



Servicio Argentino  
de Interlaboratorios

SAI

---

**ENSAYO DE APTITUD**

**Bifenilos Policlorados PCBs en aceite de transformador  
PRQ-06/2023**

**INFORME FINAL**

Fecha de emisión: 15 de septiembre de 2023

---

**INTI**

Lic. Fernando Kornblit  
Director  
Departamento de Calidad en  
las Mediciones

Instituto Nacional de Tecnología Industrial - Parque Tecnológico Miguelete  
Avenida Gral. Paz 5445 - CP B1650WAB - San Martín, Buenos Aires  
Teléfono (54.11) 4724 6200 / 300 / 400 - interno: 7323 [interlab@inti.gov.ar](mailto:interlab@inti.gov.ar)

APS 08-02 EMISIÓN 07/02/2023 Rev. 05



## ÍNDICE

|  |          |
|--|----------|
| <b>1. OBJETIVO</b>                                     | <b>4</b> |
| <b>2. ALCANCE</b>                                      | <b>4</b> |
| <b>3. DECLARACIÓN DE CONFIDENCIALIDAD</b>              | <b>4</b> |
| <b>4. REFERENCIAS</b>                                  | <b>5</b> |
| <b>5. RESPONSABILIDADES</b>                            | <b>5</b> |
| <b>6. ÍTEMS DE ENSAYO ENVIADOS</b>                     | <b>5</b> |
| 6.1 Preparación de los ítems de ensayo                 | 5        |
| 6.2 Homogeneidad y estabilidad                         | 5        |
| <b>7. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES</b>    | <b>6</b> |
| 7.1. Datos enviados                                    | 6        |
| 7.2. Método de ensayo                                  | 6        |
| <b>8. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS</b>    | <b>6</b> |
| <b>9. EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS</b> | <b>7</b> |
| <b>10. COMENTARIOS</b>                                 | <b>7</b> |

**INTI**



## LISTA DE PARTICIPANTES

| Laboratorio  | Dirección  |
|--|--|
| <b>BIOMED NOA SRL</b>  | Monteagudo 368, San Miguel De Tucumán, Tucumán, Argentina                  |
| <b>CEQUIMAP - UNC</b>  | Haya de la Torre y Medina Allende S/N, Córdoba Capital, Córdoba, Argentina |
| <b>Cromaquim</b>   | República Argentina 2815, Valentín Alsina, Buenos Aires, Argentina         |
| <b>FIX SUDAMERICANA S. A</b>   | Lavalle 1017, Don Bosco, Quilmes, Buenos Aires, Argentina                  |
| <b>GRUPO INDUSER S.R.L.</b>  | Castelli 1761, Lomas de Zamora, Buenos Aires, Argentina                    |
| <b>IACA LABORATORIOS S.A.</b>  | Darwin 530, Bahía Blanca, Buenos Aires, Argentina                          |
| <b>LABORATORIO CATALDI</b>   | A. Girardot 1345, Villa Ortuzar, CABA, Argentina                           |
| <b>Laboratorio Food Quality SRL</b>  | Gervasio Jose De Artigas 1735, Caba, Argentina                             |
| <b>Laboratorio Lantos SA</b>   | Echeverria 3584, CABA, Argentina   |
| <b>LAIA S.A/Laboratorio Laia</b>   | Paraguay 3014, CABA, Argentina   |
| <b>LAQEI de Russo Ana Teresita</b>   | 36 105, Mercedes, Buenos Aires, Argentina                                  |
| <b>LOS CONCE S.A.</b>  | El Partenón 1299, 9 De abril, Buenos Aires, Argentina                      |
| <b>Programa de Investigación y Análisis de Residuos y Contaminantes Químicos (PRINARC) - Facultad de Ingeniería Química - Universidad Nacional del Litoral</b> | Santiago del Estero 2654, Santa Fe, Santa Fe, Argentina                    |



## **1. OBJETIVO**

Los ensayos de aptitud brindan al laboratorio la posibilidad de iniciar acciones de mejora y fomentar la eficacia de sus procesos, y demostrar competencia técnica en la realización de sus ensayos.

El objetivo del presente ensayo de aptitud es mostrar el desempeño individual de los participantes en la determinación de bifenilos policlorados PCBs en aceite de transformador. El presente informe detalla el desarrollo del proceso de organización, las metodologías estadísticas aplicadas, la evaluación de los datos y las conclusiones obtenidas.

## **2. ALCANCE**

Se analizó el siguiente parámetro: Aroclor 1260

## **3. DECLARACIÓN DE CONFIDENCIALIDAD**

El INTI preserva la confidencialidad de los participantes mediante la asignación de un código único elegido en forma aleatoria, el cual es sólo conocido por el propio participante. El tratamiento de los resultados y el informe de estos se realizan utilizando ese mismo número.

Se informa a cada participante el número que le fue asignado para el presente ensayo de aptitud.

El personal de INTI firma un compromiso de confidencialidad.

#### **4. REFERENCIAS**

1. ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
2. ASTM D 4059-00 vigente Método de prueba standard para análisis de bifenilos policlorados en líquidos aislantes por cromatografía de gases.

#### **5. RESPONSABILIDADES**

5.1 El grupo técnico ejecutor fue integrado de la siguiente manera:

- Coordinador: Ivana Palacios
- Expertos técnicos: Lic. Julián Gigena  
Lic. Tomás Castañeda
- Experto estadístico: Prof. Silvina Forastieri

#### **6. ÍTEMS DE ENSAYO ENVIADOS**

##### **6.1 Preparación de los ítems de ensayo**

El material para el EA consiste en una muestra de aceite de transformador contaminada, diluida por el laboratorio de INTI - Depto. de Compuestos y Productos Orgánicos. Cada muestra consiste en un frasco color caramelo que contiene 5 ml de aceite PCB's conteniendo el Aroclor 1260 en una concentración menor a 50 µg/g.

##### **6.2 Homogeneidad y estabilidad**

Se verificó la homogeneidad de las muestras realizando un muestreo aleatorio de los recipientes fraccionados. El desvío entre muestras obtenido fue: 0,55 µg/g.

Se verificó la estabilidad de las muestras realizando un muestreo aleatorio de los recipientes fraccionados.

Se aplicó la instrucción del SAI: “Evaluación de la homogeneidad y estabilidad de los ítems de ensayo – IT02 PS 02”.

## 7. RESULTADOS ENVIADOS POR LOS PARTICIPANTES

### 7.1. Datos enviados

Los datos enviados por los participantes figuran en la tabla número 1 del anexo 1 y en el gráfico 1 del anexo 2. El número de cifras significativas figuran tal como fueron informadas por los participantes.

Las determinaciones fueron realizadas entre el 5 de julio y el 31 de julio período durante el cual pudo determinarse la estabilidad de las muestras.

### 7.2. Método de ensayo

En la tabla 2 del anexo 1 pueden observarse los métodos utilizados por los participantes.

## 8. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS

Se asignó como valor de referencia del interlaboratorio al valor obtenido por el laboratorio del INTI - Departamento de Compuestos y Productos Orgánicos, Subgerencia Operativa de Química y Ambiente. Los resultados son los siguientes:

**Valor de referencia:  $x_{as} = 10,8 \mu\text{g/g}$**   
**Incertidumbre expandida ( $k=2$ )  $U_{as} = 2,6 \mu\text{g/g}$**

Método de referencia utilizado: ASTM D4059-00

Luego se calculó la desviación estándar del interlaboratorio  $\sigma_{IL}$  a partir del ítem 15.3 de la norma ASTM D4059 y del ítem 4.1.1 de la norma ISO 5725.

## 9. EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS

Para evaluar el desempeño de los laboratorios participantes se utilizó el parámetro “z’ ”, definido de la siguiente manera

$$z' = \frac{x - x_{as}}{\sqrt{u_{as}^2 + \sigma_{IL}^2}}$$

Donde:

x es el resultado promedio informado por cada laboratorio.

$x_{as}$  es el valor de referencia obtenido por el laboratorio del INTI - Departamento de Compuestos y Productos Orgánicos, Subgerencia Operativa de Química y Ambiente.

$\sigma_{IL}$  es la desviación estándar interlaboratorio.

$u_{as}$  es la incertidumbre del valor de referencia.

Los valores del parámetro z’ así obtenidos pueden verse en la tabla 3 del anexo 1 y en el gráfico 2 del anexo 2.

Es posible clasificar el resultado obtenido por cada laboratorio de la siguiente forma:

$|z'| \leq 2$  satisfactorio,  $2 < |z'| < 3$  cuestionable,  $|z'| \geq 3$  no satisfactorio

## 10. COMENTARIOS

En la tabla siguiente se resume el número de participantes con determinaciones satisfactorias, cuestionables y no satisfactorias, evaluadas mediante el parámetro z’.

| $ z'  \leq 2$ | $2 <  z'  < 3$ | $ z'  \geq 3$ |
|---------------|----------------|---------------|
| 5             | 4              | 4             |



Aquellos participantes que hayan obtenido valores de  $z'$  mayores que 2 deberían revisar la metodología empleada.

**Usted puede consultar el informe en <https://www.inti.gob.ar/areas/metrologia-y-calidad/interlaboratorios> , el que estará vigente por un tiempo limitados, de detectar alguna anomalía notificar a [interlab@inti.gob.ar](mailto:interlab@inti.gob.ar).**

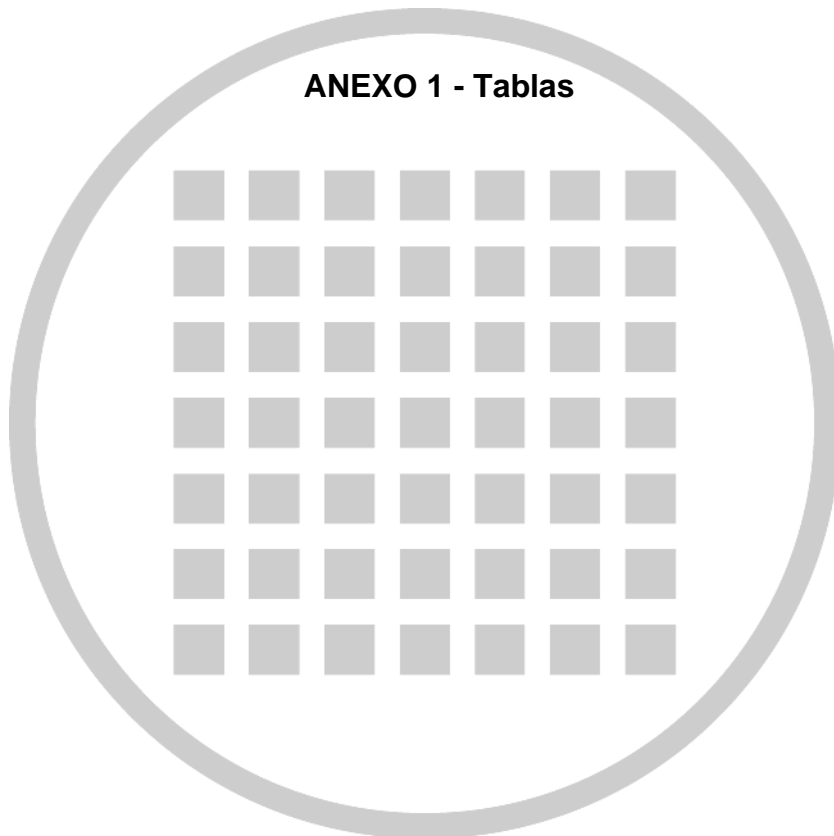
**De requerir asistencia o asesoramiento posterior, o por apelaciones, dirigirse a [interlab@inti.gob.ar](mailto:interlab@inti.gob.ar).**



INTI



**ANEXO 1 - Tablas**



**INTI**

**Tabla 1**  
**Datos enviados por los participantes**

| <b>N° Part.</b> | <b>Unidad</b> | <b>Dato</b> | <b>U exp (k=2)</b> |
|-----------------|---------------|-------------|--------------------|
| 1               | µg/g          | 6.3         | 0.3                |
| 2               | µg/g          | 5           | 36%                |
| 3               | µg/g          | 6.1         | 1.8                |
| 4               | µg/g          | 20.9        | 1.8                |
| 5               | µg/g          | 7           | 2                  |
| 6               | µg/g          | 6.1         | 0.3                |
| 7               | µg/g          | 8.88        | -                  |
| 8               | µg/g          | 27.8        | -                  |
| 9               | µg/g          | 6.8         | -                  |
| 10              | µg/g          | 8.4         | 0.35               |
| 11              | µg/g          | 10.6        | 3                  |
| 12              | µg/g          | 33.3        | 1.1                |
| 13              | µg/g          | 4.2         | 1                  |

**INTI**

**Tabla 2**  
**Métodos utilizados por los participantes**

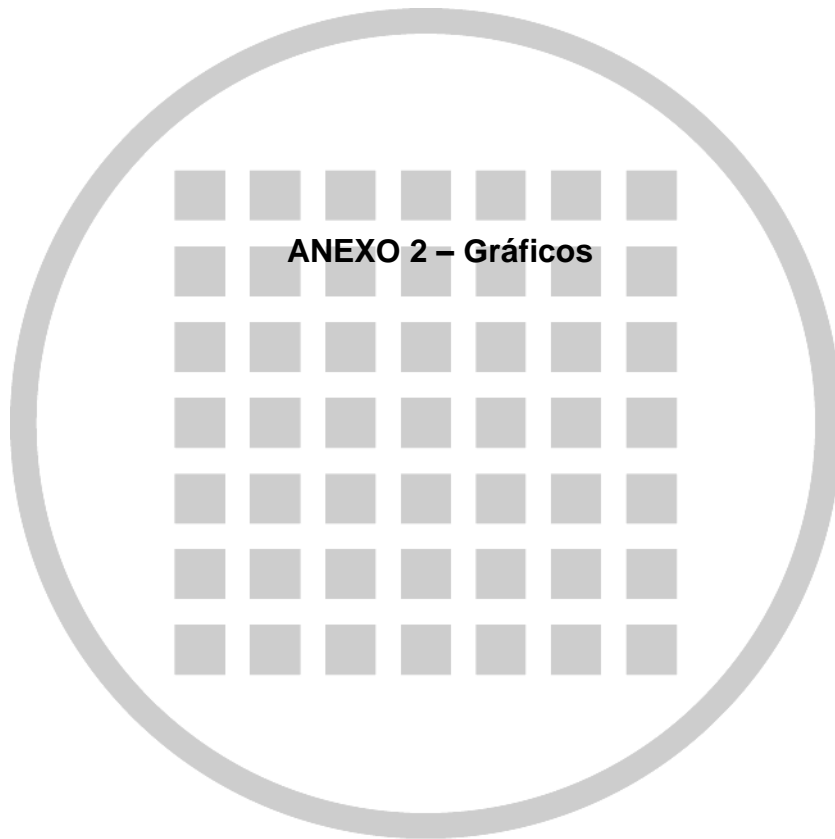
| N° | Detector                    | Columna utilizada   | Materiales de referencia utilizados   | Clean up  | Cuantificación   |
|----|-----------------------------|---|---|---|--|
| 1  | ECD 63Ni                    | SPB-5 (Capilar)   | Aroclor 1260 (Supelco)  | ácido sulfúrico   | cálculo de área bajo picos seleccionados   |
| 2  | microECD                    | 100% DMPS   | Accustandard 1260 500ug/g   | Acido   | Curva externa  |
| 3  | Captura de electrones (ECD) | Columna HP-5MS no polar<br>crosslinked methylsiloxane<br>con 5%Phenyl.<br>Longitud: 30 mts<br>Diámetro interno: 0,32 mm<br>Espesor de película: 0,25 µm | Std Aroclor 1260:<br>• Marca: Dr. Ehrenstorfer<br>Std Aroclor 1260 (Segunda fuente):<br>• Marca: AccuStandard | ácido sulfúrico/Florisil  | Por perfil cromatográfico.<br>Se calcula el área de envolvente de cada uno de ellos. |
| 4  | ECD - Ni63                  | DB-1701<br>(30m – 0,25 mm - 0,320 µm)   | Material de referencia certificado:<br>solución de Aroclor 1260<br>(1000 µg/mL en isooctano)                  | La muestra se disuelve en éter de petróleo y se adiciona ácido sulfúrico para remover interferencias. | Estándar externo. Integración de picos representativos                               |
| 5  | ECD                         | DB-608  | Aroclor 1260  | Extracción con isooctano  | Estándar externo   |
| 6  | ECD 63Ni (10mCi)            | Capilar SPB-5. 30m.   | Marca Supelco /<br>Aroclor 1260 en aceite (500ppm)  | dilución y lavado ácido (ac. Sulfúrico)   | integración de picos característicos   |
| 7  | ECD                         | DB-5  | Aroclor 1260 C-260-ST-2-PAK AccuStd   | No  | con curva de calibración   |

| N° | Detector                        | Columna utilizada   | Materiales de referencia utilizados  | Clean up                             | Cuantificación                             |
|----|---------------------------------|---|--|--------------------------------------|--|
| 8  | micro ecd                       | ELITE-5   | accustandard aroclor 12421260  | método ácido sulfúrico               | altura de picos característicos            |
| 9  | ECD                             | HP-5  | Interlaboratorio Inti 2019   | c/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (c) | -  |
| 10 | micro ECD                       | HP-5  | Accustandard<br>Aroclor 1260. Marca Accustandard   | si                                   | Área-Altura                                |
| 11 | uECD                            | HP5<br>(30m - ID 0,32mm- 0,25µm)  | 1000 µg/ml en hexano<br>Aceite de transformador (libre de PCB).<br>Marca Supelco<br>Transformer oil. Marca Sigma Aldrich | Ácido sulfúrico                      | Estándar externo                           |
| 12 | ECD<br>Agilent 6890<br>(G1530A) | HP-5<br>30m x 0,250mm x 0,25µm  | 550 ppm w/w en<br>aceite de transformador<br>Marca Accustandard  | Ácido sulfúrico                      | Curva de calibración. Picos significativos |
| 13 | MICRO ECD                       | HP-1<br>longitud: 15 m<br>espesor del film: 1,5 µm<br>diámetro interno: 0,53 mm | ACCUSTANDARD   | Florisil                             | Curva de calibración                       |

Tabla 3  
Parámetro z'

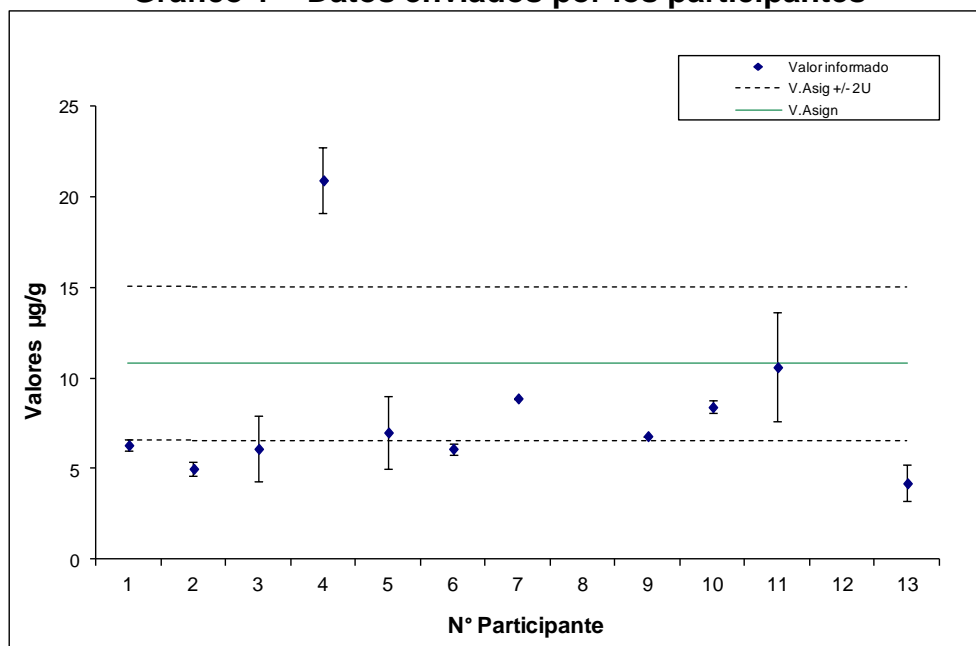
| N° Part | Parámetro z' |
|---------|--------------|
| 1       | -2.1         |
| 2       | -2.7         |
| 3       | -2.2         |
| 4       | 4.8          |
| 5       | -1.8         |
| 6       | -2.2         |
| 7       | -0.9         |
| 8       | 8.0          |
| 9       | -1.9         |
| 10      | -1.1         |
| 11      | -0.1         |
| 12      | 10.6         |
| 13      | -3.1         |

INTI



**INTI**

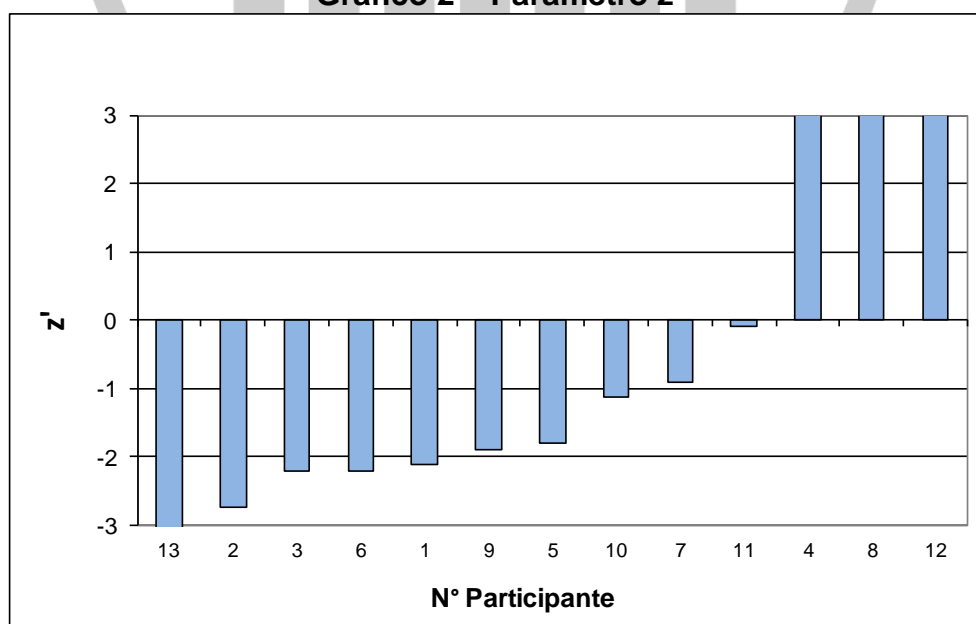
**Gráfico 1 – Datos enviados por los participantes**



Valores que exceden los límites del gráfico

| N° Part. | V.medio |
|----------|---------|
| 8        | 27.8    |
| 12       | 33.3    |

**Gráfico 2 – Parámetro z'**



Valores que exceden los límites del gráfico

| N° Part. | z'   |
|----------|------|
| 4        | 4,8  |
| 8        | 8,0  |
| 12       | 10,6 |
| 13       | -3,1 |



República Argentina - Poder Ejecutivo Nacional  
1983/2023 - 40 AÑOS DE DEMOCRACIA

**Hoja Adicional de Firmas**  
**Informe gráfico firma conjunta**

**Número:**

**Referencia:** Informe final de Determinación de bifenilos policlorados en aceite de transformador PRQ-06/23

---

El documento fue importado por el sistema GEDO con un total de 15 pagina/s.