



Fera Science Ltd (Fera)

Protocolo para los Programas de Ensayos de
Aptitud

Versión 6, Abril 2017

Part 5 – Fapas[®] Programa de Agua y Medioambiente
(LEAP)

© Copyright Fera 2017. Todos los derechos reservados.

PROLOGO

Este Protocolo se compone de una serie de documentos interrelacionados. La Parte 4, este documento, establece detalles específicos para Fapas® Programa de Agua y Medioambiente (LEAP). Aunque este documento duplica en parte algo del texto de la Parte 1 - principios comunes, **no puede** ser usado de forma aislada. La Parte 5 debe ser siempre leída junto con la Parte 1 y viceversa.

HISTORICO DE VERSIONES

Este Protocolo se revisó completamente en 2009 sustituyendo a todos los Protocolos de ensayos de aptitud publicados previamente por Fera en cualquiera de sus anteriores denominaciones.

La Versión 6 de Abril de 2017, esta versión, sustituye a la Versión 5 de Septiembre de 2016. Los cambios son los siguientes:

Actualizar la nomenclatura de la organización

CONTENIDO

1. INTRODUCCION	4
1.1. Fera, PTG, Fapas® y LEAP	4
1.2. Acreditación	4
2. ORGANIZACION del PROGRAMA de AGUA y MEDIOMABIENTE (LEAP)	4
2.1. Sistema de gestión	4
3. PARTICIPACION en los programas	5
3.1. Preparación y Homogeneidad de los Materiales de Ensayo	5
3.2. Envío y Recepción de los Materiales de Ensayo	5
3.3. Análisis de los Materiales de Ensayo	5
3.4. Servicios de seguimiento	5
4. Evaluación del rendimiento	5
4.1. Ensayos de Aptitud de Química de Agua de consumo	6
4.1.1 Grupos Inorganicos	6
4.1.2 Organicos	7
4.2. Ensayos de Aptitud Ambientales: Aguas Residuales, Aguas Superficiales, de Alta Salinidad y Suelos	7
4.3. Ensayos de Aptitud de Microbiología/Parasitología en Agua de consumo y Legionella ambiental	7
4.4. Programa de Emergencia y Programa de Sabor y Olor	8
5. REFERENCIAS	10

1. INTRODUCCION

1.1. Fera, PTG, Fapas® y LEAP

Fera Science Ltd (Fera) fue adquirida el 1 de abril de 2015. Fera suministra una amplia variedad de Programas de Ensayos de Aptitud (PT) bajo la marca Fapas®. La gestión de estos Programas de Ensayos de Aptitud (PT) es la tarea exclusiva de un equipo dentro de Fera, conocido internamente como el Grupo de Ensayos de Aptitud (Proficiency Testing Group -PTG).

Para el propósito de este Protocolo se utiliza Fapas® para indicar el PTG de Fera. En el caso de la Parte 4 de este Protocolo, este documento, se especifican detalles solamente relacionados con el Programa Fapas® de Agua y Medioambiente (LEAP).

Junto con la acreditación y el uso de métodos validados, los Ensayos de Aptitud son un requisito importante de Directiva del Consejo UE 98/83/EC [1] sobre la calidad del agua destinada a consumo humano. Con la demanda creciente de prueba independiente de la competencia por parte de los organismos reguladores y los clientes, los Ensayos de aptitud son fundamentales para los laboratorios de todos los países que analizan la calidad y seguridad del agua.

1.2. Acreditación

Fera es un proveedor de ensayos de aptitud acreditado por la Entidad de Acreditación del Reino Unido (UKAS) con el Número 0009. Se concede la acreditación a Fapas® de acuerdo con la norma ISO/IEC 17043:2010 [2].

El alcance formal de la acreditación puede obtenerse del sitio web de la Entidad de Acreditación del Reino Unido (UKAS) (formato Adobe PDF) [3].

A menos que se indique expresamente en el programa detallado o folleto, todos los Ensayos de Aptitud PT Fapas® Programa de Agua y Medioambiente (LEAP) pueden considerarse dentro del alcance de acreditación. Las principales excepciones son el Programa de Emergencias y el de Sabor y Olor. Los detalles y el alcance de los Programas de Ensayos de Aptitud pueden deducirse de los folletos publicados y del programa de acreditación.

2. ORGANIZACION DEL PROGRAMA DE AGUA Y MEDIOMBIENTE (LEAP)

2.1. Sistema de gestión

El sistema de gestión acreditado cubre todos los aspectos de los Ensayos de Aptitud organizados por Fapas® en el Programa de Agua y Medioambiente (LEAP), ej.: el mismo sistema aplica tanto si un Ensayo de Aptitud en particular está dentro el alcance como si no lo está.

El sistema de gestión cubre todos los aspectos de los siguientes Ensayos de Aptitud:

- Química de Agua de consumo
- Aguas Residuales, Superficiales, de Alta Salinidad y Tierras Contaminadas
- Microbiología/Parasitología en Agua de consumo y Legionella ambiental
- Emergencia y Sabor y Olor

Debe tenerse en cuenta que los Ensayos de Aptitud PTs de Química están agrupados de acuerdo con su metodología analítica estándar.

3. PARTICIPACION EN LOS PROGRAMAS

3.1. Preparación y Homogeneidad de los Materiales de Ensayo

Los materiales de ensayo del Programa Fapas® de Agua y Medioambiente (LEAP) son una combinación de muestras reales, disoluciones patrón y patrones concentrados que requieren dilución. La preparación de los materiales se realiza por laboratorios subcontratados. Las muestras líquidas, por su naturaleza, tienen un alto grado de homogeneidad natural y esto, junto con un control riguroso del proceso significa que las pruebas de homogeneidad no son requeridas normalmente.

3.2. Envío y Recepción de los Materiales de Ensayo

Todos los materiales de ensayo del Programa Fapas® de Agua y Medioambiente (LEAP) se envían por courier y, por ello, pueden ser rastreados on-line durante su envío. Es responsabilidad del cliente prever y atender, en el día del envío, a un correo electrónico anunciándole el número de rastreo y luego monitorizar el avance de sus muestras. Para los participantes de fuera del Reino Unido es de particular importancia rastrear sus muestras para asegurarse un tránsito rápido a través de las aduanas de su país. Fapas® no se hace responsable de los retrasos que surjan en las Aduanas.

3.3. Análisis de los Materiales de Ensayo

Muchos materiales de ensayo del Programa Fapas® de Agua y Medioambiente (LEAP) se suministran en la forma de una muestra de agua con un concentrado para adición asociado. Los detalles completos de cómo adicionar la solución "spiking solution" a la muestra de agua se proporcionan en las instrucciones (suministradas en formato electrónico, vía email o descargadas desde la página web de Fapas®, www.fapas.com). Es responsabilidad de los participantes leer estas instrucciones y seguirlas exactamente antes de ejecutar el análisis real del material de ensayo. El Programa LEAP® no se hace responsable de cualquier problema que surja de la falta de cumplimiento de estas instrucciones.

Solamente se dará una indicación sobre el/los rango/s de concentración más probables en los materiales de ensayo si el material de ensayo esta en forma de disolución patrón o concentrado que debe ser diluido antes del análisis.

Un ejemplo de las cartas acompañamiento está disponible bajo solicitud a Fapas®.

3.4. Servicios de seguimiento

Fapas® no vende materiales de ensayo sobrantes de los lotes empleados en los Ensayos de Aptitud del programa Fapas® de Agua y Medioambiente (LEAP).

La mayoría de los informes Programa Fapas® de Agua y Medioambiente (LEAP) emitidos desde el año 2003 están disponibles a la venta. Los precios están disponibles bajo demanda. Los participantes de todos los programas Fapas® tienen acceso libre a una copia electrónica de los informes de aquellos ensayos para los cuales se han inscrito. Están disponibles, bajo petición, copias electrónicas de los informes que tienen un cargo adicional.

Si un participante desea obtener consejo sobre algún aspecto de su rendimiento deberá, en primer lugar, contactar con Fapas® por correo electrónico (info@fapas.com). Los participantes deben tener en cuenta que es probable que Fapas® ofrezca asistencia en forma de servicio de intermediación mediante el cual pasará, anónimamente o no en el caso de que las partes acuerden renunciar a la confidencialidad, la pregunta del participante a un laboratorio experto/asesor externo.

4. EVALUACIÓN DEL RENDIMIENTO

El programa Fapas® de Agua y Medioambiente (LEAP) de Ensayos de Aptitud expresa el rendimiento de los resultados de los participantes como puntuaciones-z., excepto en los Ensayos de Aptitud de parasitología donde la evaluación del rendimiento toma la forma de de una comparación general con

los resultados de los participantes y el porcentaje de recuperación. Los Ensayos de Aptitud de Emergencias y de Sabor y Olor no se evalúan frente al rendimiento (ver detalles más adelante).

Las desviaciones estándar de cada uno de los Ensayos de Aptitud se derivan de la forma en que se detalla más adelante.

4.1. Ensayos de Aptitud de Química de Agua de consumo

4.1.1 Grupos Inorganicos

En los Ensayos de Aptitud de Química (determinaciones únicas), se emplean las puntuaciones-z para los resultados cuantitativos.

La legislación 21(2)(d)(iii) [4] describe el rendimiento requerido los sistemas analíticos y los errores máximos tolerables se especifican de la forma siguiente:

- El error máximo tolerable de un resultado de individual no debe exceder de C o el 20% del resultado, el que sea mayor. Cada programa analítico tiene su propio rango de requisitos. En la zona inferior de este rango el conocimiento real de la concentración no proporciona beneficio adicional. Esta concentración, conocida como el Nivel Menor de Interés (Lower Level of Interest - LLI) se iguala a C, donde C = un décimo del Valor de Concentración Prescrito (Prescribed Concentration Value -PCV) [5].

La razón para ello es que cuando la concentración disminuye resulta más difícil de alcanzar el nivel máximo tolerable del 20%. A nivel bajo de concentraciones el rango satisfactorio será pequeño y no resulta práctico, por ello se emplea C.

Algunos mesurandos tendrán un (LLI) menor, *no* establecido a 1/10 del PCV, sino establecido por percepción basado en la experiencia de la calidad de los resultados que es alcanzable por los laboratorios.

Calculo del rango satisfactorio

Si la media robusta, la mediana o el valor teórico es menor que (<) el Nivel Menor de Interés (LLI) entonces se establecen los intervalos inferior y superior de la siguiente forma:

Superior = +2 x LLI

Inferior = 1% of LLI

Si la media robusta, la mediana o el valor teórico es mayor que (>) el Nivel Menor de Interés (LLI) se usa uno de los siguientes:

+/- 20% ó +/- LLI el que sea el mayor

Desviación Estándar (σ_p)

De acuerdo con el intervalo satisfactorio se usa alguna de estas dos opciones:

- (i) Si el Valor asignado es (<) LLI entonces $\sigma_p = (\text{Superior} - \text{Inferior})/4$
- (ii) Si el Valor asignado es (>) LLI entonces $\sigma_p = +/-20\%$ el valor asignado dividido por dos ó LLI dividido por 2, según el que se hubiera utilizado para establecer el intervalo Satisfactorio.

El pH es un caso especial donde σ_p se establece en +/- 0.2 unidades. [5]

Incertidumbre del valor asignado

Cuando el valor asignado proviene del consenso de los resultados de los participantes, su incertidumbre también se deriva de los resultados de los participantes (ver el Protocolo Parte 1 – Principios Comunes).

Cuando el valor asignado se deriva del valor teórico de la adición realizada (spike value), la incertidumbre combinada de la preparación de la muestra adicionada ha sido calculada por el

Programa de Agua y Medioambiente (LEAP) como inferior a un décimo (10%) de σ_p . Este valor carece de significación para la evaluación del rendimiento en el programa Fapas® de Agua y Medioambiente (LEAP).

Cuando el valor asignado se toma de un valor de referencia certificado, la incertidumbre se expresa como la incertidumbre expandida $U(U_{CRM})$ obtenida del certificado del material de referencia.

4.1.2 Organicos

La desviación estándar para la evaluación de la aptitud, σ_p , de los grupos de orgánicos en agua de consumo se establece con referencia a los requisitos del rendimiento de las Regulaciones de Agua [5], en un valor que refleja la mejor práctica para los análisis en cuestión.

El error tolerable apropiado para cada analito depende del valor asignado. Si el valor asignado es mayor o igual (\geq) al 50% del PCV [5] entonces σ_p se establece al 12.5% del valor asignado. Si el valor asignado es menor ($<$) que el 50% del PCV, σ_p se establece al 6.25% del PCV. Cuando no hay PCV disponible se emplea 0.1 $\mu\text{g/L}$ como PCV.

La incertidumbre del valor asignado se evalúa de la misma forma que en los inorgánicos (ver sección 4.1.1).

4.2. Ensayos de Aptitud Ambientales: Aguas Residuales, Aguas Superficiales, de Alta Salinidad y Suelos

La desviación estándar para el rendimiento en los Ensayos en matrices ambientales es el 10% del Valor asignado, excepto en pH donde es 0.1 unidades de pH.

4.3. Ensayos de Aptitud de Microbiología/Parasitología en Agua de consumo y Legionella ambiental

Materiales de Ensayo

Los materiales para los Ensayos de Aptitud de Microbiología de Agua de consumo están habitualmente en forma de tableta, suministrados con o sin el diluyente asociado. Los materiales de ensayo para Ensayos de Aptitud de identificación (opción en Microbiología de Agua de consumo) son un agar inclinado que contiene el organismo. Los materiales para los Ensayos de Aptitud de Parasitología son concentrados de agua de abastecimiento en tampón fosfato salino (PBS), suspensiones concentradas en PBS conteniendo una combinación de ooquistes de *Cryptosporidium* y/o quistes de *Giardia*. Se suministran instrucciones de preparación previas al análisis.

Evaluaciones

Las evaluaciones cualitativas en los Ensayos de Aptitud de Microbiología de Agua de consumo y en Legionella ambiental informan los resultados como Satisfactorios o No satisfactorios frente a la identificación del organismo verificado presente en el material de ensayo. La evaluación se basará solamente en el género identificado. No se aceptan abreviaturas debido a que pueden ser malinterpretadas.

Las evaluaciones cuantitativas de los Ensayos de Aptitud de Microbiología de Agua de consumo y en Legionella ambiental se realizan mediante z-score.

Los Ensayos de Aptitud de Parasitología no se evalúan mediante z-score sino mediante comparación general de los resultados de los participantes. Se calcula una media y una desviación estándar para cada laboratorio además de la media robusta y desviación estándar del conjunto de todos los resultados. La eficiencia de la recuperación de los Ooquistes de *Cryptosporidium* y quistes de *Giardia* se evalúa mediante la fórmula siguiente:

$$\text{Eficiencia} = \frac{\text{numero de Ooquistes o Quistes observados}}{\text{inóculo inicial conocido}} \times 100$$

Un valor de eficiencia de recuperación del 30% o superior se considera satisfactorio.

Data Analysis and Standard Deviation (σ_p)

La desviación estándar para la aptitud en las evaluaciones cuantitativas de los Ensayos de Aptitud de Microbiología de Agua de consumo solían ser la desviación estándar robusta (cuando la media robusta se establece como el valor asignado) o la desviación estándar absoluta de la mediana sMAD (cuando la mediana se establece como el valor asignado).

Se ha implantado un nuevo proceso de evaluación de datos con dos pasos: Primero transforma los datos brutos con la raíz cuadrada. El segundo paso es aplicar una σ_p fija derivada externamente que es dependiente de cada organismo.

La transformación mediante raíz cuadrada se deriva de observar los datos de muchos años de trabajo valioso y aplicar diferentes métodos de transformación, incluyendo \log_{10} , \log_{in} y raíz cuadrada. Aunque las transformaciones logarítmicas funcionan bien para recuentos altos en matrices alimentarias son menos apropiadas para las distribuciones y recuentos observados en microbiología de aguas. Sin embargo la transformación mediante raíz cuadrada proporciona conjuntos de datos cuasi-normales, simétricos. Cuando se combina con un método robusto de localización, el valor asignado puede determinarse de forma fiable a partir del consenso.

La desviación estándar para evaluación de la aptitud (σ_p) se derivó del análisis de los mismos datos históricos de los Ensayos de Aptitud Fapas® Microbiología de Agua de consumo. Los valores de σ_p usados son 1.5 SQRTufc/100 ml para Coliformes Totales, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* y *Clostridium perfringens* y 1.25 SQRTufc/100 ml para Enterococos y 1.25 SQRTufc/ml para Recuentos de Colonias.

Este análisis de datos se verificó en paralelo sobre los resultados remitidos para tres distribuciones entre Octubre-Diciembre 2015 (MICRO 93, MICRO 94 y MICRO 95). Todos los informes de los Ensayos de Aptitud Fapas® Microbiología de Agua de consumo posterior a Enero de 2016 contienen z-scores calculadas solamente con la nueva transformación mediante raíz cuadrada y una desviación estándar fija para evaluación de la aptitud.

Este cambio no aplica en los Ensayos de Aptitud de Legionella. La desviación estándar fija para evaluación cuantitativa de la aptitud para los Ensayos de Aptitud de Legionella en agua de consumo se establece en 0.55 \log_{10} ufc/L. Este valor fue actualizado del previo de 0.35 \log_{10} ufc/L tras debate y acuerdo del Comité Asesor de Programa Fapas® de Agua y Medioambiente (LEAP) en su reunión de 24 de Septiembre de 2013.

Este método de análisis de datos en microbiología está aprobado en la ISO/TS 22117:2010 [6].

Interpretación de las evaluaciones

Esta desviación estándar fija se ha establecido en un valor que refleja la mayor práctica para el análisis y se emplea junto con el valor asignado para calcular la z-score. Los resultados recibidos de los participantes (ufc/100 ml o ufc/ml) transformados mediante raíz cuadrada por Fapas® y se aplica la nueva desviación estándar fija para la aptitud. Se solicita a los participantes que remitan en las unidades originales de ufc/100 ml o ufc/ml.

Como resultado de este desarrollo los participantes podrán observar las tendencias a lo largo del tiempo. Esto ayudará a identificar cualquier problema en curso y a mejorar las evaluaciones del rendimiento de los participantes. La consideración de un conjunto o secuencia de z-score en el tiempo proporciona información más útil que una sola z-score.

4.4. Programa de Emergencia y Programa de Sabor y Olor

El Programa de Emergencia y Programa de Sabor y Olor replica sucesos imprevistos que suceden en los suministros de agua de consumo. Ambos son episodios de contaminación llevados a cabo en tiempo real y los participantes deben de reaccionar e informar los resultados como si fuera un incidente real.

El Programa de Emergencia es para evaluar cómo responden a un incidente de contaminación química tóxica las compañías de abastecimiento de agua de consumo. Los participantes se inscriben en el Ensayo de Aptitud que se planifica dos veces al año y solo se conoce con antelación el mes de distribución. Los participantes solo saben que el ejercicio ha comenzado cuando reciben las muestras

junto con el escenario del incidente. Los resultados de los análisis se informan junto con el comentario experto de los participantes sobre la seriedad de la contaminación. Se registra la hora de la recepción de los resultados en Fapas®.

El Programa de Emergencia y Programa de Sabor y Olor es para evaluar cómo responden las compañías de abastecimiento de agua de consumo a las quejas de los usuarios sobre sabor y olor inusual en el suministro de agua. La muestra del Ensayo de Aptitud esta contaminada con productos químicos que darían un sabor u olor inusual. Se solicita a los participantes que identifican identifiquen los contaminantes usando técnicas de análisis químico pero sin usar métodos organolépticos. Se proporciona un escenario con la muestra y se informan los análisis junto con el comentario experto de los participantes sobre las posibles fuentes de contaminación.

Para el Programa de Emergencia los resultados previstos se distribuyen a los participantes un día después del cierre del Ensayo de Aptitud y antes de que se publique el informe formal.

Los informes de los Ensayos de Aptitud detallan todos los resultados de los participantes, comentarios de expertos y breves detalles del método. Además de la identificación, los participantes pueden presentar datos cuantitativos. No se realizan evaluaciones del rendimiento para estos Ensayos de Aptitud. En su lugar, se celebra una reunión abierta para todos los participantes de los diferentes Ensayos de Aptitud una vez al año. La reunión proporciona un foro de discusión en el que se discuten las mejores prácticas sobre métodos de identificación. La reunión se lleva a cabo en Fera bajo la Regla de la Casa de Chatham para permitir la discusión libre solamente dentro de los límites de la reunión.

5. REFERENCIAS

- 1 Council Directive 98/83/EC of 3 November 1998 on the quality of water intended for human consumption (European Drinking Water Directive).
- 2 ISO/IEC 17043:2010, Conformity assessment – General requirements for proficiency testing.
- 3 <http://www.ukas.com>, accessed 17/03/2017
- 4 Guidance on safeguarding the Quality of Public Water Supplies 1989.
- 5 The Water Supply (Water Quality) Regulations 2016 No. 614, Water, England and Wales
- 6 ISO/TS 22117:2010, Microbiology of food and animal feeding stuffs – Specific requirements and guidance for proficiency testing by interlaboratory comparison.

Fapas®
Fera Science Ltd (Fera)
National Agri-Food Innovation Campus
Sand Hutton
York
YO41 1LZ
UK

Tel: +44 (0)1904 462100
Fax: +44 (0)1904 500440
e-mail: info@fapas.com
web: www.fapas.com