



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*

PROTOCOLO TestQual 119
Aguas residuales “in situ”

1. INTRODUCCIÓN

Este documento describe el protocolo correspondiente al ensayo de aptitud **TestQual 119**, correspondiente a la *toma de muestra* y análisis "*in situ*" de **aguas residuales**.

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 119** no es más que determinar y evaluar la eficacia de los laboratorios participantes en la realización de una toma de muestra puntual y la medición de los parámetros in situ asociada a dicha muestra.

3. CALENDARIO

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

FECHA	ACTIVIDAD	DIRIGIDO POR
22/10/19	<i>Fecha límite para el envío de solicitudes</i>	<i>Participantes</i>
29/10/19	<i>Realización del ejercicio</i>	<i>TestQual</i>
08/11/19	<i>Fecha límite para el envío de los resultados</i>	<i>Participantes</i>
15/11/19	<i>Envío del Informe Final</i>	<i>TestQual</i>

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

La realización de los análisis in situ tendrá lugar el 29 de Octubre de 2019 en las instalaciones de la EDAR seleccionada.

La dirección exacta será informada el día 22 de Octubre 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, se utiliza para indicar qué parámetros serán analizados).

TestQual se reserva el derecho de transcribir las inscripciones realizadas por email al área de cliente de los inscritos 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 a las instalaciones de la EDAR, aunque TestQual recomienda que asistan el número y los técnicos que normalmente realizarían los análisis de rutina.

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

**En caso de duda consultar con el coordinador.
Teléfono Coordinador: 676 367 555**

5.1. Ubicación de la EDAR, punto de reunión y horario.

Para acceder a las instalaciones de la EDAR es necesario que se facilite al organizador un listado con el **nombre completo y el DNI** de los asistentes al ejercicio (únicamente 2 podrán acceder a las instalaciones de la EDAR). Dicha lista deberá facilitarse antes de las 9:00 del 28 de octubre de 2019.

Se podrá asistir directamente a la EDAR 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 hasta la EDAR.

DIRECCIÓN EDAR:

**La dirección de la EDAR será facilitada por email
a los participantes inscritos el día 22 de Octubre.**

29/10/19 A PARTIR DE LAS 9:45 Y HASTA LAS 9:59

HORA DE INICIO DEL EJERCICIO

**Se accederá a las instalaciones de la EDAR a las 10:00 y se guiará a los participantes al punto de muestreo seleccionado.
Se podrán realizar análisis, tomar muestras y permanecer en las instalaciones de la EDAR hasta las 12:00.**

5.2. PROCEDIMIENTO Y DESARROLLO DEL EJERCICIO

Antes de acceder a las instalaciones de la EDAR (9:50 a 9:59) 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) y un bolígrafo.

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

5.2.1. ANALISIS IN SITU Y TOMA DE MUESTRA

Tras acceder a las instalaciones y con todos los participantes presentes se **SORTEARÁ** tanto el orden en el que se tomarán las muestras como el orden en el que se realizarán los análisis *in situ*.

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 realizarán las tomas de muestras y una vez todos los participantes hayan finalizado se realizarán los análisis *in situ*.

La toma y conservación de las muestras deberá ser de acuerdo a los procedimientos propios de cada laboratorio. Se tomarán dos muestras, una para TestQual y otra para el propio laboratorio.

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.

5.3 FINALIZACIÓN DEL EJERCICIO

Se deberán haber entregado las muestras tomadas 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 muestra 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 la pértiga, pues hay un pequeño desnivel y agilizará el proceso en esta ocasión.

Todos los laboratorios que analicen la DQO deberán tomar 2 muestras, una para el posterior análisis de los parámetros pertinentes en sus instalaciones (en este caso únicamente la DQO) y otra muestra para TestQual.

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

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.

Las muestras entregadas para TestQual serán enviadas respetando la confidencialidad de los participantes a analizar por el laboratorio colaborador acreditado en la ISO/IEC 17025.

5.6. 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.
- Conductividad a 25°C.
- Temperatura.
- Oxígeno disuelto

El participante utilizará los equipos, envases y demás material necesario para realizar las medidas.

Debido a un ligero desnivel en el punto de muestreo seleccionado 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:

$$u_x = 1,25 \cdot (s^*/\sqrt{p})$$

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 109/2005)
Conductividad (a 25°C)	μS/Cm	10% (BOJA 109/2005)
Oxígeno disuelto	%	10% (BOJA 109/2005)
Temperatura	°C	0,25ª (BOJA 109/2005)
DQO	mg O ₂ /l	15% (BOJA 109/2005)

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:

$$\begin{array}{ll} |z| \leq 2 & \text{Satisfactorio} \\ 2 < |z| \leq 3 & \text{Cuestionable} \\ |z| > 3 & \text{Insatisfactorio} \end{array}$$


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 jnnavarro@testqual.com, explicando las razones de la misma.

9. ANEXO I. FORMULARIO DE INTRODUCCIÓN DE RESULTADOS

		RESULTADOS Y MÉTODOS Código del laboratorio: _____							
ANÁLISIS	UNIDADES	RESULTADO/s *					EQUIPO EMPLEADO	INCERTIDUMBRE (OPCIONAL)	¿SE HA REALIZADO TOMA DE MUESTRA? ** TACHAR LO QUE <u>NO</u> PROCEDA
		Resultado 1	Resultado 2	Resultado 3	Resultado 4	Resultado 5 (Resultado para el informe)			
<i>pH</i>	Unidades de pH								SÍ / NO
<i>Conductividad (a 25°C)</i>	µS/Cm								SÍ / NO
<i>Oxígeno disuelto</i>	%								SÍ / NO
<i>Temperatura</i>	°C								SÍ / NO

* Se pueden entregar hasta 5 resultados, siendo el número 5 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.

**En la pregunta "¿Se ha realizado toma de muestra?" Sólo indicar si la medición ha sido de forma directa de la masa de agua (No) o por el contrario se ha tomado una porción y los resultados corresponden a esa porción (Sí).