IVAC INSTITUTO DE CERTIFICACIÓN

PROTOCOLO DE INTERCOMPARACIÓN

"ENSAYO AGUAS RESIDUAL INDUSTRIAL"

Enero 2012

Índice

Índice 2

1. Alcance del programa 3

2. Descripción del ejercicio. 3

3. Preparación de las muestras 4

4. Material para el ensayo 4

5. Ejecución 4

6. Entrega de informes de resultados 5

7. Evaluación y Tratamiento de los resultados 5

8. Informe de resultados 6

9. Instrucciones importantes 6

10. Subcontratación de servicios. 6

11. Confidencialidad 7

1. Alcance del programa

Este ejercicio de intercomparación está diseñado para satisfacer las necesidades de laboratorios que trabajan en el campo del agua residual Industrial. Para la realización de este ensayo se espera obtener un mínimo de 30 participantes.

El programa establece un calendario en el cual figura anualmente los ejercicios que se van a realizar durante el año, de tal manera que los laboratorios pueden planificarse con antelación.

En cuanto a los criterios de participación, se permite la participación de todos los laboratorios, acreditados o no, siempre y cuando realicen en su rutina este tipo de análisis.

2. Descripción del ejercicio.

El ejercicio está orientado a laboratorios que hacen análisis físico-químicos en aguas residual industrial.
La descripción del mismo se detallará en el ejercicio, el cual se entregará una vez se haya cerrado el grupo.

Las muestras serán preparadas por el laboratorio acreditado. La estabilidad y homogeneidad se garantizarán a través de procedimientos del propio laboratorio, de análisis químico, y mediante la aplicación del Test de Cochran y el Test de la homogeneidad.
Las muestras serán distribuidas por la organización de forma que se mantengan homogéneas y estables, y entregadas a los participantes en una fecha determinada.

Cada muestra irá identificada con una etiqueta en la que se incluye el código del participante (para así mantener la confidencialidad del mismo), y vendrá con unas instrucciones para realizar el ejercicio, en caso de ser necesario.

El ejercicio está diseñado para realizarse dentro de un periodo de tiempo determinado. Junto con las muestras, se enviará una hoja en la que se indicará la fecha máxima de envío de los resultados y la hoja de los resultados a rellenar. Se aportarán datos sobre los organizadores para el caso de existir alguna duda al respecto.

En cada ejercicio se podrán hacer todos los análisis propuestos o una parte de ellos. Se analizarán tres veces cada analito.

Con los datos reportados por cada laboratorio se elaborará el análisis estadístico para conocer la dispersión de los resultados de los laboratorios participantes y generar los datos necesarios para que cada participante pueda interpretar su desempeño individual a través de los valores Z obtenidos por comparación con los datos del valor de consenso de los participantes.
Se emitirá en primer lugar, un Informe Preliminar, para verificar los datos recibidos de los participantes, en segundo lugar, un Informe Final, en el que se aportará el valor Z y otros indicadores estadísticos de interés, y por último un Informe Individual, en el que se reportarán los datos obtenidos individualmente, con comentarios y conclusiones al respecto.

3. Preparación de las muestras

Para garantizar la correcta preparación de las muestras, IVAC subcontratará un laboratorio acreditado, Analaqua Laboratorio y Consultoría, ubicado en C/ Isla Formentera nº 18, Valencia.

4. Material para el ensayo.

Los laboratorios participantes serán los responsables de mantener en buen estado las muestras recibidas.

En el caso de no recibir los laboratorios participantes las muestras en la fecha y hora acordadas, deberán de notificarlo inmediatamente al coordinador del ensayo para subsanar el posible error.

Junto con las muestras se adjuntarán las instrucciones para el manejo, tratamiento y conservación de la muestra, en el caso de ser necesarias.

El material a emplear se determina en el ejercicio de intercomparación.

Los rangos de concentración en los que puede estar cada elemento en la muestra son:

Parámetro	**Rango de Concentración**
Sólidos en suspensión	20-1.000 mg/l.
DBO_5	50-2.000 mg/l.
DQO	50-10.000 mg/l.
Nitrógeno Kjeldahl	10-200 mg/l.
Fósforo total	0,2 – 50 mg/l.
Cobre	0,1-50 mg/l.
Níquel	0,1-50 mg/l.
Zinc	0,05-50 mg/l.
Cromo	0,5-20 mg/l.
Plomo	0,1-25 mg/l.
pH	3-10 unidades.
Conductividad	100-10.000 µS/cm.

5. Ejecución

En cada ensayo se enviarán las muestras en una fecha y hora acordadas que se determinarán en el ejercicio de intercomparación. Cada laboratorio recibirá una muestra y tendrá un período determinado para procesarla e informar de los resultados.

Las muestras deben manejarse siguiendo las instrucciones aportadas con cada una de ellas, y considerando en todo momento las Buenas Prácticas de Laboratorio y las medidas de seguridad.

Se deberá de leer y entender con total claridad las instrucciones de preparación de las muestras antes de abrir los envases. En el caso de tener alguna duda, se deberá de poner en contacto con el coordinador del ejercicio.

Las instrucciones se detallan en el ejercicio de intercomparación.

6. Entrega de informes de resultados

Los resultados se enviarán rellenando la hoja de resultados que se adjunta con la muestra. Nunca se deberá de sobrepasar la fecha máxima de envío de resultados; en tal caso se invalidarán los resultados. La fecha última de envío de los resultados viene detallada en la hoja de resultados anexada.

En el informe de resultados no se deberá de olvidar:

- Indicar el código asignado a cada participante.
- Informar del método analítico empleado.
- Dar los resultados en las unidades marcadas.

7. Evaluación y Tratamiento de los resultados

Los resultados serán desechados cuando:

- No hayan sido remitidos en el periodo establecido.
- Los ensayos no se hayan realizado dentro del periodo cubierto por la prueba de estabilidad.
- No estén en las unidades solicitadas o que no sean promediables (resultado < ó > que un valor).

En tal caso, se detallará en el Informe Final de resultados el motivo por el cual no fueron incluidos en dicho tratamiento estadístico.

Las evaluaciones de desempeño se realizarán en base al valor consenso que resulte del ejercicio.

En primer lugar, se examinan los datos de los participantes, y se descartan aquellos que obviamente son discordantes. A continuación, se realiza el análisis estadístico.

El desempeño del laboratorio se calculará a través del parámetro Z-score:

$$\text{Z-score} = \frac{(x - X_a)}{\sigma}$$

Donde:

x = resultado del participante
X_a = valor asignado.
σ = desvío estándar para la evaluación de la aptitud.

Los criterios de aceptación de la Z-score son:

Valor	Resultado
$\lvert z \rvert \leq 2$	Satisfactorio
$2 < \lvert z \rvert \leq 3$	Cuestionable
$\lvert z \rvert > 3$	No satisfactorio

Para los laboratorios que hayan emitido sus datos de forma no cuantitativa, no se podrá calcular el valor de su Z-score; no obstante, se le valorará la compatibilidad de su dato con el valor asignado o de consenso.

8. Informe de resultados

Informe preliminar.
Se enviará un primer informe incluyendo simplemente la información de los valores e incertidumbres de los participantes que han sido recibidos por el coordinador del ejercicio. El objetivo de este informe es que los participantes chequeen los resultados para dar la conformidad sobre los mismos. De esta manera, se evitará la publicación futura de datos erróneos.

Informe final.
Este contendrá como mínimo:

- Resultados de todos los laboratorios.
- Exclusiones realizadas y sus causas.
- Valores asignados de referencia, su incertidumbre y sigmas.
- Resultados de z-score: con el que se evalúa el desempeño de cada laboratorio.

Las fechas de recepción de los informes preliminar y final van detalladas en el ejercicio de intercomparación.

Informe individual.
Se les enviará un informe individual detallando los resultados obtenidos y, cuando sea posible, conclusiones derivadas de los resultados del ensayo.

Para aquellos laboratorios que hayan incluido la incertidumbre de sus medidas, se les enviará un informe sobre la calidad técnica de los resultados completos emitidos.

9. Instrucciones importantes

Para cualquier duda o aclaración no duden en ponerse en contacto mediante los siguientes medios:

Correo electrónico: intercomparacion@ivac.es
Teléfono: 96-394.39.05
Fax: 96-394.39.19
Dirección: C/ Catedrático Agustín Escardino Benlloch, 9. 46980 - Paterna (Valencia)
Director Técnico: Jose Vicente Zaragozá.
Técnica: Blanca Otegui.

En el caso de desear otros productos de su interés, no dude en hacérnoslo saber para incorporarlos en futuros ensayos de aptitud.

10. Subcontratación de servicios.

IVAC podrá subcontratar:

- La preparación de las muestras.
- El registro y análisis de los resultados de los participantes mediante análisis estadísticos.

Los tratamientos estadísticos serán subcontratados a:

Javier Rodrigo Ilarri

Profesor titular de la Universidad Politécnica de Valencia.
Camino de Vera s/n 46022
Doctor Ingeniero de caminos, canales y puertos.

A la hora de subcontratar a otra empresa siempre seleccionará a aquellas empresas de gran competencia en la materia. En el caso de haber alguna modificación sería comunicado lo antes posible al participante.

11. Confidencialidad

IVAC se compromete a garantizar la confidencialidad de toda la información enviada por los participantes tanto frente a otros participantes como ante terceros.

Para identificar toda la información que se intercambie entre laboratorios y organización y mantener la confidencialidad, se otorgará un único código de identificación a cada laboratorio, válido solo para ese ejercicio, conocido únicamente por el laboratorio y la administración del ejercicio.

Todos los datos de los participantes, sus códigos y persona de contacto serán almacenados en rigurosa confidencialidad por el administrador del ejercicio, tomando todas las acciones necesarias para mantenerlo de este modo.

Los resultados se publicarán en un único reporte. Los participantes serán identificados solo mediante su código.

GRUPO IVAC - http://www.ivac.es/
IVAC-INSTITUTO DE CERTIFICACIÓN, S.L - CIF: B97596746
Telf.: 963 943 905 - Fax.: 963 943 919 - e-mail: ivac@ivac.es
Parc Cientific de la Universitat de València. Edificio 1 - Calle Catedrático Agustín Escardino, nº 9 - 46980 Paterna (Valencia)