

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

# SUBPROGRAMA METALES PESADOS EN AGUAS POTABLES: DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE METALES EN AGUA POTABLE

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD | SP3-2017 V.1

**SUBPROGRAMA METALES PESADOS EN AGUAS POTABLES:**  
DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE METALES EN AGUA POTABLE

**Coordinador PEEC:**

QF. María Natalia Gutiérrez Vargas  
06/09/2017 V.1

**Autorizado por:**

Jefe Departamento Salud Ambiental  
Dra. Isel Cortés Nodarse



**P E E C**  
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

# **SUBPROGRAMA METALES PESADOS EN AGUAS POTABLES:**

## **DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE METALES EN AGUA POTABLE**

---

### **CONTENIDO**

---

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

## 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 SALUD AMBIENTAL CONCEPCIÓN	CONCEPCIÓN
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI DE SALUD REGIÓN COQUIMBO	LA SERENA
LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI SALUD REGIÓN DE LOS RÍOS	VALDIVIA
LABORATORIO LECYCA UNIVERSIDAD DEL BÍO BÍO	CHILLÁN
LABORATORIO SALUD AMBIENTAL ANTOFAGASTA	ANTOFAGASTA
LABORATORIO SANITARIO AMBIENTAL SEREMI SALUD RM	SANTIAGO
SECCIÓN QUÍMICA AMBIENTAL INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA DE CHILE	SANTIAGO
VIAMED TECHNICAL LABORATORY S.A.	ÑUÑO A

## 2. RESPONSABLES

---

### Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- QF. María Gutiérrez (Coordinador Ensayos de Aptitud)

### Colaboradores:

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

## 3. INTRODUCCIÓN

---

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma MA01B-2016, que comprendió el "Recuento de Staphylococcus aureus en leche en polvo". Este material fue preparado por el área microbiológica de la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos, Laboratorio Designado en Microbiología de Alimentos y Aguas de la Red Nacional de Metrología. Este ensayo de aptitud estuvo dirigido a la enumeración de microorganismos en alimentos, herramienta que permite evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas en el rubro de control alimentario.

## 4. MATERIAL DE ENSAYO

---

El material de ensayo enviado consistió en una muestra de aproximadamente 200 mL de agua, para determinación de Arsénico, Cadmio, Cromo y Plomo. Las muestras se encuentran etiquetadas y envasadas en frascos plásticos. Los ítems se mantuvieron almacenados a temperaturas de refrigeración.

Este material fue preparado por el área Química Metrológica, Laboratorio Candidato de la Red Nacional de Metrología.

Al material preparado se le realizó el test de homogeneidad correspondiente, utilizando 10 muestras aleatorias y analizadas en duplicado.

Para la evaluación de estabilidad fueron seleccionadas un conjunto de muestras que fueron almacenadas a temperatura ambiente y bajo refrigeración. Para el test de estabilidad los resultados fueron aceptables en ambas condiciones de almacenamiento por el período que duraría la ronda.

A cada uno de los laboratorios participantes les fueron enviadas instrucciones para manipular el material y realizar el análisis de rutina correspondiente. Del mismo modo, se indicó que debían cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo.

## 5. CRONOGRAMA

---

### Envío de material de ensayo

20 / Junio / 2017

### Fecha límite de envío de resultados

12 / Julio / 2017

### Fecha efectiva publicación informe parcial

17 / Agosto / 2017

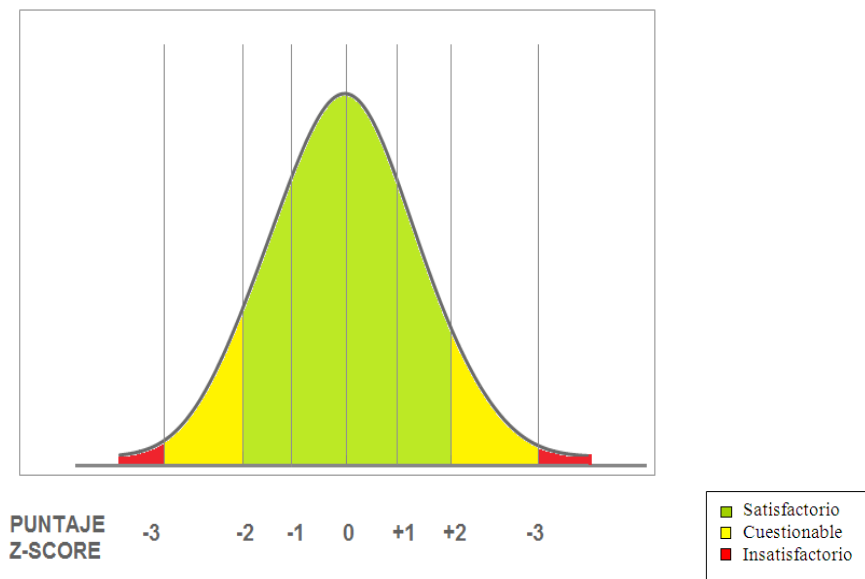
## 6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados. Se evaluó la existencia de datos anómalos, en base al método estadístico de Grubbs, una vez establecidos éstos, y sin ser excluidos, se procedió a realizar el análisis estadístico.

Los resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios son transformados a valores estándares (z-score)

El valor asignado de cada uno de los analitos fue establecido en base a Estadística Robusta para los metales Arsénico y Cromo. Para Cadmio y Cromo se estableció el valor asignado a través del Test de homogeneidad.

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:



**Figura 1.**

Valor de z-score y criterios de aceptabilidad

Criterio de Aceptabilidad		Resultado
$[ Z ] \leq 2$	Entre -2,00 y +2,00	Satisfactorio
$2 < [ Z ] < 3$	Entre -2,01 y < -2,99 y; +2,01 y < +2,99	Cuestionable
$[ Z ] \geq 3$	$\geq 3$	No Satisfactorio

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

---

### 7.1.- Datos

Los resultados enviados por los participantes se presentan en las tablas N°: 4, 5, 6 y 7 que se encuentran en anexos.

De los 20 laboratorios adscritos, el 100% envió resultados a través del portal PEEC.

### 7.2.- Técnicas y métodos

#### **Arsénico (As):**

Respecto de los métodos de referencia informados, se menciona mayoritariamente el Manual de Superintendencia de Servicios Sanitarios (SISS), específicamente método de ensayo ME-12-2007 y Método "in-house". Además se informan los métodos SMEW&W 3500-As y 3113 B, así como también EPA 200.8 y 200.9.

Dentro de las técnicas informadas se encuentra la Espectroscopia de absorción atómica con generación de hidruros y Espectrofotometría de Plasma ICP-MS.

#### **Cadmio (Cd):**

Respecto de los métodos de referencia informados, se indican mayoritariamente el uso del Manual SISS, método de ensayo ME-13-2007, y Método "In House". Además se informan los métodos SMEW&W 3111, 3120 y 3113 B, así como también EPA 200.8 y 200.9.

Como técnica utilizada se menciona espectroscopia de absorción atómica con horno grafito, absorción atómica por llama y Espectrofotometría de Plasma ICP-MS.

#### **Cromo (Cr):**

Respecto de los métodos de referencia informados, se indica el uso del Manual SISS, método de ensayo ME-5-2007. Asimismo, el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater parte 311, 3113 B y 3120, Método "In House", así como también método EPA 200.8 y 200.9.

Como técnica utilizada se menciona espectroscopia de absorción atómica con horno grafito, absorción atómica por llama y Espectrofotometría de Plasma ICP-MS.

#### **Plomo (Pb):**

Respecto de los Métodos de Referencia informados, se indica el uso del Manual SISS, método de ensayo ME-18-2007. Como también el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater parte 3111, 3120 y 3113 By Método "In House", así como también método EPA 200.8 y 200.9.

Como técnica utilizada se menciona Espectroscopia de absorción atómica con horno de grafito, absorción atómica por llama y Espectrofotometría de Plasma ICP-MS.

Esta información se presenta en el Gráfico N°1 b), 2 b), 3 b) y 4 b). (Ver Anexos)

## 8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

El valor asignado de cada uno de los analitos fue establecido en base a Estadística Robusta para los metales Arsénico y Cromo. Para Plomo y Cadmio se estableció el valor asignado a través del Test de homogeneidad. (ver Tabla N° 2 y 3).

### Tabla N°2:

Resumen análisis estadístico de Plomo y Cadmio.

Parámetros	Plomo (Pb)	Cadmio (Cd)
n (*)	17	18
Valor asignado por mediana del test de homogeneidad mg/L	0,5400	0,600
Desviación estándar de la ronda mg/L	0,0948	0,10367
N° anómalos	0	0

Cadmio: Trazable a NIST SRM® 3108

Plomo: Trazable a NIST SRM® 3128

(\*) n= N° participantes que enviaron resultados

### Tabla N°3:

Resumen análisis estadístico Arsénico y Cromo.

Parámetros	Arsénico (As)	Cromo (Cr)
n (*)	17	16
Valor asignado por Robusta mg/L	0,5606	0,5507
Desviación estándar de la ronda mg/L	0,09786	0,09639
N° anómalos	1	2

Arsénico: Trazable a NIST SRM® 3103a

Cromo: Trazable a NIST SRM® 3112a

(\*) n= N° participantes que enviaron resultados

## 9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

16 laboratorios que reportaron resultados para Arsénico obtuvieron un desempeño satisfactorio correspondiendo al 94,1%. Sólo un laboratorio obtuvo un desempeño cuestionable (Ver tabla 4 y gráficos 1a, 1b, 1c y 1d).

18 laboratorios que reportaron resultados para Cadmio obtuvieron un desempeño satisfactorio correspondiendo al 100% (Ver tabla 5 y gráficos 2a, 2b, 2c y 2d).

14 laboratorios que reportaron resultados para Cromo obtuvieron un desempeño satisfactorio corres-



pondiendo al 87,5%. Sólo uno (1) obtuvo un desempeño cuestionable, así como también sólo 1 reportó resultado insatisfactorio (Ver tabla 6 y gráficos 3a, 3b, 3c y 3d).

17 laboratorios que reportaron resultados para Plomo obtuvieron un desempeño satisfactorio correspondiendo al 100% (Ver tabla 7 y gráficos 4a, 4b, 4c y 4d).

En anexos se presentan gráficamente los porcentajes de desempeño obtenido para la ronda, representación de z-score obtenido por los participantes y los métodos de referencia asociados a cada desempeño.

## 10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

---

- a) Veinte (20) participantes se adscribieron a este ensayo de aptitud para determinación de metales en agua potable. El total de los participantes enviaron resultados a lo menos para un analitos de esta ronda, correspondiendo al 100% de respuesta.
- b) Para la evaluación de Arsénico se tuvo un 94,1% de desempeño satisfactorio, aumentando respecto al año anterior que fue un 83%.
- c) Para la evaluación de desempeño de Cadmio se obtuvo en esta ronda un 100% de resultados satisfactorios, aumentando el 80% que se obtuvo el año 2016.
- d) Para la evaluación de Cromo se obtuvo un 87,5% de resultados satisfactorios, disminuyendo el porcentaje de resultados satisfactorios respecto del año anterior que fue de un 92%.
- e) Para la evaluación de Plomo se obtuvo aumento en el porcentaje de desempeño satisfactorio (100%), respecto del año anterior (88%).
- f) Se sugiere revisar las causas de desviaciones en los resultados para laboratorios que cuenten con un Z-Score dentro del rango de evaluación de desempeño de cuestionable o insatisfactorio.
- g) La versión de este informe está publicada en página Web institucional [www.ispch.cl](http://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 reportados y Z-Score para Arsénico

Código de Muestra	Resultados (mg/L)	Z-Score	Evaluación
QAMA 1310	*	*	*
QAMA 1315	0,457	-1,06	S
QAMA 1316	*	*	*
QAMA 1317	0,578	0,18	S
QAMA 1320	0,562	0,01	S
QAMA 1325	0,615	0,56	S
QAMA 1326	0,617	0,58	S
QAMA 1327	0,6	0,4	S
QAMA 1328	0,5423	-0,19	S
QAMA 1329	0,55	-0,11	S
QAMA 1332	0,31	-2,56	C
QAMA 1333	0,602	0,42	S
QAMA 1337	0,544	-0,17	S
QAMA 1339	0,64	0,81	S
QAMA 1347	0,542	-0,19	S
QAMA 1348	0,518	-0,44	S
QAMA 1359	0,553	-0,08	S
QAMA 1364	0,517	-0,45	S
QAMA 1369	*	*	*
QAMA 1396	0,5868	0,27	S

\*No reporta resultados

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
Insatisfactorio	I

**Tabla N°5.**

Resultados reportados y Z-Score para Cadmio

Código de Muestra	Resultados (mg/L)	Z-Score	Evaluación
QAMA 1310	0,49	-1,06	S
QAMA 1315	0,5661	-0,33	S
QAMA 1316	0,5447	-0,53	S
QAMA 1317	0,545	-0,53	S
QAMA 1320	*	*	*
QAMA 1325	0,549	-0,49	S
QAMA 1326	0,599	-0,01	S
QAMA 1327	0,531	-0,67	S
QAMA 1328	0,5686	-0,3	S
QAMA 1329	*	*	*
QAMA 1332	0,54	-0,58	S
QAMA 1333	0,535	-0,63	S
QAMA 1337	0,55	-0,48	S
QAMA 1339	0,52	-0,77	S
QAMA 1347	0,5331	-0,65	S
QAMA 1348	0,54	-0,58	S
QAMA 1359	0,555	-0,43	S
QAMA 1364	0,582	-0,17	S
QAMA 1369	0,539	-0,59	S
QAMA 1396	0,5942	-0,06	S

\*No reporta resultados

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

**Tabla N°6.**

Resultados reportados y Z-Score para Cromo

Código de Muestra	Resultados (mg/L)	Z-Score	Evaluación
QAMA 1310	0,52	-0,32	S
QAMA 1315	0,563	0,13	S
QAMA 1316	0,5255	-0,26	S
QAMA 1317	0,569	0,19	S
QAMA 1320	*	*	*
QAMA 1325	0,581	0,31	S
QAMA 1326	0,676	1,3	S
QAMA 1327	0,54	-0,11	S
QAMA 1328	0,5134	-0,39	S
QAMA 1329	*	*	*
QAMA 1332	0,48	-0,73	S
QAMA 1333	0,5608	0,1	S
QAMA 1337	0,545	-0,06	S
QAMA 1339	0,84	3	I
QAMA 1347	*	*	*
QAMA 1348	0,316	-2,44	C
QAMA 1359	*	*	*
QAMA 1364	0,576	0,26	S
QAMA 1369	0,516	-0,36	S
QAMA 1396	0,5926	0,43	S

\*No reporta resultados

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

**Tabla N°7.**

Resultados reportados y Z-Score para Plomo

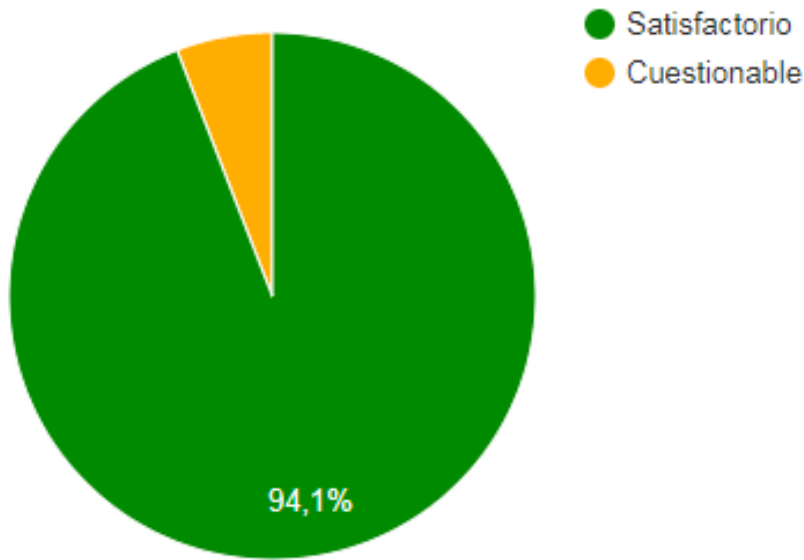
Código de Muestra	Resultados (mg/L)	Z-Score	Evaluación
QAMA 1310	*	*	*
QAMA 1315	0,52	-0,21	S
QAMA 1316	0,544	0,04	S
QAMA 1317	0,562	0,23	S
QAMA 1320	*	*	*
QAMA 1325	0,578	0,4	S
QAMA 1326	0,559	0,2	S
QAMA 1327	0,509	-0,33	S
QAMA 1328	0,5647	0,26	S
QAMA 1329	*	*	*
QAMA 1332	0,56	0,21	S
QAMA 1333	0,54	0	S
QAMA 1337	0,544	0,04	S
QAMA 1339	0,51	-0,32	S
QAMA 1347	0,5368	-0,03	S
QAMA 1348	0,49	-0,53	S
QAMA 1359	0,553	0,14	S
QAMA 1364	0,6	0,63	S
QAMA 1369	0,551	0,12	S
QAMA 1396	0,5452	0,05	S

\*No reporta resultados

Satisfactorio	S
Cuestionable	C
No Satisfactorio	I

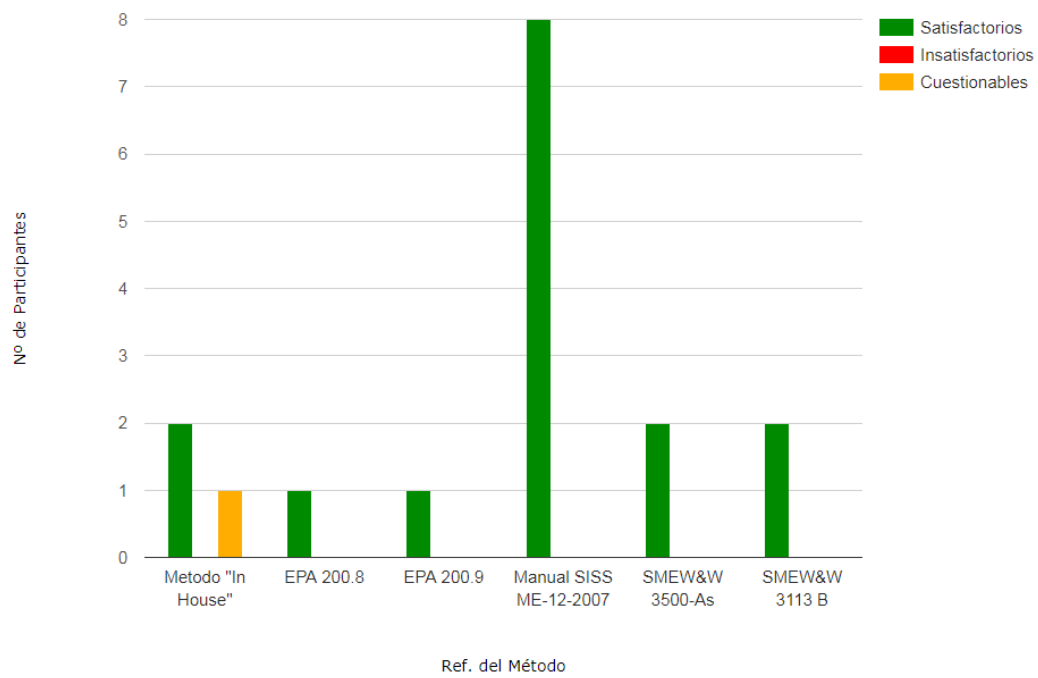
### Gráfica N° 1

a) Gráfica porcentual de Evaluación de desempeño Arsénico



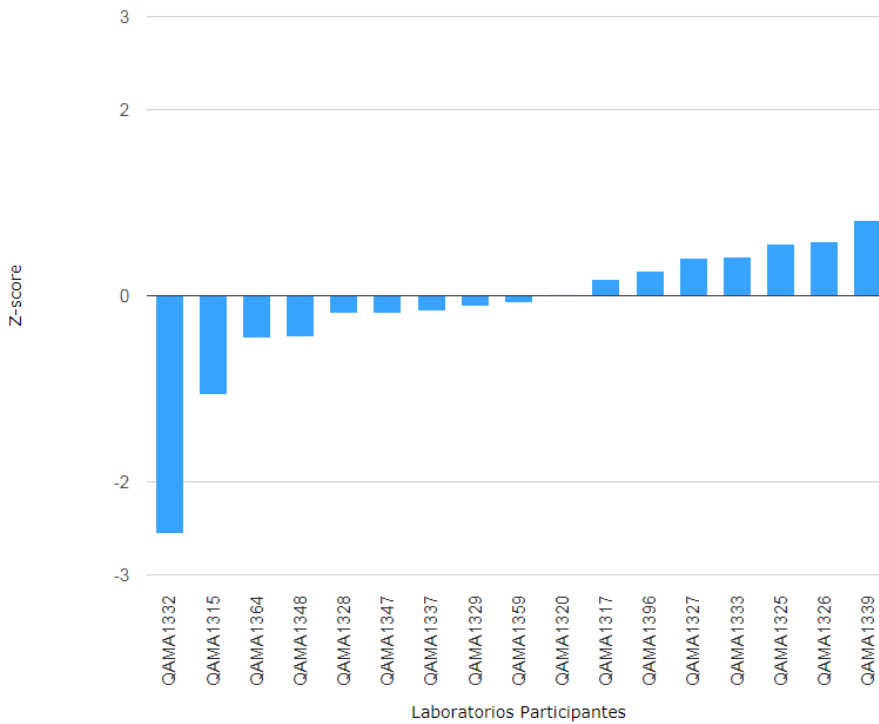
### Gráfica N° 1

b) Evaluación de resultados para Arsénico según método utilizado



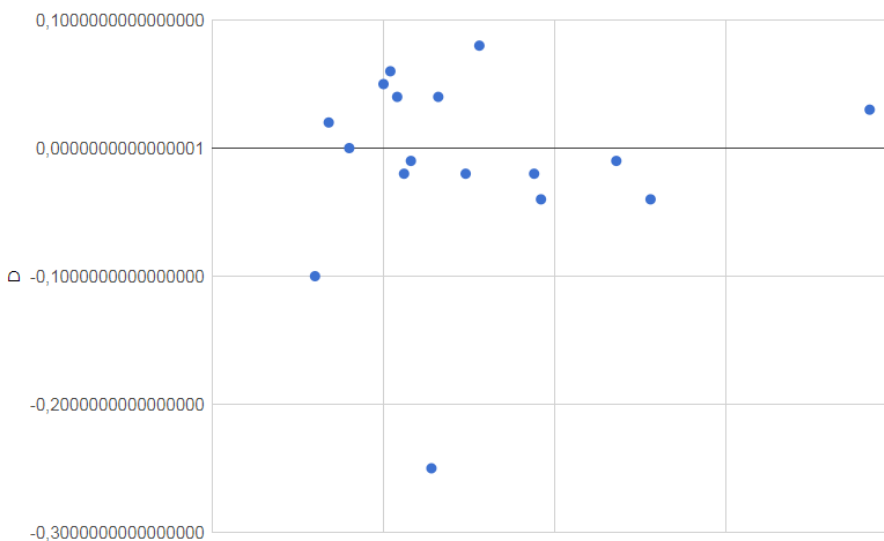
**Gráfica N° 1**

c) Distribución Z-score para Arsénico



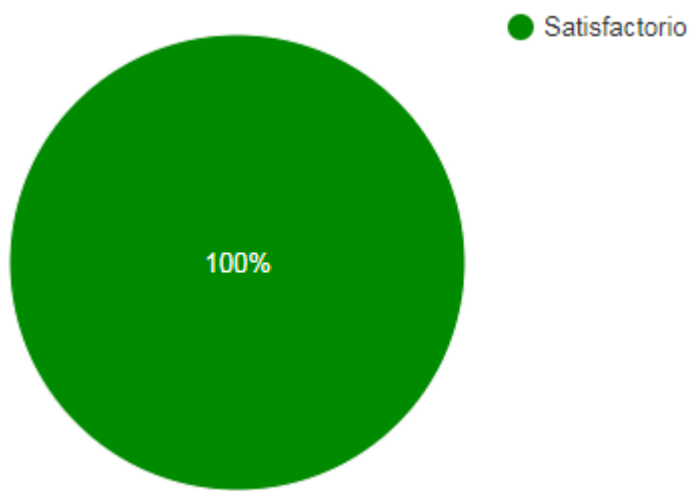
**Gráfica N° 1**

d) Gráfica de dispersión para Arsénico



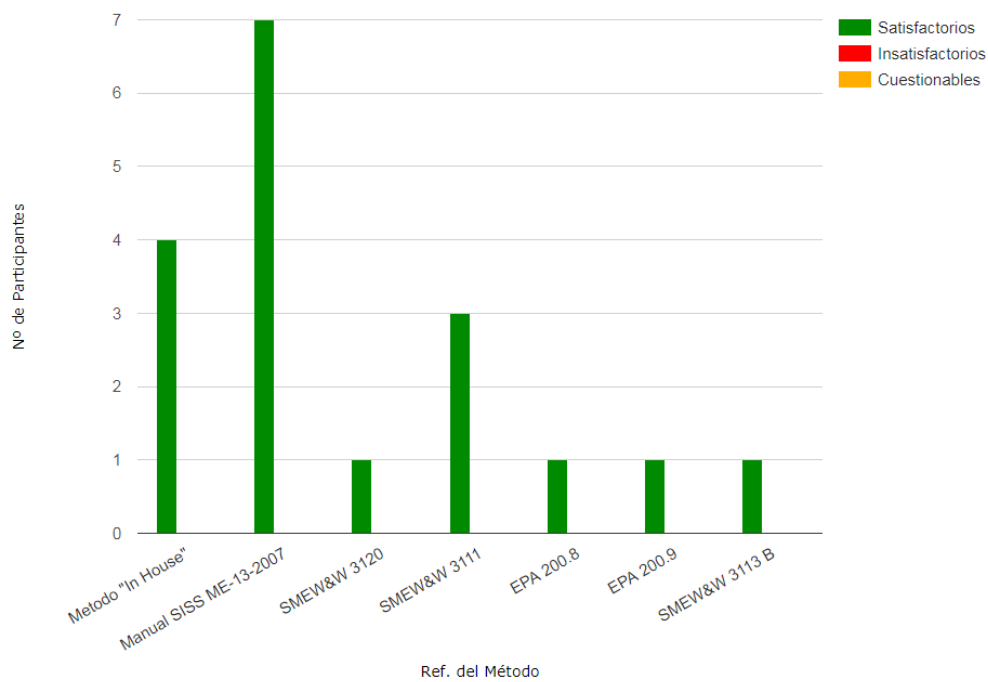
### Gráfica N° 2

a) Gráfica porcentual de Evaluación de desempeño Cadmio



### Gráfica N° 2

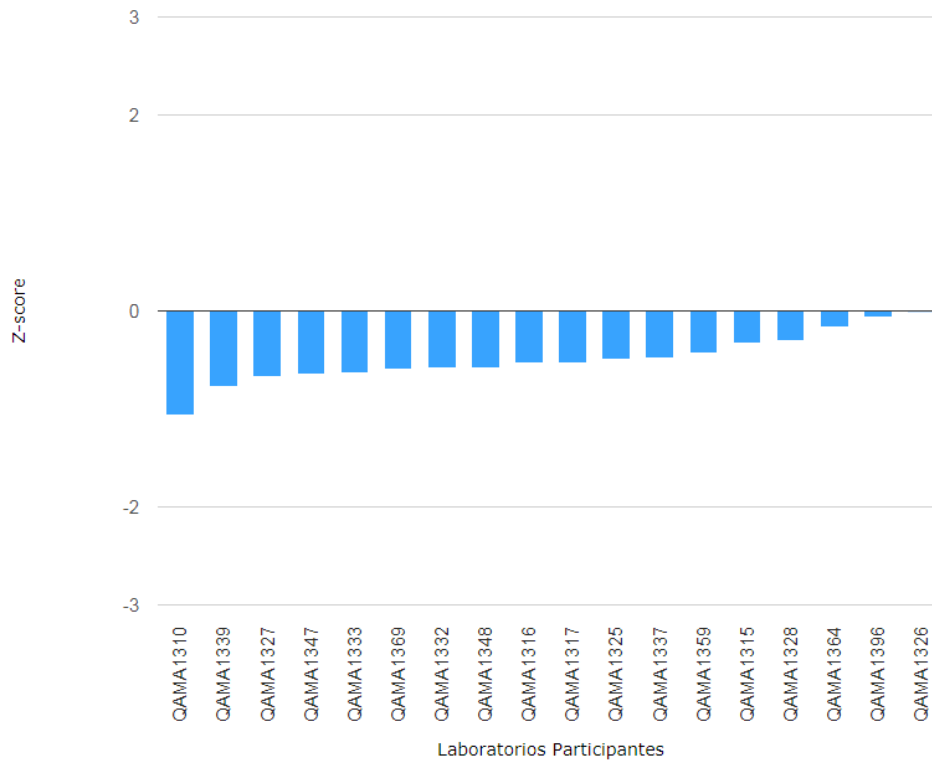
b) Evaluación de resultados para Cadmio según método utilizado





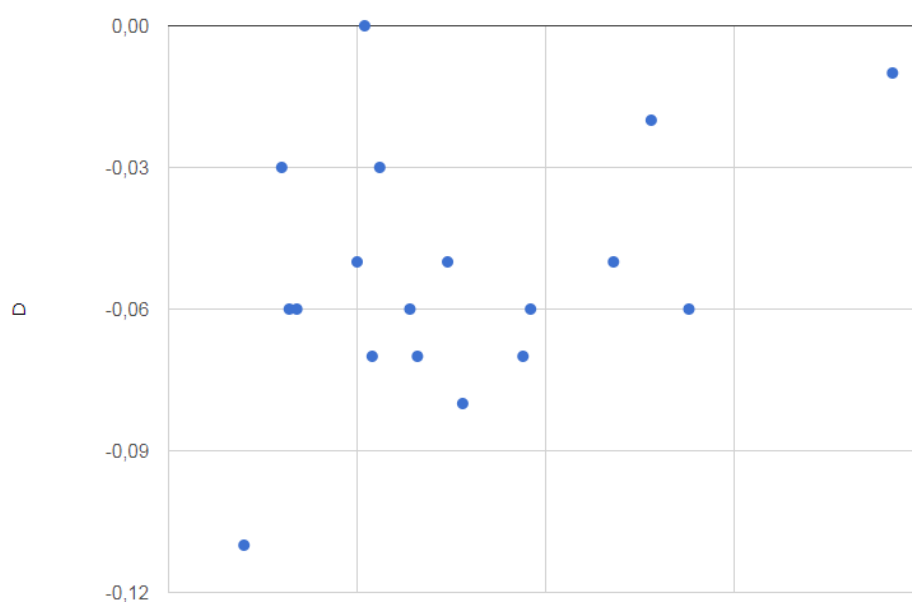
**Gráfica N° 2**

c) Distribución Z-score para Cadmio



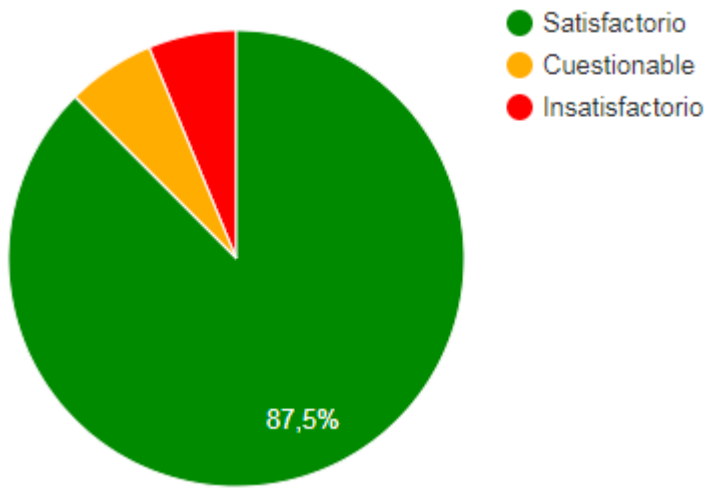
**Gráfica N° 2**

d) Gráfica de dispersión para Cadmio



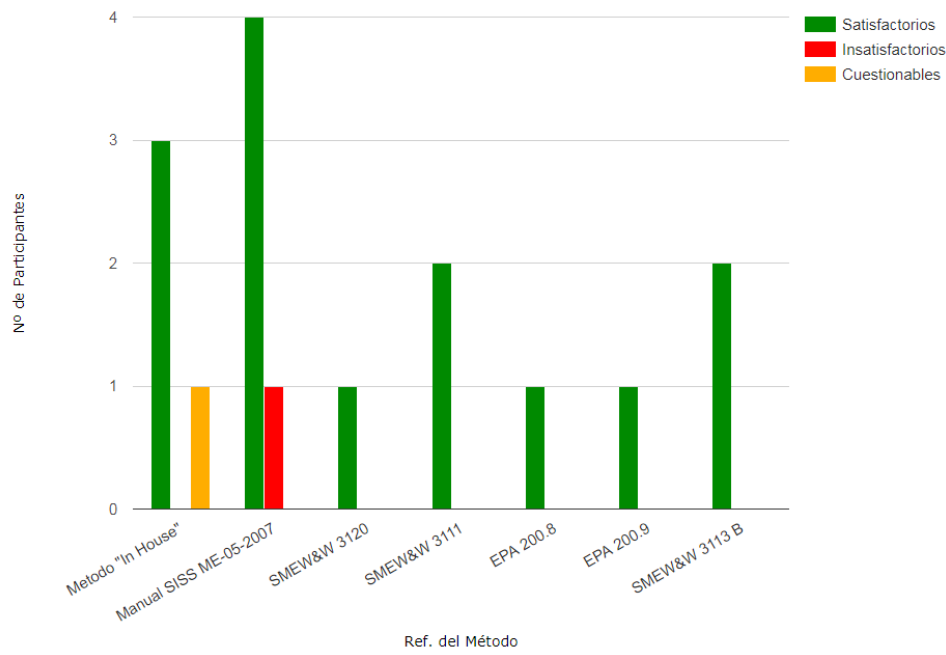
### Gráfica N° 3

a) Gráfica porcentual de Evaluación de desempeño Cromo



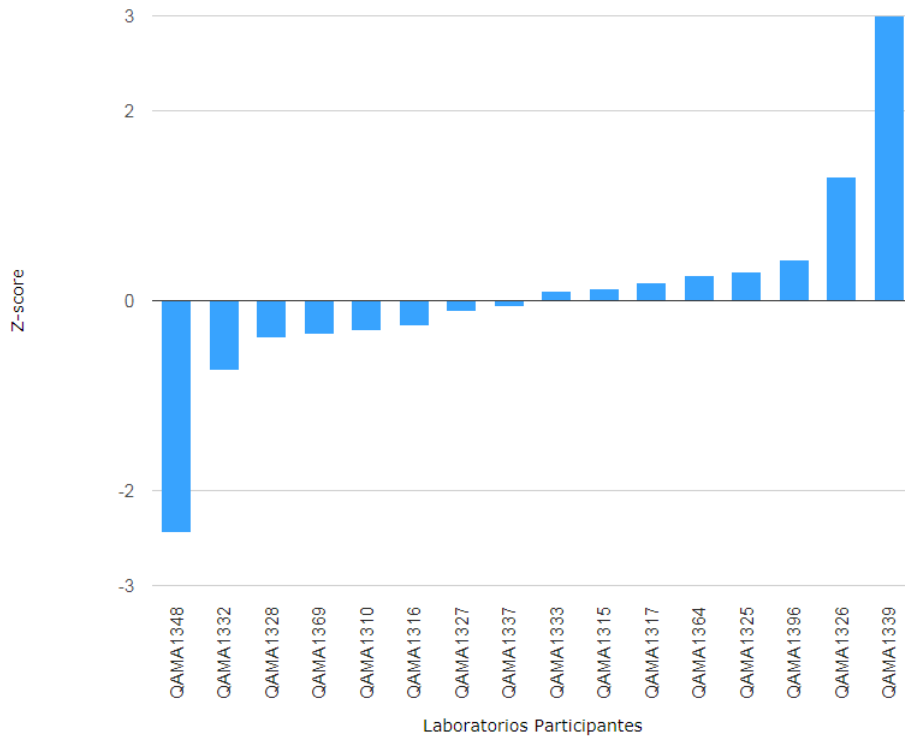
### Gráfica N° 3

b) Evaluación de resultados para Cromo según método utilizado



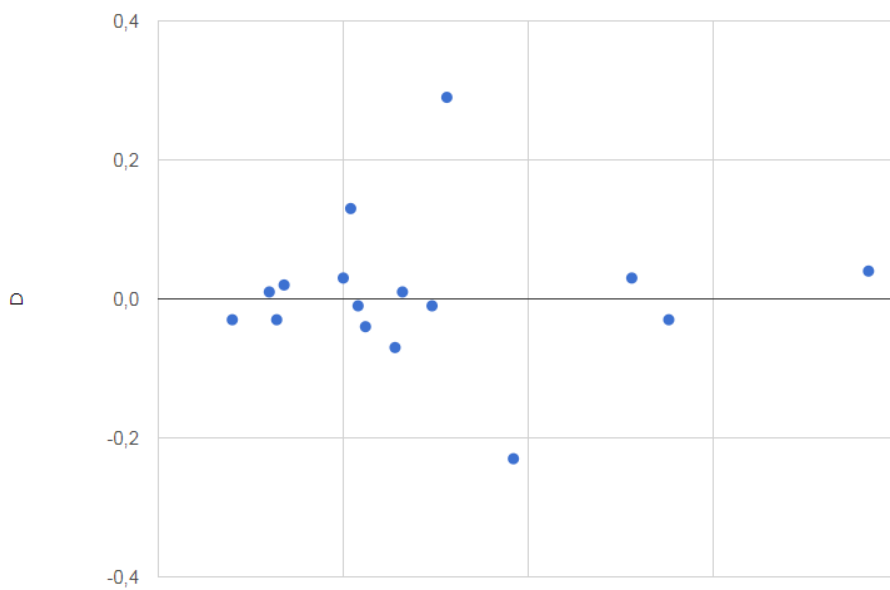
**Gráfica N° 3**

c) Distribución Z-score para Cromo



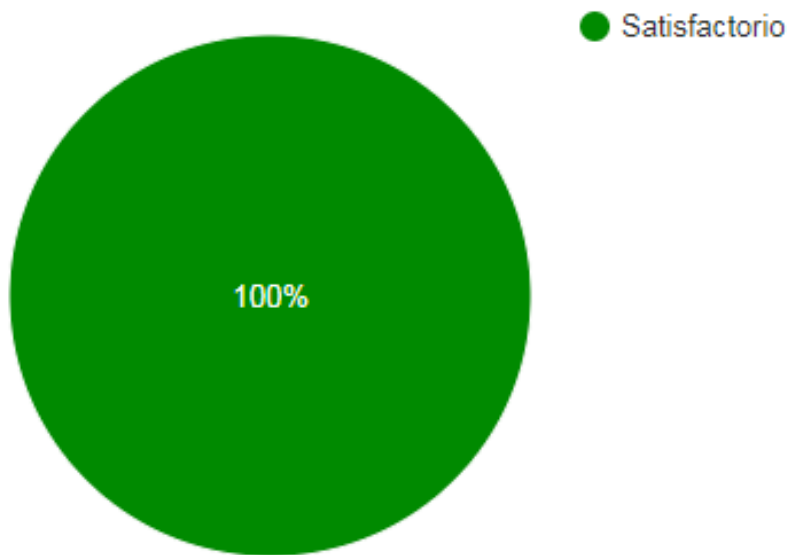
**Gráfica N° 3**

d) Gráfica de dispersión para Cromo



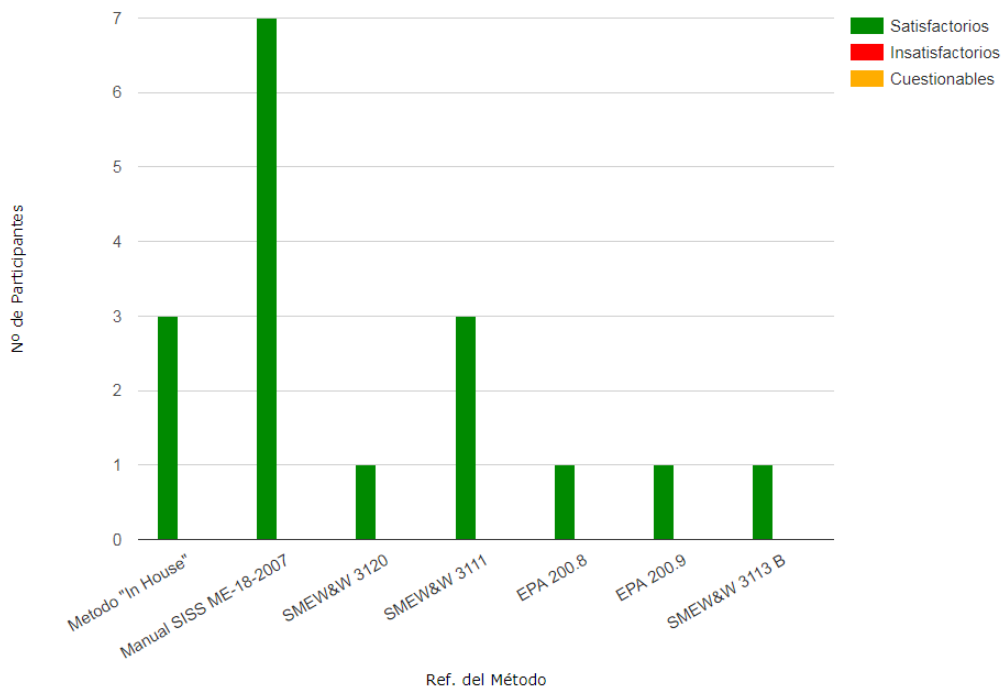
### Gráfica N° 4

a) Gráfica porcentual de Evaluación de desempeño Plomo



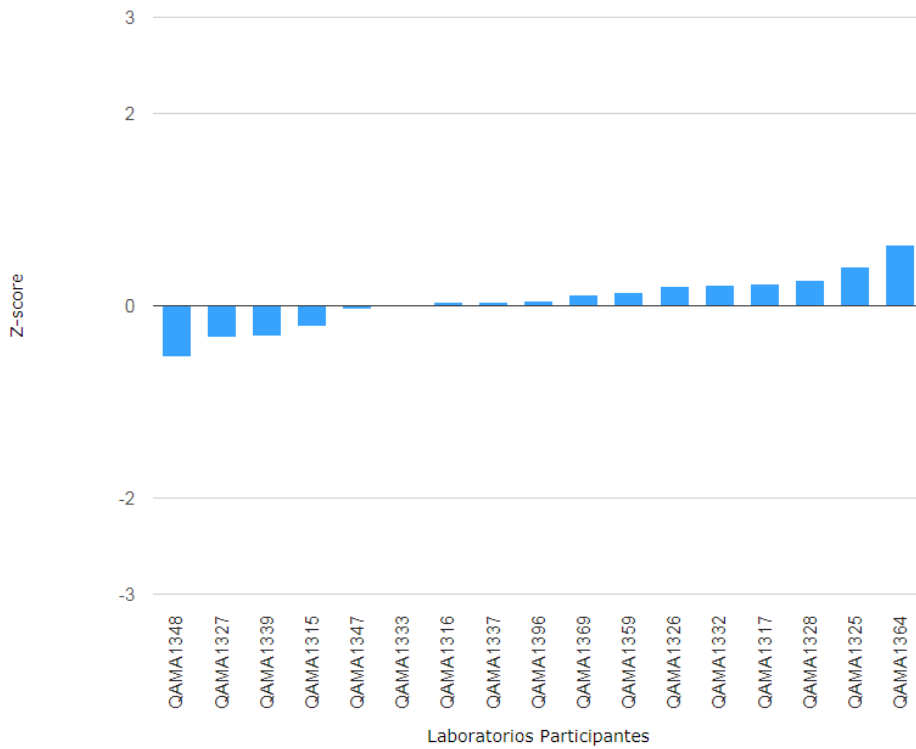
### Gráfica N° 4

b) Evaluación de resultados para Plomo según método utilizado



**Gráfica N° 4**

c) Distribución Z-score para Plomo



**Gráfica N° 4**

d) Gráfica de dispersión para Plomo

