

---

**ENSAYO DE APTITUD**

**“DETERMINACIÓN DE PCBs EN ACEITE DE TRANSFORMADOR”**

**PRQ-06/2021**

**INFORME FINAL**

Fecha de emisión: 6 de julio de 2021

---

**INTI**

Lic. Fernando Kornblit  
Director  
Departamento de Calidad en las  
Mediciones

## ÍNDICE

<b>LISTA DE PARTICIPANTES</b>	<b>3</b>
<b>1. OBJETIVO</b>	<b>5</b>
<b>2. ALCANCE</b>	<b>5</b>
<b>3. DECLARACIÓN DE CONFIDENCIALIDAD</b>	<b>5</b>
<b>4. REFERENCIAS</b>	<b>5</b>
<b>5. RESPONSABILIDADES</b>	<b>6</b>
<b>6. ÍTEMS DE ENSAYO ENVIADOS</b>	<b>6</b>
6.1 Preparación de los ítems de ensayo	6
6.2 Homogeneidad y estabilidad	6
7.1. Datos enviados	7
7.2. Métodos de ensayo	7
<b>8. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS</b>	<b>7</b>
<b>9. EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS</b>	<b>7</b>
<b>10. COMENTARIOS</b>	<b>8</b>
<b>ANEXO 1 - Tablas</b>	<b>9</b>
<b>ANEXO 2 – Gráficos</b>	<b>15</b>

**INTI**

## **LISTA DE PARTICIPANTES**

### **Biomed NOA SRL**

Monte Agudo 368  
San Miguel de Tucumán. Tucumán  
Argentina

### **Cequimap**

Haya de la Torre y Medina Allende  
Ciudad Universitaria. Córdoba Capital. Córdoba  
Argentina

### **Cromaquim**

República Argentina 2815  
Valentín Alsina. Buenos Aires  
Argentina

### **Grupo Induser SRL**

Castelli 1761  
Lomas de Zamora. Buenos Aires  
Argentina

### **Instituto Argentino de Siderurgia**

Av. Central Malvinas Argentinas 1875  
San Nicolás de los Arroyos, Buenos Aires  
Argentina

### **Instituto LanaRT – Universidad Nacional de Jujuy**

Av. Bolivia 1349  
San Salvador de Jujuy, Jujuy  
Argentina

### **Laboratorio Cataldi SRL**

Giraldot 1345  
Ciudad Autónoma de Buenos Aires  
Argentina

### **Laboratorio Food Quality SRL**

Gral. Gervasio José de Artigas 1735  
Ciudad Autónoma de Buenos Aires  
Argentina

### **Laboratorio Lantos SA**

Esteban Echeverría 140  
Florida, Vicente López, Buenos Aires  
Argentina

**LABSA S.A**

Güemes 294  
General Gutierrez, Maipú, Mendoza  
Argentina

**LAIA SA**

Paraguay 3014  
Ciudad Autónoma de Buenos Aires  
Argentina

**Los Conce SA**

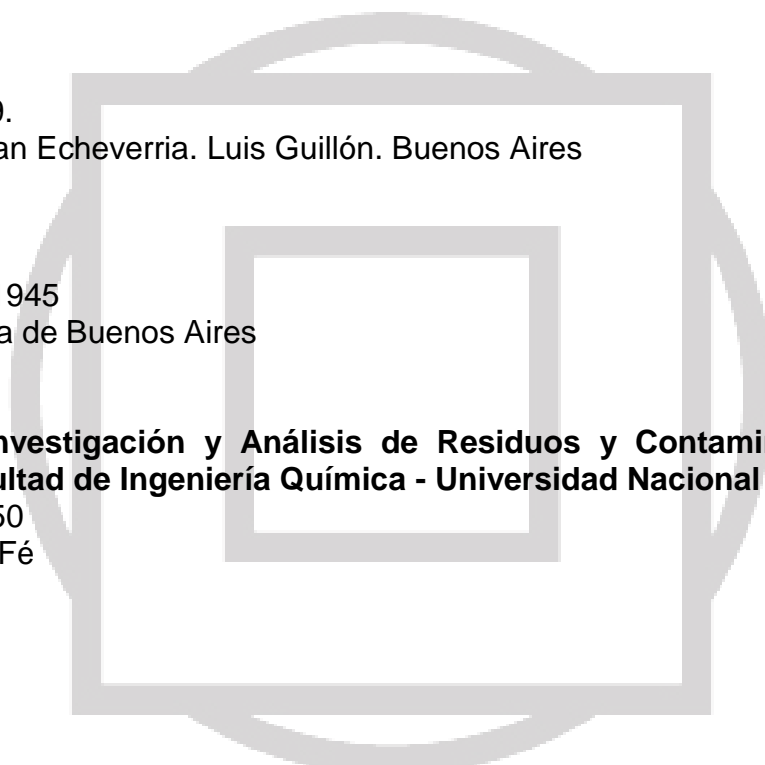
El Partenón 1299.  
9 de Abril, Esteban Echeverría. Luis Guillón. Buenos Aires  
Argentina

**Proanálisis SA**

Angel Carranza 1945  
Ciudad Autónoma de Buenos Aires  
Argentina

**Programa de Investigación y Análisis de Residuos y Contaminantes químicos  
(PRINARC) Facultad de Ingeniería Química - Universidad Nacional del Litoral**

Bv. Pellegrini 2750  
Santa Fé. Santa Fé  
Argentina



**INTI**

## **1. OBJETIVO**

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

El objetivo del presente interlaboratorio es mostrar el desempeño individual de los participantes en la determinación de diferentes concentraciones de los Arocloros 1242, 1254 y 1260 en aceite de transformador usado. 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 analizaron las concentraciones de los Arocloros 1242, 1254 y 1260 en aceite de transformador usado.

## **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 interlaboratorio.

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. ISO 5725:1994/Cor 1:2002. *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1: General principles and definitions*

3. ASTM D-4059-00 Vigente *Standard Test Method for Analysis of Polychlorinated Biphenyls in Insulating Liquids by Gas Chromatography.*

## 5. RESPONSABILIDADES

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

- Coordinadora: Bioq. Laura Gattucci (INTI-SAI)
- Expertos técnicos: Lic. Jimena Etcheverry (INTI-SOQYA)  
Lic. Tomás Castañeda (INTI-SOQYA)
- Experto estadístico: Prof. Silvina Forastieri (INTI-SAI)

## 6. ÍTEMS DE ENSAYO ENVIADOS

### 6.1 Preparación de los ítems de ensayo

Se envió una muestra de aproximadamente 5 ml, conteniendo diferentes concentraciones de los Arocloros 1242, 1254 y 1260 en aceite de transformador usado. La concentración de las muestras está por debajo de los 80 µg/g, la misma es una muestra con valor asignado por el laboratorio del INTI - Departamento de Compuestos y Productos Orgánicos, Subgerencia Operativa de Química y Ambiente, trazable a MRC NIST SRM 3080.

Se siguió el procedimiento de preparación de muestra de PCB PEM 08 V03.

El retiro de los ítems de ensayo estuvo a cargo de cada laboratorio participante.

### 6.2 Homogeneidad y estabilidad

Los procedimientos de análisis de homogeneidad y estabilidad son compatibles con las instrucciones del SAI IT02 PS02 "Evaluación de la homogeneidad y estabilidad de los ítems de ensayo". Pudo constatarse que las muestras han resultado lo suficientemente homogéneas y estables.

## 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 26 de abril y el 29 de mayo período durante el cual pudo determinarse la estabilidad de las muestras.

### 7.2. Métodos 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:  $x_{as} = 34,51 \mu\text{g/g}$**

**Incertidumbre expandida ( $k=2$ )  $U_{as} = 3,75 \mu\text{g/g}$**

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:

$\bar{x}$  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 4 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$
12	2	2

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

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

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





**INTI**

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

Part. N°	Muestra N°	Resultados µg/g			
		Dato1	Dato 2	Dato 3	U exp
1	20	35,1	36,2	35,5	3
2	23	43,5	44,1	46,7	8,9
3	11	16	15,9	16,2	-
4	30	0,65	0,59	0,70	0,19
5	25	29,1	29,4	29,4	3
6	36	36,3	37,2	36	3,2
7	1	30,2	29,9	30,2	-
8	43	27,8	28,4	28	1,5
9	17	35,7	36,9	36,1	3,1
10	3	48,1	48,5	48,9	13
11	5	34,5	34,9	35,3	8
12	31	29,82	29,47	30,99	1,4
13	40	32,8	34,2	36,8	2,1
14	38	18,9	18,6	19,0	2,2

**INTI**

Tabla 2 – Métodos declarados por los participantes

N°	Detector	Columna utilizada	Materiales de referencia utilizados	Clean up	Cuantificación
1	MICRO ECD	HP-1 longitud: 15 m espesor del film: 1,5 µm diámetro interno: 0,53 mm	ACCUSTANDARD Aroclor 1242, 1254, 1260 en aceite libre de PCB's de concentración 50 y 500 ppm	Florisil	Se confeccionaron tablas y curvas de calibración para cada Aroclor. Respuesta (Área de cada pico) en función a masa de cada PCB. La cuantificación se realizó de acuerdo con la norma ASTM D4059.
2	Captura de electrones	HP5 no polar Longitud: 30 mts, Diámetro interno: 0.32 mm, Espesor de película: 0.25 µm	Aroclor 1242, Accustandard, N° de parte C-242 ST-2, Aroclor 1254, Accustandard, N° de parte C-254 ST-2 Aroclor 1260, Accustandard, N° de parte C-260 ST-2. Decaclorobifenilo (estándar interno)	Ácido sulfúrico. Florisil	Cálculo del área de envoltorio de cada Aroclor. Curva de calibración.
3	µECD	HP-5 (30m x 0,32mm x 0,25µm)	Aroclor 1242, 1254, 1260 Supelco	Ácido sulfúrico	Contra los estándares de cada Aroclor, eligiendo los picos característicos de cada uno.
4	ECD	ULTRA II	Aroclor 1242/1254/1260 marca Accustandard 50 ppm	Florisil	Por comparación con patrones externos. Curva de calibración.
5	microECD	HP5	Aroclor 1242/1254/1260 marca Accustandard conc 500µg/g.	Ácido sulfúrico	Método estándar externo. Comparación de áreas.
6	ECD <sup>63</sup> Ni-10mCi	Capilar SPB-5 30m	Aroclor 1242/1254/1260 en solución de aceite aislante (Supelco)	Lavado ácido	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Curvas de calibración por cada Aroclor a diferentes Concentraciones.</li> <li>- Integración de picos característicos.</li> <li>- Integración de los picos a la muestra incógnita y relacionados a la curva de calibración.</li> <li>- Sumatoria de concentración de cada Aroclor presente en la muestra, para obtención de concentración final.</li> </ul>
7	microECD	Elite 5	No informa	Ácido sulfúrico	Comparación de cromatogramas. Altura de los picos característicos.
8	µECD	Megabore HP-5,	Aroclor marca Accustandard	Ácido sulfúrico y Florisil	Relación de área.

N°	Detector	Columna utilizada	Materiales de referencia utilizados	Clean up	Cuantificación
9	ECD <sup>63</sup> Ni (10mCi)	Capilar SPB-5 30 m	Soluciones de Aroclor 1242, 1254 y 1260 en aceite aislante. Marca Supelco con certificado de concentración	Dilución y lavado ácido	-Curvas de calibración por cada Aroclor (diferentes concentraciones). -Integración de picos característicos. -Integración de los picos a la muestra incógnita relacionados con curva de calibración. -Sumatoria de concentración de cada Aroclor para obtención de concentración final de PCBs.
10	ECD	DB 608	Aroclor 1260 (NIST)	Acido sulfúrico	Comparación de cromatogramas (muestra y std) buscando similitud entre áreas.
11	μECD	Dimetilpolisiloxano 30m x 0,23mm x 0,25μm	Accustandard Aroclor 1242, 1254, 1260 500μ/g	Ácido sulfúrico	Tiempo de retención de picos característicos. Estándar externo. Curva de calibración por triplicado.
12	ECD Agilent 6890 (G1530A)	HP-5 30m x 0,250mm x 0,25μm	1242/1254/1260 550 ppm w/w en aceite de transformador Marca Accustandard	Ácido sulfúrico	Se construyeron curvas de calibración con diluciones de 3 estándares, tomando solo algunos picos significativos de cada uno, que no se superpongan. Se sumaron las concentraciones finales de cada Aroclor.
13	ECD – Ni63	DB-1701 (30m – 0,25 mm - 0,320 μm)	Arocloros 1242, 1254, 1260 Marca SUPELCO	Ácido sulfúrico	Se seleccionan picos representativos del Aroclor 1242, y de la mezcla 1254/1260 y se obtiene el área total para los mismos. Se compara el cromatograma de la muestra con el cromatograma de concentración de los estándares. El resultado se afecta por el % de recuperación obtenido
14	μ-ECD	DB-1701	Arocloros 1242, 1254 y 1260 Soluciones de 100 μg/ml. Marca Accustandard	Ácido sulfúrico. Florisil	Suma de áreas. Corrección según la dilución efectuada y realizando suma total

INTI

**Tabla 3**  
**Desvíos respecto del valor medio interlaboratorio**

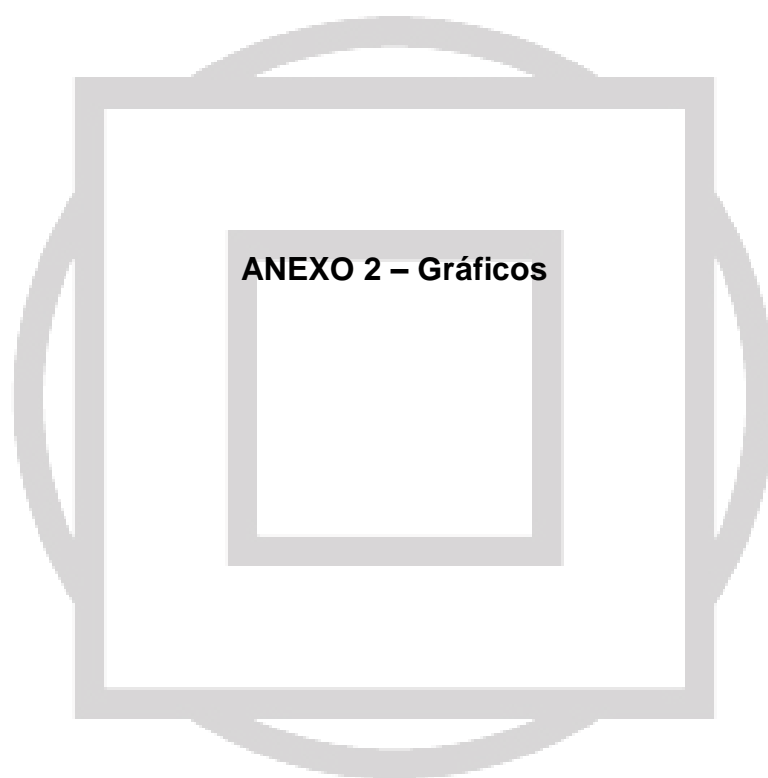
<b>Part. N°</b>	<b>V. medio (µg/g)</b>	<b>% desv.VMIL</b>
1	35,6	3,1
2	44,8	29,7
3	16,0	-53,5
4	0,65	-98,1
5	29,3	-15,1
6	36,5	5,8
7	30,1	-12,8
8	28,1	-18,7
9	36,2	5,0
10	48,5	40,5
11	34,9	1,1
12	30,09	-12,8
13	34,6	0,2
14	18,8	-45,4

**INTI**

**Tabla 4**  
**Parámetro z'**

<b>N° Part</b>	<b>z'</b>
<b>1</b>	0,2
<b>2</b>	1,9
<b>3</b>	-3,4
<b>4</b>	-6,2
<b>5</b>	-1,0
<b>6</b>	0,4
<b>7</b>	-0,8
<b>8</b>	-1,2
<b>9</b>	0,3
<b>10</b>	2,5
<b>11</b>	0,1
<b>12</b>	-0,8
<b>13</b>	0,0
<b>14</b>	-2,9

**INTI**



**INTI**

Gráfico 1 - Datos enviados por los participantes

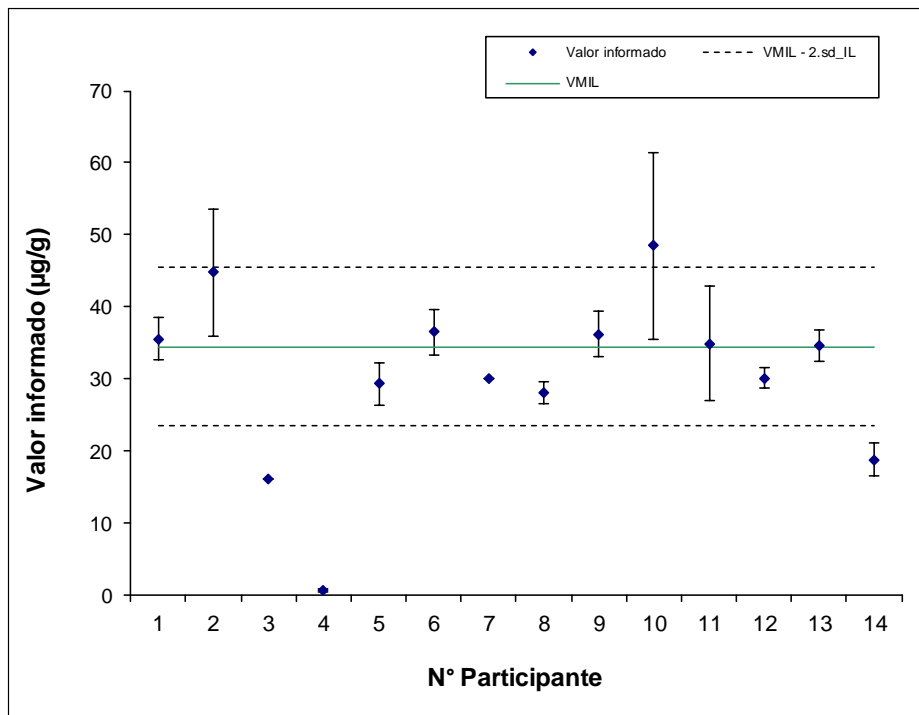
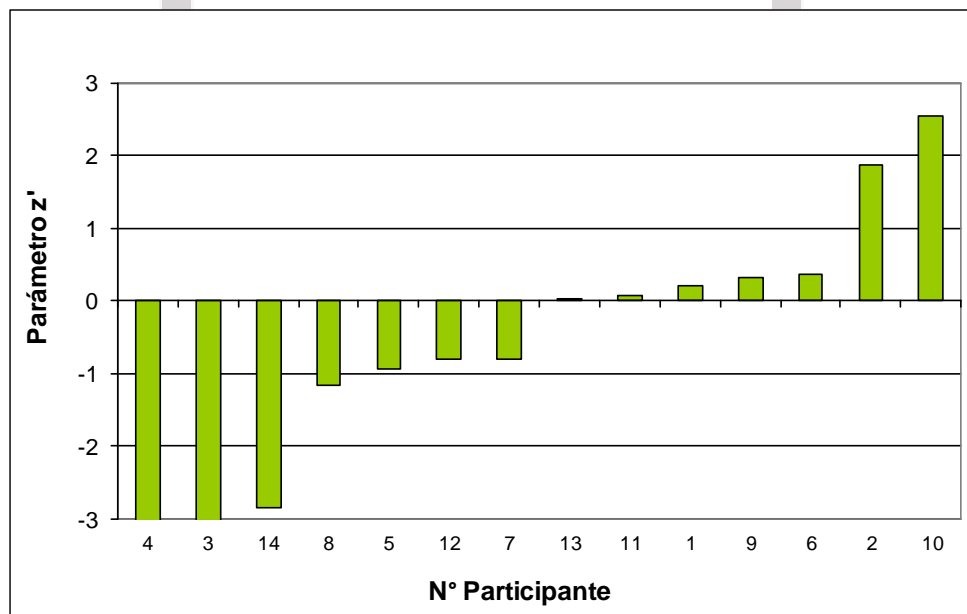


Gráfico 2 – Parámetro z'



Datos que exceden los valores del gráfico

Participante	z'
4	-6,2
3	-3,4





República Argentina - Poder Ejecutivo Nacional  
2021 - Año de Homenaje al Premio Nobel de Medicina Dr. César Milstein

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

**Número:**

**Referencia:** INFORME FINAL INTERLABORATORIO PCB

---

El documento fue importado por el sistema GEDO con un total de 16 pagina/s.