



TestQual, S.L.
(Proveedor de Programas de Intercomparación)

*Pol. Industrial Oeste
Av. Principal, Parcela 21/1
CP 30169, San Ginés, Murcia
Teléfono: 868 949 486 / 676 367 555*

PROCOLO TestQual 134
Aguas residuales y aguas continentales
"IN SITU"

1. INTRODUCCIÓN

Este documento describe el protocolo correspondiente al ensayo de aptitud **TestQual 134**, correspondiente a la *toma de muestra y análisis "in situ"* de **aguas residuales y aguas continentales**.

TestQual, S.L. se compromete a mantener la confidencialidad en el manejo de la información de cada laboratorio participante desde el inicio del ejercicio.

2. OBJETIVO

El objetivo del ensayo de aptitud **TestQual 134** es determinar y evaluar la eficacia de los laboratorios participantes en la realización de una la medición y toma de muestra (si aplica) para los parámetros asociada a las matrices contempladas en el ejercicio.

3. CALENDARIO

A continuación se indica el programa para el ejercicio de intercomparación:

FECHA	ACTIVIDAD	DIRIGIDO POR
08/09/20 (semana 39)	Fecha límite para el envío de solicitudes	Participantes
semana 42	Realización del ejercicio	TestQual
Semana 43	Fecha límite para el envío de los resultados	Participantes
Semana 45 a 46	Envío del Informe Final	TestQual

*El lugar, fecha y hora elegidos para realizar el análisis se indica en el apartado 5 de este protocolo.

Si se consultan las fechas del ejercicio en la web, la realización del ejercicio (análisis in situ+toma de muestra, si aplica) el día indicado en "Realización del ejercicio".

Las direcciones serán informadas el día laborable siguiente a "fecha límite para el envío de solicitudes" mediante email a aquellos participantes que estén inscritos en el ejercicio.

El **coordinador** de este programa de intercomparación será José Pedro Navarro. Cualquier duda relacionada con el desarrollo del mismo podrá ser consultada a través del correo electrónico jpnavarro@testqual.com

4. SOLICITUD DE PARTICIPACIÓN

La inscripción de los participantes en este ejercicio de intercomparación se realizará mediante comunicación directa entre el organizador (jpnavarro@testqual.com) y los laboratorios participantes, vía e-mail o mediante la inscripción en la web, en la que se tendrá que indicar qué parámetros se

analizarán introduciendo un Límite de cuantificación numérico (en el informe final no aparecerá dicho valor, estos valores son solicitados para conocer qué parámetros serán analizados).

TestQual se reserva el derecho de transcribir las inscripciones realizadas por email al área de cliente para poder subir el informe final a la plataforma TestQual y que éste, junto a los resultados estén a disposición de los participantes en cualquier momento.

Cada laboratorio podrá participar sólo una vez por ejercicio, no aceptándose la posibilidad de que un único laboratorio participante, lo haga en más de una participación.

Una vez aceptada su solicitud, el laboratorio participante recibirá por correo electrónico un código con el que participará a lo largo del ejercicio. Dicho código sólo será conocido por el organizador, y será considerado confidencial durante todo el ejercicio.

Se requerirá que al menos con 48h de antelación a la fecha de realización del ejercicio se notifiquen al coordinador los asistentes a este ejercicio (nombre y DNI), podrán asistir como máximo hasta 2 personas por laboratorio.

5. LOCALIZACIÓN, ÍTEM DE MUESTREO, CONDICIONES Y PROCEDIMIENTO.

En caso de duda consultar con el coordinador.

Teléfono Coordinador: 676 367 555

5.1. Punto de reunión y horario.

Para poder participar será necesario haber facilitado al organizador un listado con el **nombre completo y los DNI** de los asistentes al ejercicio (únicamente 2 personas podrán asistir al ejercicio). Dicha lista deberá facilitarse al menos 48 horas antes del día de realización del ejercicio

Se podrá asistir directamente al punto de análisis/muestreo o contactar con el coordinador para establecer un punto de reunión y acudir de forma conjunta compartiendo vehículo o en varios vehículos siguiendo al coordinador.

DIRECCIÓN:

**La dirección y hora será facilitada por email
a los participantes tras el día de cierre de inscripciones**

DURACIÓN DEL EJERCICIO

**El ejercicio se iniciará entre las 9:00 y las 10:00 (la hora se confirmará tras el cierre de inscripciones), la finalización estimada del ejercicio será entre las 13:00 y las 14:00, incluyendo todos los puntos de muestreo planteados para este ejercicio.
Por lo que la duración del ejercicio será de unas 4 horas (aproximadamente toda la mañana).**

PLAN DEL EJERCICIO

- 1º Análisis y toma/s de muestra/s de Aguas residuales (EDAR).**
- 2º Acudir al punto de muestreo de aguas continentales.**
- 3º Descanso con almuerzo ofrecido por el organizador.**
- 4º Análisis y toma/s de muestra/s Aguas continentales.**

5.2. PROCEDIMIENTO Y DESARROLLO DEL EJERCICIO

Antes del inicio del ejercicio el organizador dará una breve explicación de cómo se procederá y facilitará a cada participante una carpeta opaca de TestQual con los formularios de entrega de resultados (anexo I), una encuesta de satisfacción y de retroalimentación, albaranes, pegatinas adhesivas con el código de laboratorio (para la posterior entrega de las muestras de DQO, si se analiza), así como un bolígrafo.

Se facilitará para el uso compartido de todos los participantes una copia del protocolo en vigor.

Lo siguientes puntos (5.2.1 a 5.5) se aplicarán para cada uno de los puntos de muestreo seleccionados para este ejercicio (1 punto de muestreo para aguas residuales y 1 punto de muestreo para aguas continentales).

5.2.1. ANALISIS IN SITU Y TOMA DE MUESTRA

Si el punto de muestreo lo permite todos los participantes realizarán los análisis/toma de muestras al mismo tiempo.

Si el punto de muestreo es demasiado grande y existe una sospecha razonable de que habrán diferencias entre los resultados obtenidos por los participantes, el coordinador habrá subdivido o subdividirá por zonas el punto de muestreo.

Cada zona subdividida del punto de análisis y muestreo se evaluará de forma independiente.

El análisis podrá ser cronometrado por el coordinador y se deberá indicar en el anexo I el punto de muestreo y la hora de inicio y finalización.

En caso de no poder realizarse los análisis a la vez se sorteará el orden para la toma de muestras y para los análisis (sorteos independientes).

Respetando el orden sorteado se intentará realizar los análisis con el mayor número posible de participantes a la vez para minimizar el tiempo que transcurre desde el primer análisis hasta el último.

En primer lugar se procederá a la toma de muestra, se deberá entregar una muestra al coordinador y conservar otra muestra para el propio laboratorio. Una vez todos los participantes hayan finalizado se realizarán los análisis in situ.

p.e. si el punto de muestreo se subdivide en 2 zonas en total se tomarán 3 muestras, 2 de ellas para cada una de las zonas y la última con una combinación de las 2 zonas, de acuerdo al plan de muestreo establecido por cada participante.

Como el coordinador debe recibir otra muestra en total se tomarán 6 muestras (si hay 2 zonas). 3 para el laboratorio participante y 3 para TestQual.

La toma y conservación de las muestras deberá ser de acuerdo a los procedimientos propios de cada laboratorio. Por cada toma de muestra se deberán realizar dos, una para TestQual y otra para el propio laboratorio.

Para favorecer la comparación entre los participantes TestQual recomienda pero no limita a que se realicen la toma de muestras y análisis con una profundidad comprendida entre los 30-100cm.

Una vez el último participante haya realizado la toma de muestras se sorteará el orden para los análisis *in situ*.

De acuerdo a los turnos obtenidos se realizarán los análisis de los parámetros contemplados para este ejercicio, empleando los métodos habituales de cada laboratorio. TestQual recomienda realizar los análisis con una profundidad entre 30 y 100 cm.

5.3 FINALIZACIÓN DEL EJERCICIO

Se deberán entregar las muestras correctamente etiquetadas y cada participante deberá firmar el albarán situado dentro de su carpeta como justificante de que se ha realizado la entrega de la/s muestra/s y en el que TestQual se compromete a que las muestras entregadas serán analizadas respetando el anonimato de los laboratorios participantes, de tal forma que únicamente TestQual pueda saber qué muestra pertenece a qué participante. Los participantes se quedarán con una copia del albarán firmado por el coordinador. De igual modo se deberá entregar el formulario de resultados y la encuesta de satisfacción, la cual es anónima. Se puede omitir la entrega de resultados *in situ* para ser entregados más adelante, vía email, dentro del periodo estipulado en este protocolo.

5.4 CONDICIONES DE LA TOMA DE MUESTRA.

La toma de muestra se realizará por los participantes utilizando sus propios medios, por lo que cada participante deberá proveerse de todo el material necesario, envases y conservantes (para el parámetro DQO, como indicador de la toma de muestra) que sean necesarios. A nivel orientativo TestQual recomienda seguir las indicaciones de la Norma ISO 5667-3.

Nota: El ítem de muestreo estará disponible para poder realizarse de forma manual o mediante pértiga telescópica. Desde TestQual recomendamos el uso de la pértiga.

Todos los laboratorios que analicen la DQO, por cada muestra que tomen deberán realizar una segunda toma de muestra, la cual será entregada al coordinador.

La muestra que se facilitará al coordinador deberá estar etiquetada como mínimo con la pegatina adhesiva facilitada en la carpeta opaca de TestQual, aunque podrá llevar más pegatinas o anotaciones siempre y cuando permitan la correcta lectura de la pegatina de TestQual.

Todas las muestras correctamente etiquetadas serán almacenadas en una caja de EPS opaca con medios para mantener una temperatura adecuada hasta su posterior análisis por parte del laboratorio colaborador. Todas las muestras entregadas al coordinador permanecerán juntas hasta su posterior entrega en el laboratorio colaborador (acreditado según la ISO 17025 en vigor para el ensayo de la DQO).

5.5. CONDICIONES DEL ANÁLISIS IN SITU.

Sobre una porción de muestra diferente a la del punto 5.4, el participante analizará in situ los siguientes parámetros:

- pH. (ud.pH)
- Conductividad a 25°C. (mS/cm)
- Temperatura (°C)
- Saturación de Oxígeno disuelto (%)

El participante utilizará los equipos, envases y demás material necesario para realizar las medidas. Puede haber un desnivel en el punto de muestreo seleccionado por lo que es recomendable el uso de pértiga.

Nota: El volumen de muestra a tomar dependerá del participante y los equipos que se disponga.

6. EXPRESIÓN/ENVÍO DE LOS RESULTADOS

Se podrán entregar los resultados tras realizar los análisis rellenando el formulario correspondiente (Anexo I) o posteriormente a través de e-mail a jpnavarro@testqual.com. La fecha máxima para la recepción de resultados está indicado en el calendario del ejercicio que se puede consultar en el presente protocolo.

Los participantes podrán enviar más de un resultado por determinación, en función de la técnica empleada para su análisis, y así constará en el informe. Sin embargo, sólo uno de estos resultados será el considerado en el cálculo estadístico, por lo que este valor debe ser claramente indicado al entregar los resultados.

7. ESTADÍSTICA

La sistemática seguida por TestQual para evaluar estadísticamente los resultados informados por los laboratorios participantes será la siguiente:

En primer lugar, se han de descartar aquellos valores considerados **aberrantes** utilizando las indicaciones del Protocolo Harmonizado de la IUPAC, según el cual se consideran aberrantes los resultados que se diferencian en más de un **± 50% de la mediana** de todos los resultados informados por los participantes.

Una vez recibidos todos los resultados, TestQual evalúa la unimodalidad de los resultados mediante el test de Kernel, explicándose en el informe final el procedimiento a seguir en el caso de que se aprecie más de una distribución.

El cálculo del **valor asignado (X)** se determina mediante la media robusta de los resultados considerados como válidos para el cálculo estadístico (es decir, tras la eliminación de los valores aberrantes), según la norma ISO13528 en vigor.

La **incertidumbre estándar (u_x)** se calcula mediante estadística robusta a partir de la siguiente fórmula:

$$u_x = (s^*/\sqrt{p})$$

siendo s^* la desviación estándar robusta de los resultados y p el número de resultados considerados como válidos.

Para que la incertidumbre del valor asignado pueda ser despreciada debe de cumplirse la condición:

$$u_x \leq 0,3 \hat{\sigma}$$

En el caso de que no se cumpliera esta relación, se informará a los participantes del ensayo por medio del informe final que no se puede despreciar la incertidumbre del valor asignado.

La **desviación estándar para la evaluación del desempeño**, también llamada **desviación estándar objetivo, ($\hat{\sigma}$)** se obtiene de la fórmula:

$$\hat{\sigma} = b_i \cdot X$$

siendo $b_i = \%_{DSRA} / 100$, donde $\%_{DSRA}$ es la desviación estándar relativa asignada.

Los valores de desviación estándar objetivo para la evaluación del desempeño para cada parámetro son los siguientes:

PARÁMETRO	UNIDADES	SIGMA OBJETIVO (Normativa de referencia)
pH	Ud. pH	0,1 (BOJA 109/2015)
Conductividad (a 25°C)	mS/cm	20% (BOJA 109/2015)
Oxígeno disuelto (U SATURACIÓN DE OXÍGENO)	% SAT. DE O2	20% (BOJA 109/2015)
Temperatura	°C	0,5 °C (BOJA 109/2015)
DQO	mg O2/l	30% (BOJA 109/2015)

La **evaluación del desempeño** de los laboratorios participantes se realiza de acuerdo con los procedimientos aceptados internacionalmente y que se citan en el apartado de referencias bibliográficas de este informe.

El criterio utilizado es el parámetro **z-score**, definido de la siguiente manera:

$$z = (x - X) / \hat{\sigma}$$

Donde x es el valor dado por cada laboratorio, X es el valor asignado y $\hat{\sigma}$ es la desviación estándar objetivo del ejercicio, para cada uno de los analitos.

El valor de z-score podrá ser interpretado como se muestra:

$ z \leq 2$	Satisfactorio
$2 < z \leq 3$	Cuestionable
$ z > 3$	Insatisfactorio


8. INFORME DE EVALUACIÓN

Una vez recibidos y evaluados estadísticamente todos los resultados de los laboratorios participantes, TestQual, S.L. emitirá un informe final que resuma y evalúe la participación de cada laboratorio.

Este informe final será recibido por los laboratorios vía e-mail en formato pdf, aunque también podrá ser descargado por cada participante en su área privada de la página web www.testqual.com Si lo desea, el laboratorio participante podrá solicitar su recepción en formato papel en la dirección indicada en su solicitud.

En el caso de que algún participante desee apelar contra la evaluación del desempeño del programa de intercomparación, debe enviar por escrito su apelación a jpnavarro@testqual.com, explicando las razones de la misma.

9. ANEXO I. FORMULARIO DE INTRODUCCIÓN DE RESULTADOS, MÉTODOS Y EQUIPOS.

				<u>ANÁLISIS IN SITU</u>		Código de laboratorio: _____		
Hora inicio análisis: ____:____			Hora finalizado de análisis: ____:____			Iniciales del técnico o analista (optativo):		
ENSAYO (UNIDADES)	RESULTADO/S **			¿MÉTODO ACREDITADO? TACHAR LO QUE NO PROCEDA	¿BASADO EN NORMA/ESTÁNDAR?	EQUIPO EMPLEADO	INCERTIDUMBRE (OPCIONAL)	¿DÓNDE SE HAN REALIZADO LOS ANÁLISIS? TACHAR LO QUE NO PROCEDA
	Resultado 1	Resultado 2	Resultado 3 (Resultado para el informe)					
pH (Unidades de pH)				SÍ / NO				SOBRE MATRIZ/PORCIÓN
Conductividad (a 25°C)(μS/Cm)				SÍ / NO				SOBRE MATRIZ/PORCIÓN
Oxígeno disuelto (%)				SÍ / NO				SOBRE MATRIZ/ PORCIÓN
Temperatura (°C)				SÍ / NO				SOBRE MATRIZ/PORCIÓN



TOMA DE MUESTRA

PUNTO DE ANÁLISIS Y MUESTREO N° ____*

Código de laboratorio: _____

Hora de la toma de muestra: ____:____

Iniciales del técnico o analista (optativo):

ENSAYO (UNIDADES)	RESULTADO/S **			¿MÉTODO ACREDITADO? TACHAR LO QUE <u>NO</u> PROCEDA	¿BASADO EN NORMA/ESTÁNDAR?	EQUIPO EMPLEADO	INCERTIDUMBRE (OPCIONAL)
	Resultado 1	Resultado 2	Resultado 3 (Resultado para el informe)				
DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO) (mg O ₂ /L)				SÍ / NO			
¿SE HAN EMPLEADO AGENTES PARA LA CONSERVACIÓN O FIJADO DE LA MUESTRA? (TACHAR LO QUE NO PROCEDA): SÍ/NO	<i>Si aplica, Indicar cuales y cantidad (optativo):</i>				<i>Otra información que desee que se refleje en el informe final:</i>		

*Rellenar el presente anexo tantas veces como puntos de muestreo y análisis se hayan analizado para el ejercicio.

** Se pueden entregar hasta 3 resultados, siendo el número 3 el que será empleado para la obtención del desempeño del laboratorio. Si solo se introduce un resultado éste será el empleado para la evaluación del desempeño.