

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

SUBPROGRAMA ANIONES EN AGUAS: NITRITO Y FLÚOR

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | SP8-2016 V.1

SUBPROGRAMA ANIONES EN AGUAS:
NITRITO Y FLÚOR

Coordinador PEEC:

Msc. Ing. Alim. Karina González Navea
05.12.2016 V.1

Autorizado por:

Jefe (TyP) Departamento Salud Ambiental
QF. Iván Triviño Angúlo



P E E C
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

SUBPROGRAMA ANIONES EN AGUAS: NITRITO Y FLÚOR

CONTENIDO

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

1. LISTA DE PARTICIPANTES

ALS LIFE SCIENCES CHILE S.A.	COLINA
BIOTECMAR SERVICIOS UNIVERSIDAD CATÓLICA DE LA SANTÍSIMA CONCEPCIÓN	TALCAHUANO
CENTRO DE ANÁLISIS QUÍMICO, DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PROCESOS MINERALES.	ANTOFAGASTA
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 ÑUBLE DELEGACIÓN PROVINCIAL ÑUBLE SEREMI DE SALUD DEL BÍO BÍO	CHILLÁN
LABORATORIO AMBIENTAL REGIÓN ARICA Y PARINACOTA	ARICA
LABORATORIO ASISTEC, ESCUELA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS, PUCV	VALPARAÍSO
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 SALUD REGIÓN DE LOS RÍOS	VALDIVIA
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI SALUD TARAPACÁ	IQUIQUE
LABORATORIO LECYCA UNIVERSIDAD DEL BÍO BÍO	CHILLÁN
LABORATORIO SALUD AMBIENTAL ANTOFAGASTA	ANTOFAGASTA
LABORATORIO SANITARIO AMBIENTAL SEREMI SALUD RM	SANTIAGO
LABORATORIO SATELITE PUERTO NATALES	PUNTA ARENAS
SECCIÓN QUÍMICA AMBIENTAL INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA DE CHILE	SANTIAGO

2. RESPONSABLES

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- Msc. Ing. Alim. Karina González Navea (Coordinador(S) Ensayos de aptitud)

Colaboradores:

- Téc. Gabriel Zambrano (Preparación de cajas y etiquetado, preparación y embalaje de ítems de ensayo).
- Msc. Q.F Soraya Sandoval (Revisión de informe)

3. INTRODUCCIÓN

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma (SP8) "Determinación cuantitativa de Flúor y nitritos", 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 dos muestras, cada una de aproximadamente 60 mL de agua. Una destinada a la determinación de flúor y otra a la determinación de nitrito en una matriz de agua, ambas debidamente codificadas y envasadas en frascos plásticos y sellados herméticamente, enviado a una temperatura inferior a 25 °C.

El ítem de ensayo de nitrito correspondió a un material de referencia elaborado por el ISP A partir del Material de Referencia trazable.

El ítem de ensayo de flúor, 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). Al realizar el test de homogeneidad se obtuvo para el flúor un S_{sam^2} de $0.0015 < al c$ (Critical) de 0,0025 y para el nitrito un S_{sam^2} de $0.024 < al c$ (Critical) de 0.04 siendo aceptable estos materiales como homogéneos.

El valor asignado al material de ensayo de acuerdo al valor de preparación y test de homogeneidad corresponden a:

Analito	Valor	U(k=2)
Flúor (mg/L)*	1,78	0,071
Nitrito (mg/L)	3,58	0,140

* Trazabilidad NIST 3183

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 las muestras de ensayo utilizando los métodos rutinarios de análisis de sus laboratorios.

5. CRONOGRAMA

Envío de material de ensayo

27 / Septiembre / 2016

Fecha límite de envío de resultados

20 / Octubre / 2016

Fecha informe parcial

18 / Noviembre / 2016

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.

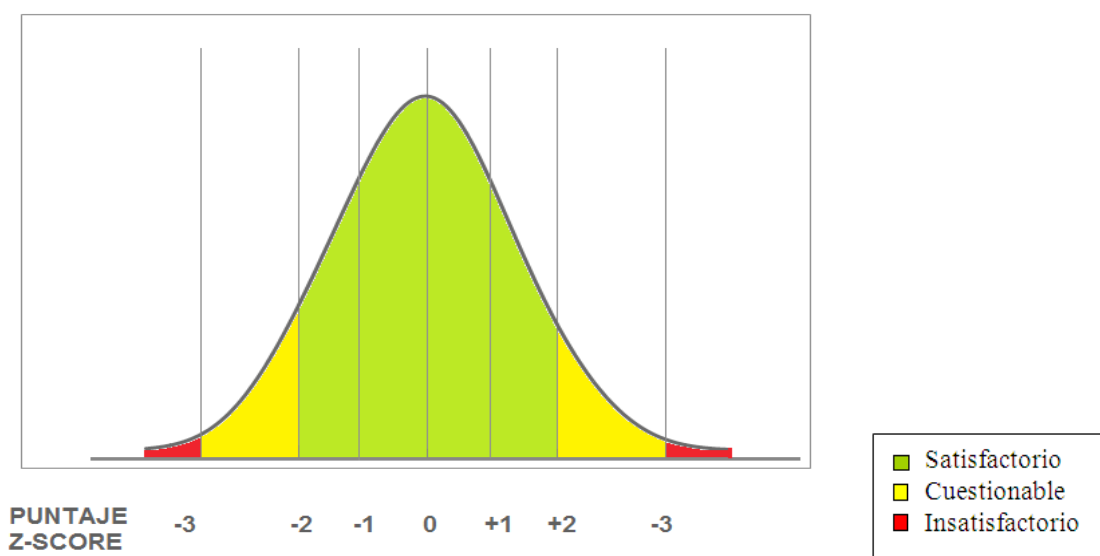
Para poder comparar los diferentes resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios, estos son transformados a valores estándares (Z-score).

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 1.

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", 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 27 laboratorios adscritos: 2 laboratorios se presentan sin participación, lo que se expresa en un 93% de respuesta general. Con los datos agrupados se establecen los datos anómalos. Los resultados enviados por los participantes se presentan en la tabla N° 2.

7.2.- TÉCNICAS Y MÉTODOS

La técnica informada por los laboratorios participantes para el análisis de flúor es Potenciometría- Electrodo Ion Selectivo y Cromatografía Iónica.

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".

La técnica informada por los laboratorios participantes para el análisis de nitrito es E. Molecular-Colorimetría, Cromatografía Iónica u otro fundamento.

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.

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	Flúor (mg/L F-)	Nitrito (mg/L NO2-)
n	22	23
Valor asignado	1,78	3,58
σ pt	0,261	0,473
N° anómalos	1	1

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 2 (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 presentó un desempeño satisfactorio $Z\text{-score} \leq 2$.

El 95,7 % de los laboratorios que enviaron resultados de nitrito presentó un desempeño satisfactorio. El 4,3 % restante obtuvo resultados insatisfactorios.

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) Un valor anómalo se obtuvo para los laboratorios que reportaron flúor, correspondiente al código: QAMA-1131.
- b) Un valor anómalo se obtuvo para los laboratorios que reportaron nitrito, correspondiente al código: QAMA-1103.
- c) Este informe corresponde a la Versión 1, los cambios corresponden solamente a su diagramación.

11. REFERENCIAS

1. ISO 13528:2005 (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° 2.

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

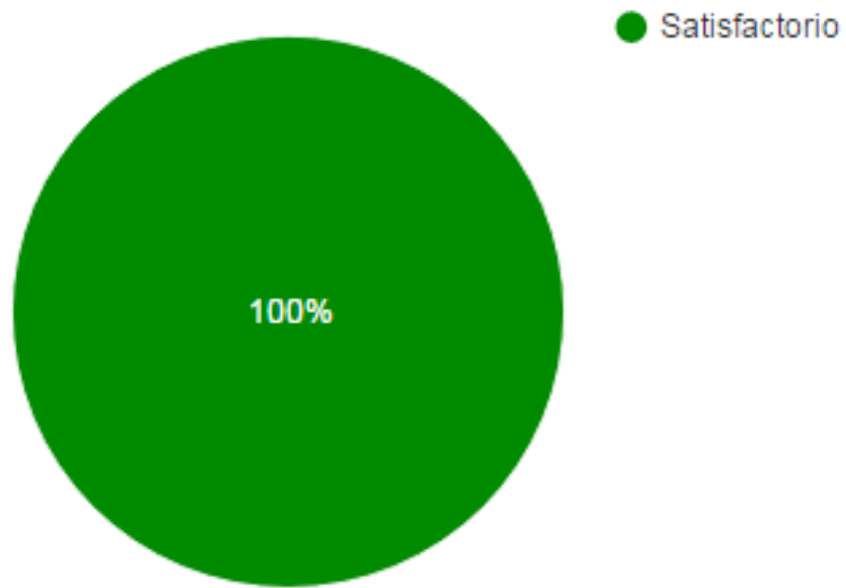
CIL	Resultados Flúor en mg / L - F-	Z-Score	E	Resultados mg / L - NO2-	Z-Score	E
QAMA1103	1,57	-0,80	S	1,15	-5,14	I
QAMA1128	1,58	-0,77	S	3,30	-0,59	S
QAMA1130	1,70	-0,31	S	3,28	-0,63	S
QAMA1131	2,15	1,42	S	-	-	-
QAMA1133	1,71	-0,27	S	3,58	0,00	S
QAMA1135	1,61	-0,65	S	3,27	-0,66	S
QAMA1137	1,60	-0,69	S	3,75	0,36	S
QAMA1146	1,72	-0,23	S	-	-	-
QAMA1147	1,85	0,27	S	3,48	-0,21	S
QAMA1157	1,72	-0,23	S	3,35	-0,49	S
QAMA1162	1,62	-0,61	S	3,55	-0,06	S
QAMA1163	1,70	-0,31	S	3,29	-0,61	S
QAMA1165	1,90	0,46	S	3,20	-0,80	S
QAMA1166	-	-	-	3,61	0,06	S
QAMA1167	1,60	-0,69	S	3,10	-1,02	S
QAMA1168	1,60	-0,69	S	3,23	-0,74	S
QAMA1170	1,74	-0,15	S	3,51	-0,15	S
QAMA1172	1,69	-0,34	S	3,54	-0,08	S
QAMA1176	1,70	-0,31	S	3,52	-0,13	S
QAMA1177	1,74	-0,15	S	3,39	-0,40	S
QAMA1181*	-	-	-	-	-	-
QAMA1182	1,68	-0,38	S	3,53	-0,11	S
QAMA1187	1,70	-0,31	S	3,50	-0,17	S
QAMA1190	1,79	0,04	S	3,60	0,04	S
QAMA1193	-	-	-	3,26	-0,68	S
QAMA1194	-	-	-	3,24	-0,72	S
QAMA1197*	-	-	-	-	-	-

*: No informa resultado.

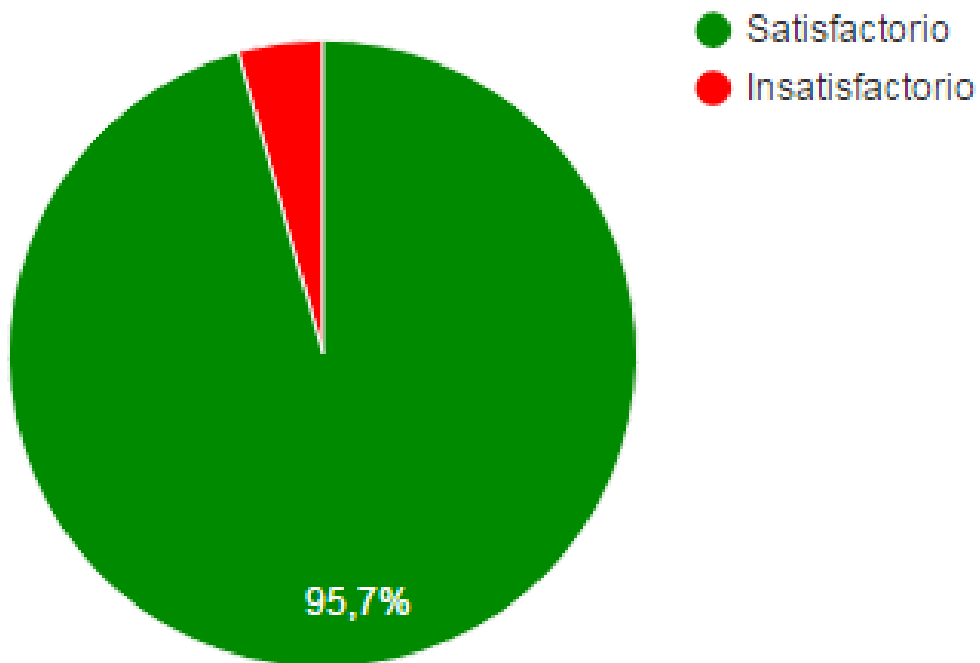
Evaluación de desempeño	E
Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

GRÁFICAS PORCENTUALES DE EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO.

Flúor:

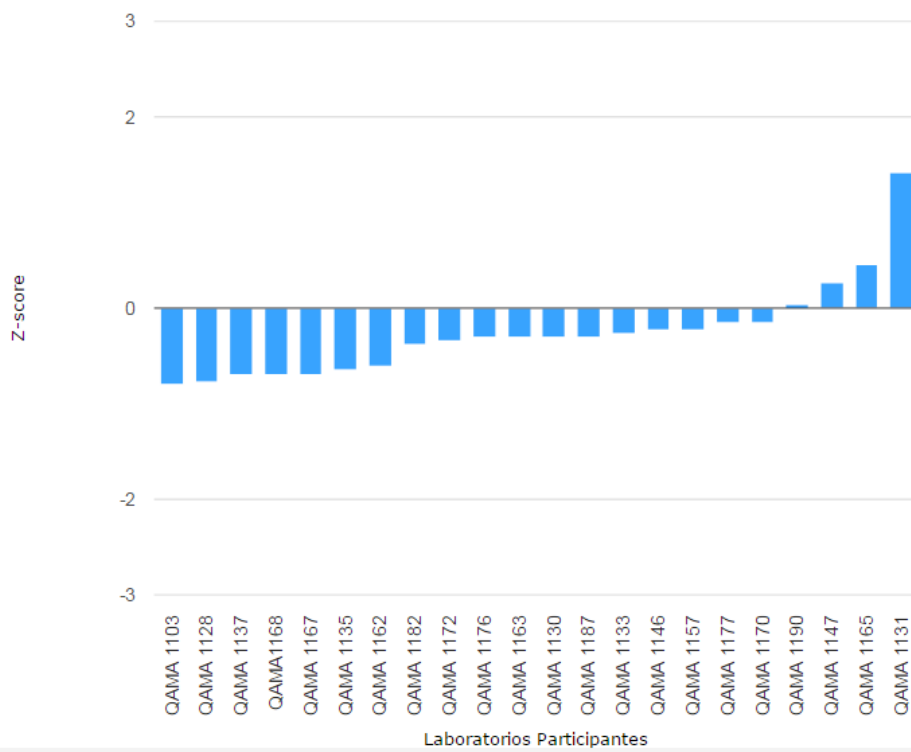


Nitrito:

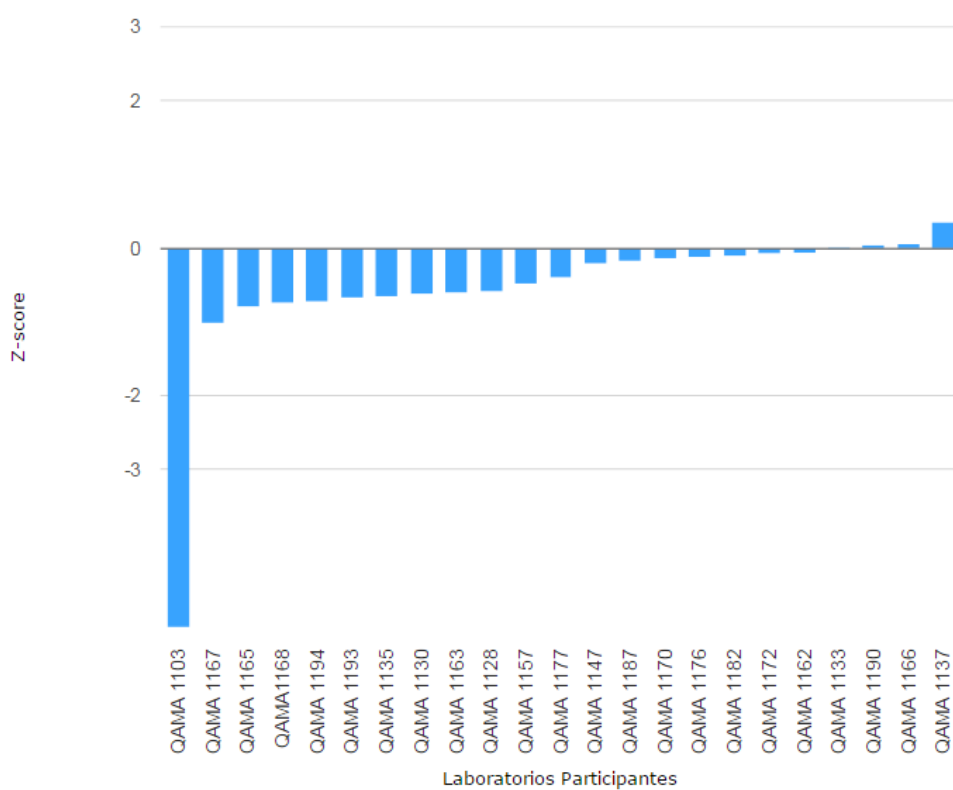


GRÁFICAS DE DISTRIBUCIÓN Z-SCORE VERSUS CÓDIGO LABORATORIO.

Flúor:

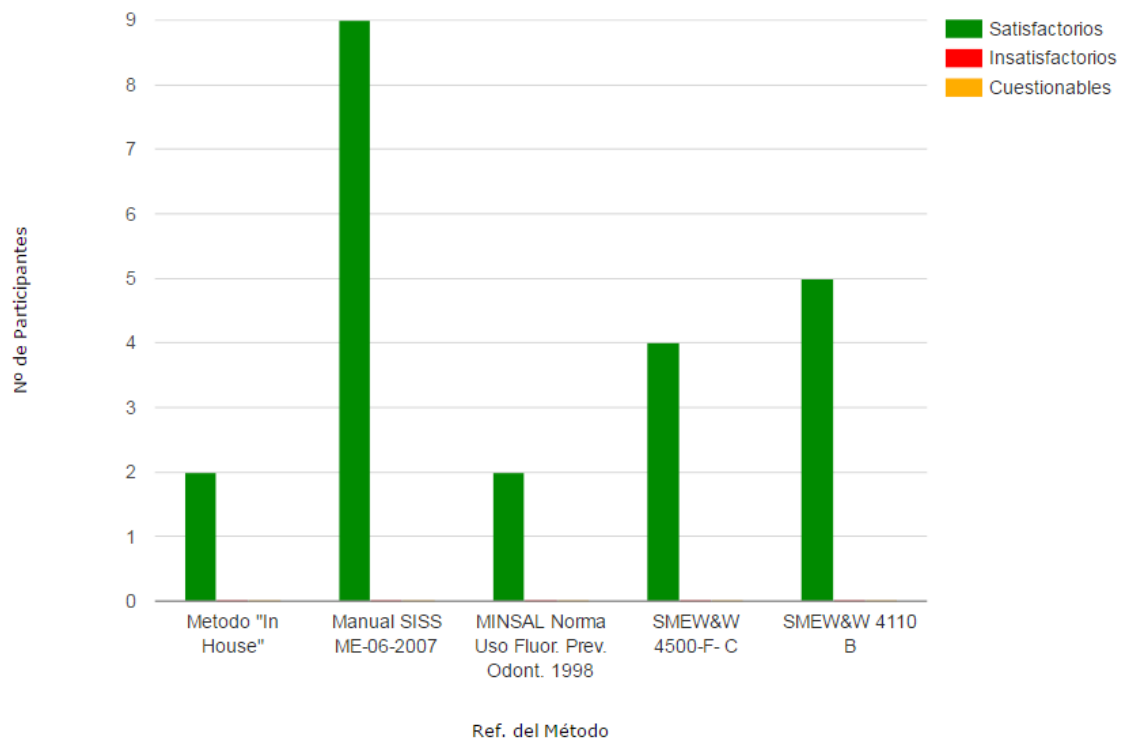


Nitrito:



GRÁFICAS DE DESEMPEÑO VERSUS MÉTODO UTILIZADO.

Flúor:



Nitrito:

