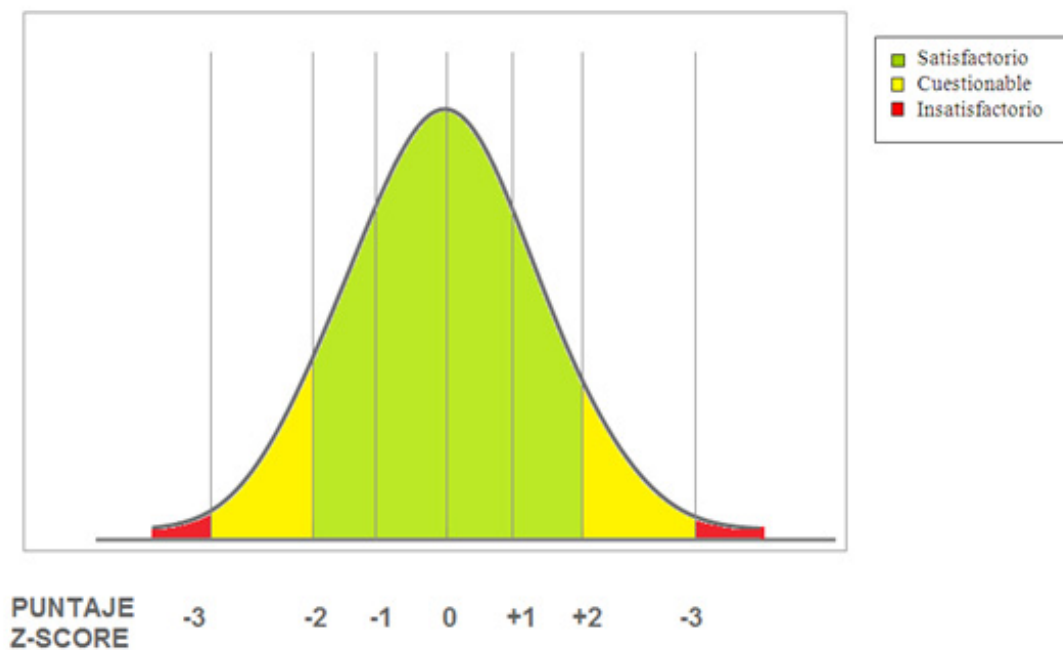
Para poder comparar los diferentes resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios, estos son transformados a valores estándares (Z-score).

El Z-score estima el error que existe entre el resultado informado por el laboratorio participante y el valor asignado del material de ensayo, y la desviación estándar del ensayo de aptitud.

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera (Figura N°1):

Figura N°1:

Valores 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", es decir, insatisfactorio.

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 DEL PEEC

7.1.- Datos

De los 30 laboratorios adscritos: el 100% enviaron resultados, ya sea para uno y/o ambos analitos. Con los datos reportados se establecen los datos anómalos. Los resultados enviados por los participantes se presentan en la Tabla N° 4 en Anexos.

7.2.- Técnicas y métodos

La técnica informada por los laboratorios participantes para el análisis de flúor es Potenciometría Electrodo Ion Selectivo (21/27) y Cromatografía Iónica (6/27).

Se indican como métodos de referencia para el análisis de Flúor: Manual SISS ME-06-2007, SMEW&W 4110 B, MINSAL Norma Uso Flúor. Prev. Odont. 1998, SMEW&W 4500-F-C, Método "In House" (Ver Anexos).

La técnica informada por los laboratorios participantes para el análisis de nitrito es Espectrofotometría Molecular-Colorimetría (18/27), Potenciometría Electrodo Ion Selectivo (1/27), Cromatografía Iónica (6/27) u otro fundamento no especificado (2/27).

Se indican como métodos de referencia para el análisis de Nitrito: Manual SISS ME-17-2007, Método "In House", SMEW&W 4500-NO2- B, SMEW&W 4110 B (Ver Anexos).

8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

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

Tabla N° 3:

Resumen análisis estadístico muestra

Parámetros	Resultados Flúor	Resultados Nitrito
n	27	27
Valor asignado (mg/L)	2,07	25,80
σ pt (mg/L)	0,29685	2,53088
N° anómalos	0	1

El valor asignado, se obtuvo en base al Test de Homogeneidad. La desviación estándar de la ronda fue calculada con la ecuación de Horwitz para ambos analitos.

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 4 (en anexos) se señalan los resultados y el z-score obtenido.

Se presentan las gráficas de dispersión lineal, de los Z-score obtenidos por los laboratorios para la muestra. Indicándose los límites de satisfactorio e insatisfactorio (ver anexos). Se presentan gráficas circulares para expresar porcentualmente los resultados satisfactorios obtenidos en cada caso.

9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

El 100% de los laboratorios que enviaron resultados de flúor presentaron desempeño satisfactorio ($Z\text{-score} \leq 2$).

El 96,3% de los laboratorios que enviaron resultados de nitrito presentaron desempeño satisfactorio.

El 3,7% restante obtuvo resultados cuestionables.

En los anexos se indican y grafican los métodos de referencia asociados a cada evaluación. Así como las gráficas de desempeño para cada analito.

10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

- a) No se obtuvieron valores anómalos para el ion Flúor, en cambio para ion Nitrito se obtuvo un resultado anómalo.
- b) Se sugiere a los laboratorios que obtuvieron desempeño cuestionable en la determinación de nitrito realizar las revisiones y análisis correspondientes.
- c) La versión oficial del presente informe se publicará en la página web www.ispch.cl.

11. REFERENCIAS

1. ISO 13528:2015 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
2. NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud.
3. "Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A.
4. 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.

12. ANEXOS

Tabla N° 4.

Resultados de Flúor y Nitrito reportados por los laboratorios, valores de Z-score y evaluación.

Código Laboratorio	Flúor (mg/L)	Z-score	E	Nitrito (mg/L)	Z-score	E
QAMA 1302	1,99	-0,27	S	29,66	1,53	S
QAMA 1305	2,01	-0,20	S	*		
QAMA 1310	1,87	-0,67	S	27,60	0,71	S
QAMA 1315	1,98	-0,30	S	18,97	-2,70	C
QAMA 1316	2,17	0,34	S	25,03	-0,3	S
QAMA 1317	2,10	0,10	S	25,90	-0,04	S
QAMA 1320	1,98	-0,30	S	24,60	-0,47	S
QAMA 1321	1,98	-0,30	S	25,02	-0,31	S
QAMA 1323	2,07	0	S	23,98	-0,72	S
QAMA 1325	1,99	-0,27	S	23,03	-1,09	S
QAMA 1326	1,95	-0,40	S	25,00	-0,32	S
QAMA 1327	*			25,20	-0,24	S
QAMA 1328	2,10	0,10	S	23,60	-0,87	S
QAMA 1329	2,00	-0,24	S	24,20	-0,63	S
QAMA 1331	*			24,78	-0,40	S
QAMA 1332	2,00	-0,24	S	28,55	1,09	S
QAMA 1333	1,95	-0,40	S	25,54	-0,10	S
QAMA 1337	1,99	-0,27	S	25,85	0,02	S
QAMA 1339	*			25,60	-0,08	S
QAMA 1347	1,98	-0,30	S	25,30	-0,20	S
QAMA 1348	1,98	-0,30	S	25,35	-0,57	S
QAMA 1350	2,13	0,20	S	*		
QAMA 1359	2,00	-0,24	S	28,10	0,91	S
QAMA 1361	1,95	-0,40	S	23,60	-0,87	S
QAMA 1362	1,94	-0,44	S	25,65	-0,06	S

QAMA 1364	1,97	-0,34	S	27,54	0,69	S
QAMA 1366	2,20	0,44	S	*		
QAMA 1367	2,00	-0,24	S	26,24	0,17	S
QAMA 1369	2,11	0,13	S	25,10	-0,28	S
QAMA 1396	2,14	0,24	S	25,12	-0,27	S

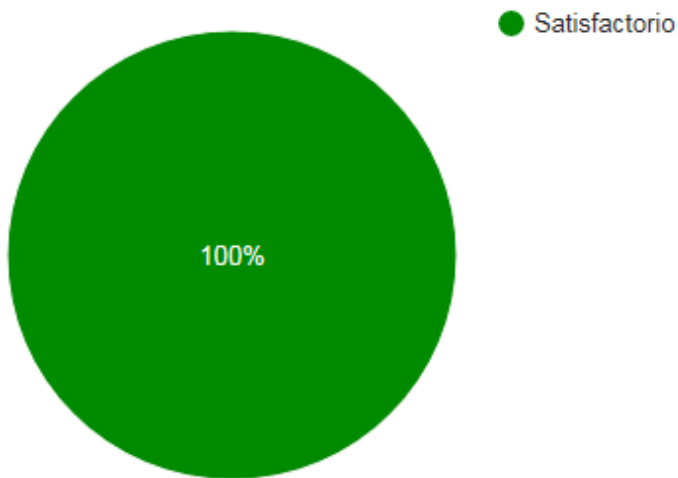
*: No informa resultado.

Evaluación de desempeño	E
Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

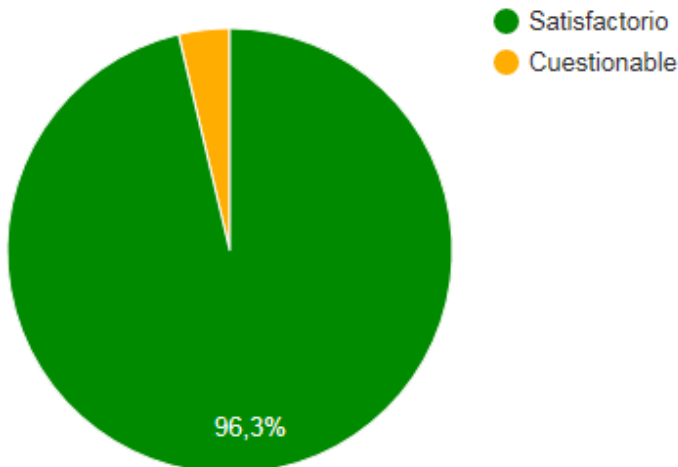
Gráfica 1

porcentual de evaluación de desempeño:

A. - Flúor

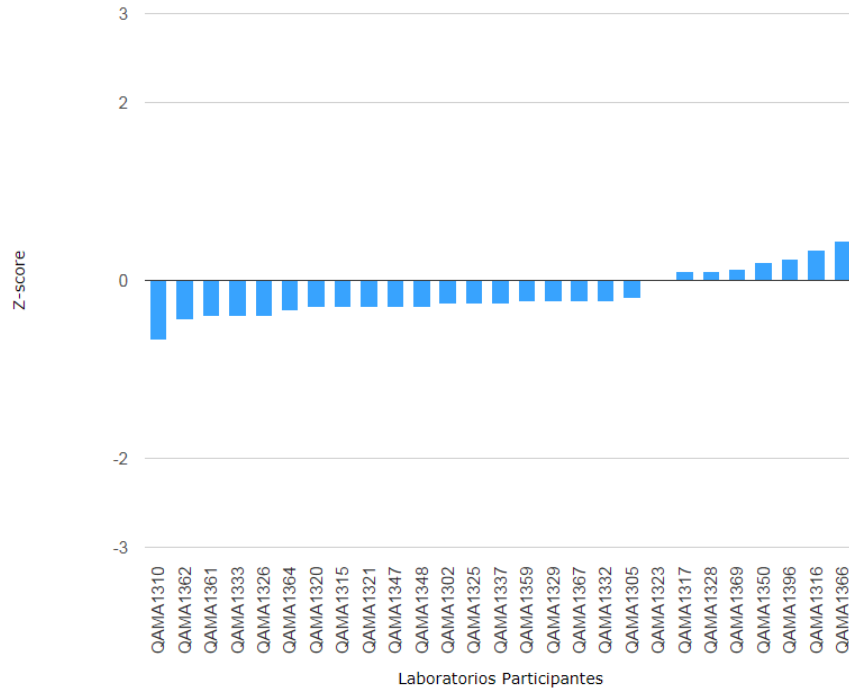


B. - Nitrito

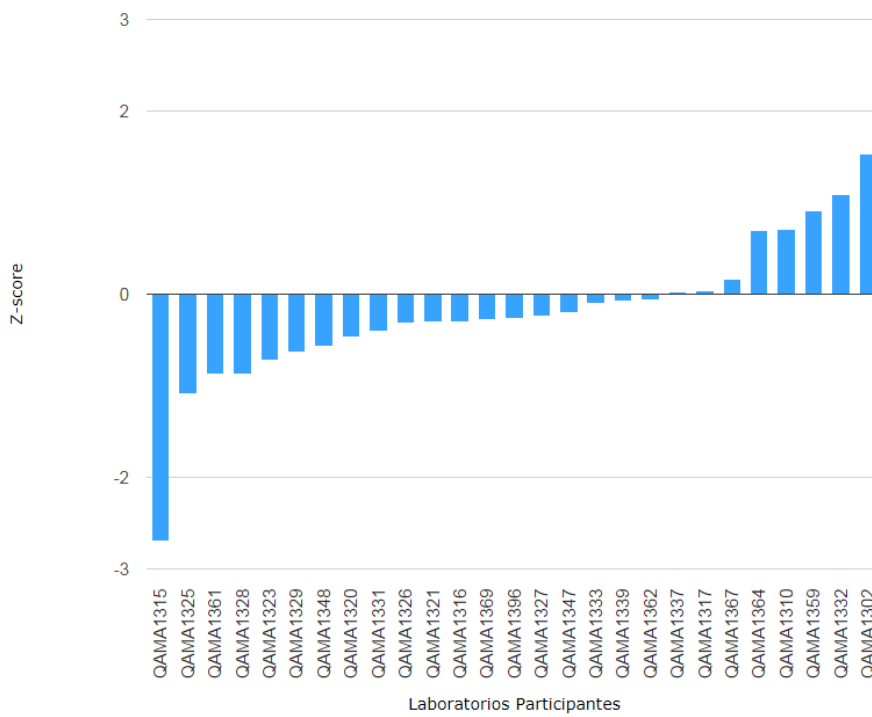


Gráfica 2 de distribución z-score:

A.- Flúor

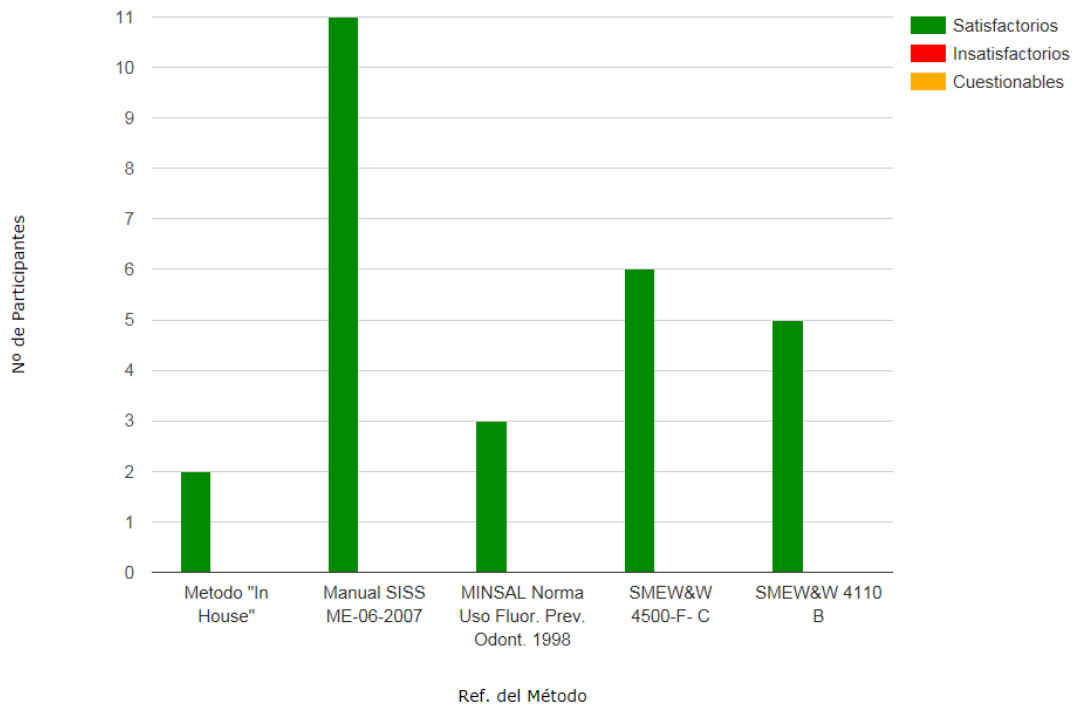


B.- Nitrito

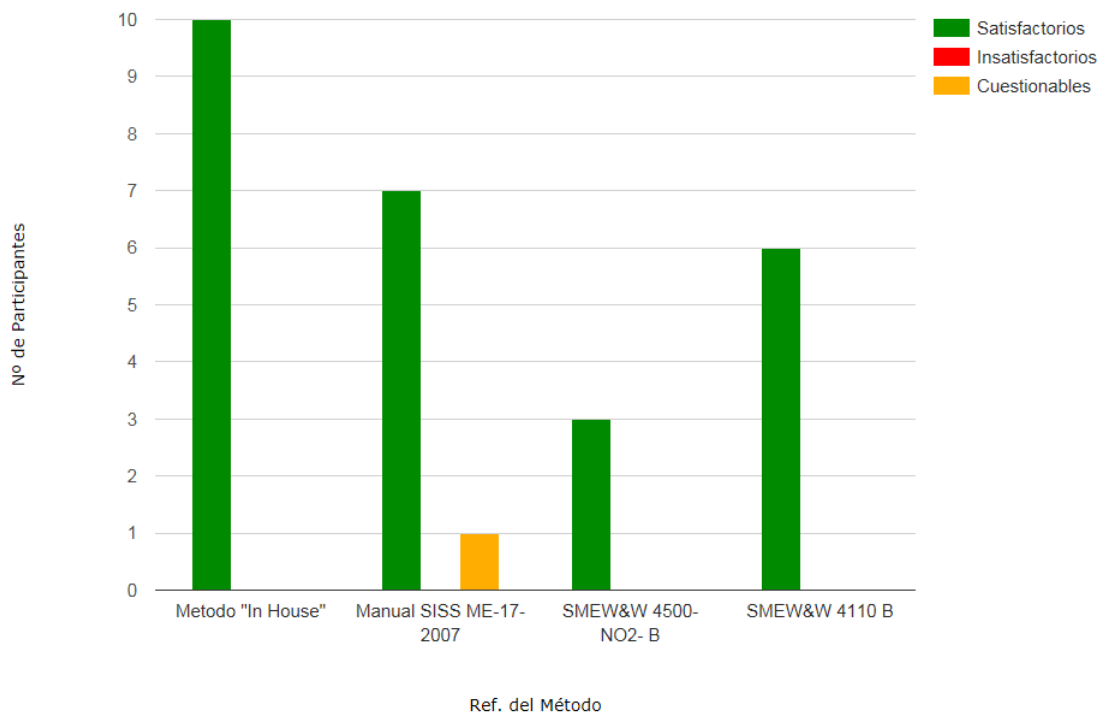


Gráfica 3 de evaluación de resultados de acuerdo al método utilizado:

A.- Flúor

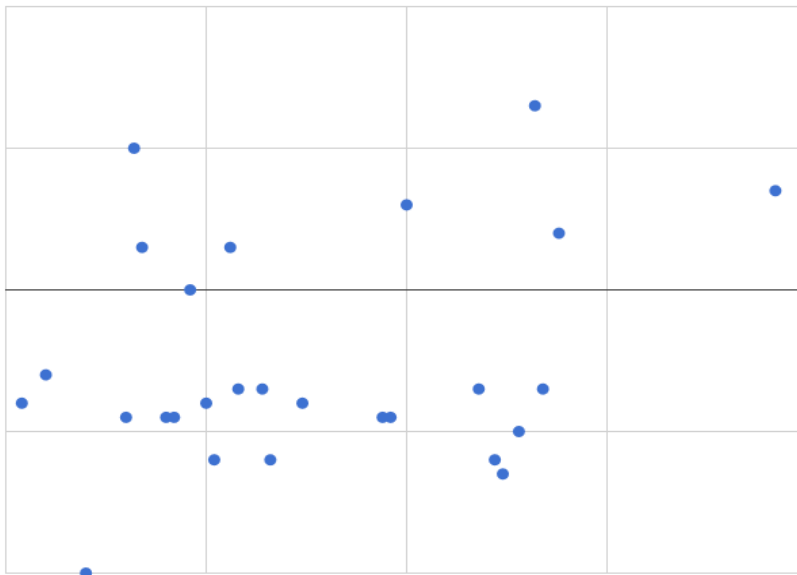


B.- Nitrito



Gráficas 4 de dispersión

A.- Flúor



B.- Nitrito

