

ENSAYO DE APTITUD

“BTEX, 10mo.”

(BTEX = Benceno, Tolueno, Etilbenceno y Xilenos)

ID: EA16310

Junio 2025

PROVEEDOR:

Comité de Ensayos de Aptitud

Fundación Química Argentina

Mendoza 457

Morón – Buenos Aires

Coordinación del Programa de Ensayos de Aptitud:

Dra. Mercedes Valerga

E-mail: interlaboratorios@cofilab.org.ar

Tel: (54-11) 4483 5621

1. INTRODUCCIÓN

Los criterios establecidos para la realización del presente ensayo y las responsabilidades adquiridas por el CEA y por los LABORATORIOS participantes, son los consignados en el documento: MCEA72005: “Guía para el desarrollo y funcionamiento de los ensayos de aptitud”, del cual se envía copia adjunta a la invitación a participar.

2. ORGANIZACIÓN Y DISEÑO DEL ENSAYO

2.1. Modalidad: Evaluación de competencia técnica ó desempeño.

2.2. Frecuencia de los ensayos: Anual.

2.3. Diagnóstico de desempeño: Puntuación z y gráficos de Youden.

2.4. Muestras: Preparadas a partir de una solución concentrada de los hidrocarburos a determinar en metanol, diluida en agua desmineralizada.

Una vez obtenido el stock de solución, se envasan muestras de aproximadamente 50 mL en frascos de vidrio con tapa inviolable.

Las muestras se identifican de tal forma de hacer trazable la secuencia de envasado.

2.5. Niveles de concentración: Dos niveles de concentración de cada analito. Cada laboratorio participante recibirá dos muestras (A y B).

Nota: Las concentraciones de cada analito en ambas muestras son cercanas pero no iguales. Esto es necesario para llevar a cabo el análisis de Youden.

2.6. Acondicionamiento: Las muestras deberán mantenerse en refrigerador aproximadamente a 4 °C inmediatamente de recibidas y se analizarán por lo menos 24 hs después de permanecer a esta temperatura.

2.7. Analitos o características a determinar y rangos de concentración:

Nro.	Característica a determinar	Rango de concentración	Unidades
1	Benceno	50 a 200	µg/L
2	Tolueno	50 a 200	µg/L
3	Etilbenceno	50 a 200	µg/L
4	Xilenos (o-; m-; p-)	50 a 200	µg/L

Nota: Los laboratorios que no tengan implementadas técnicas analíticas para algunas de las características mencionadas podrán participar igualmente en este EA, determinando sólo aquellas que estén en capacidad de realizar.

2.8. Método analítico a utilizar: Cada laboratorio participante utilizará la metodología habitual que tenga implementada. Es importante que el método utilizado se informe con precisión en la “Hoja de Informe de Resultados”.

2.9. Número de réplicas: Solamente deberá informarse un resultado para cada analito de cada muestra recibida, este resultado será el obtenido siguiendo sus procedimientos de rutina. Si en su procedimiento de rutina Ud. realiza una determinación deberá informar este resultado. Si realiza una o más réplicas, deberá informar el promedio. Este EA está diseñado para evaluar el desempeño de su laboratorio en condiciones habituales, **no en condiciones tomando precauciones especiales.**

2.10. Analistas: Las determinaciones deberán ser realizadas por analistas que habitualmente realicen estos ensayos, pudiendo participar más de un analista. Para la ejecución de los ensayos los analistas deben estar en contacto directo con el Coordinador de Enlace del laboratorio y deben tener acceso al procedimiento MCEA72005: “Guía para el desarrollo y funcionamiento de los ensayos de aptitud” y a la información que se detalla en este documento, comprometiéndose a su fiel cumplimiento.

2.11. Cifras significativas y unidades: El número de cifras significativas utilizadas en el informe de resultados queda a criterio del participante. Las unidades a utilizar serán las expresadas en la “Hoja de Informe de Resultados”, descartándose resultados expresados en unidades diferentes. Es importante que el resultado analítico esté expresado con el mismo número de cifras decimales que la incertidumbre que se informa.

2.12. Incertidumbre analítica: Define la incertidumbre asociada al resultado analítico informado. Deberá informarse la incertidumbre expandida con un nivel de cobertura de $k = 2$ (nivel de confianza del 95%). Se expresará con las mismas unidades del resultado analítico. Sería conveniente que todos los participantes informen la incertidumbre asociada al resultado analítico. En el caso de no disponerse de esta estimación, igualmente serán procesados los resultados informados.

En el estudio del ensayo se realiza un análisis cualitativo del conjunto de las incertidumbres informadas por los participantes, aunque las mismas no se utilizan para calcular los estadísticos de desempeño.

2.13. Informe de resultados: Los resultados de las determinaciones deben ser reportados en el formulario “Hoja de Informe de Resultados” que se envía por correo electrónico a los participantes. Se evitará informar “no detectado”, “menor que” o “mayor que”. Los resultados informados de esta forma, serán descartados en la evaluación final, y si correspondiera, contabilizados como “No satisfactorios”.

Notas:

- 1) Los resultados informados con posterioridad a la fecha tope establecida no podrán ser ingresados a la evaluación estadística y serán rechazados.
- 2) En el caso de imponderables los participantes podrán solicitar una ampliación de los plazos fijados para la entrega de los resultados indicando el motivo de la solicitud. El Coordinador del EA, una vez evaluadas las razones invocadas, podrá homologar un plazo razonable de tolerancia, vencido el cual no podrán admitirse informes.
- 3) Con el objeto de prevenir entregas fuera de término y otorgar extensiones en los plazos si correspondiera, el CEA, faltando 2 días para el vencimiento de los plazos, enviará un e-mail a cada uno de los participantes que no hayan enviado aún sus resultados, a modo de recordatorio.

2.14. Análisis estadístico: El análisis estadístico de los resultados será realizado por el Evaluador estadístico del CEA conforme a la norma “INTERNATIONAL STANDARD, ISO 13528: Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons”.

En el presente ensayo de aptitud los procedimientos de cálculo a utilizar se resumen en la Tabla siguiente:

Cálculo de:	Método de análisis
Determinación del Valor Asignado	Por consenso de los laboratorios participantes. (Método robusto estadísticamente sustentable y número suficiente de participantes).
Evaluación de homogeneidad y estabilidad de las muestras	A partir de los datos de los participantes: Regresión en función del orden de envasado (homogeneidad) y en función de la demora del análisis (estabilidad).
Desviación Estándar para la evaluación de desempeño	Desviación estándar robusta, o desviación estándar a partir de análisis de regresión de valores históricos, o desviación estándar de bibliografía. A criterio del Evaluador Estadístico.
Incertidumbre estándar del valor asignado.	Fracción de la desviación estándar robusta.
Incertidumbre expandida del valor asignado.	La incertidumbre expandida es la incertidumbre estándar multiplicada por un factor de cobertura de $k = 2$, para un nivel de confianza de aproximadamente el 95%.

El Informe Final, una vez aprobado por el CEA, será remitido a la Coordinación del EA para su distribución.

Nota: En el caso que algún participante esté en desacuerdo con algún aspecto de la evaluación de su desempeño, puede apelar la misma dirigiéndose al Coordinador del EA, por cualquier medio que le resulte conveniente (teléfono, e-mail, etc.).

2.15. Confidencialidad: Una vez completada la Hoja de Informe de Resultados por el participante, éste debe enviarla por correo electrónico al Coordinador del EA. Dentro de las 48 horas hábiles de recibida, el Coordinador del EA remitirá la Hoja de Informe de Resultados completada con un número de código para resguardar la identidad de su laboratorio. La garantía de confidencialidad está reglamentada en el documento MCEA42002: “Confidencialidad”. El mismo está disponible a solicitud de los participantes.

NOTA MUY IMPORTANTE: En el caso de no recibir el número de código de su laboratorio en el plazo establecido, el participante deberá reclamar al Coordinador del EA por cualquier medio que considere conveniente, tomando recaudo de que su reclamo ha sido recibido.

Una vez producido el reclamo, el Coordinador del EA se comunicará con el participante (reclamante) dentro de las 24 horas hábiles con el fin de comunicarle las razones que expliquen el motivo del reclamo y las acciones tomadas para resolverlo y evitar su repetición.

2.16. Laboratorios certificados por el COFILAB. Los laboratorios certificados por el COFILAB aceptan de conformidad que el CEA informe al COFILAB los resultados de desempeño obtenidos en cada uno de los EA en que participen. El informe al COFILAB se realiza en forma estrictamente confidencial. El compromiso de garantía de confidencialidad con los laboratorios participantes se hace extensivo a los miembros del COFILAB que hacen uso de esta información.

2.17. Cronograma del Ensayo de Aptitud

Acciones	Fechas de cumplimiento
1. Invitación a participar	22/may/25 al 10/jun/25
2. Preparación de muestras	11/jun/25 al 25/jun/25
3. Distribución de las muestras	26/jun/25 al 10/jul/25
4. Ejecución de los ensayos	10/jul/25 al 23/jul/25
5. Fecha tope de recepción de resultados	25 de julio de 2025
6. Fecha tope para la emisión del Informe Final y envío del Cuestionario de Evaluación	29 de agosto de 2025
7. Recepción del Cuestionario de Evaluación	05 de septiembre de 2025
8. Emisión de certificados	15 de septiembre de 2025

Notas:

- 1) De no concretarse algunas de las acciones indicadas en las fechas establecidas, el participante deberá reclamar en forma inmediata.
- 2) El servicio de distribución de las muestras será subcontratado.
- 3) Se notificará sin demora a los participantes todo cambio en el diseño u operación del programa de EA.
- 4) Los participantes cuentan con asesoramiento permanente del Coordinador del EA durante el transcurso de la ronda, de todo lo relativo al ensayo y a la evaluación de desempeño.

3. RESUMEN DE ACTIVIDADES A REALIZAR

Actividades a realizar en el EA y responsabilidades			
Nro.	Actividad	Responsable	
		CEA	Laboratorio
1	Enviar la invitación a participar.	✓	
2	Enviar Ficha de inscripción.		✓
3	Confirmar la inscripción.	✓	
4	Preparar los ítems de ensayo.	✓	
5	Distribuir los ítems de ensayo y enviar el Protocolo Técnico.	✓	
6	Confirmar la recepción de las muestras y documentos.		✓
7	Realizar las determinaciones analíticas correspondientes.		✓
8	Remitir los resultados analíticos al Coordinador del EA		✓
9	Confirmar la recepción de resultados analíticos enviados.	✓	
10	Recibir los resultados y enviar el nro. de código para garantizar confidencialidad.	✓	
11	Realizar la evaluación estadística de los resultados y preparar del Informe Final.	✓	
12	Enviar el Informe Final y el Cuestionario de Evaluación a los Laboratorios participantes.	✓	
13	Comunicar la recepción del Informe Final y retornar el Cuestionario de Evaluación completado.		✓
14	Emitir los Certificados de Participación y/o Desempeño a los Laboratorios participantes, conforme a documento MCEA71003, disponible a solicitud de los participantes.	✓	

4. MUESTRA DE HOJA DE INFORME DE RESULTADOS

Los participantes recibirán vía e-mail, la “Hoja de informe de resultados” en formato Excel, y deberá ser devuelta en el mismo formato (no pasar a PDF), a fin de que -una vez completada-, pueda enviarse por correo electrónico al Coordinador del EA y ser procesada correctamente. Una muestra de la planilla mencionada se presenta a continuación:

PROGRAMA:		BTEX	Fecha	jun 2025	ID:	EA16310
Nombre del Laboratorio:						
Nombre del Coordinador de Enlace:						
Fecha de remisión:						
LABORATORIO N°		<i>(espacio reservado para informar el número de código de su laboratorio)</i>				
Característica (analito)	Fecha de ejecución (d/mmm/aa)	Muestra A		Muestra B		Unidades
		ID: A	ID: B	ID: B	ID: B	
		Valor	±	Valor	±	
Benceno						µg/L
Tolueno						µg/L
Etilbenceno						µg/L
Xilenos (o-; m-; p-)						µg/L
NOTAS 1) Usar separador decimal con coma (,) no usar puntos (.), marcar con x las casillas que no tengan información, comentarios solo en la casilla "Observaciones". 2) Valor = resultado de la medición de la característica o nivel de concentración del analito. 3) ± = incertidumbre expandida (95%) asociada al resultado informado. 4) Indique las opciones que correspondan a su método utilizado con una "X", en las Tablas adjuntas.						
Técnicas de extracción		Opción				
1. Headspace estático, SHS						
2. Headspace dinámico, DHS						
3. Método de purga y trampa, PyT						
4. Extracción líquido-líquido, ELL						
5. Destilación al vacío, VD						
6. Destilación azeotrópica, AD						
7. Extracción en fase sólida, SPE						
8. Otro (1)						
Cromatografía de gas utilizada		Opción				
1. Alta resolución (columna capilar), HRGC						
2. Columna normal, GC						
3. Otro (2)						
Detector utilizado		Opción				
1. Ionización de llama, FID						
2. Espectrometría de masas, MS						
3. Fotoionización, PID						
4. Otro (3)						
NOTA: Si su opción fue "Otro", indique resumidamente en qué consiste. (1) _____ (2) _____ (3) _____						
OBSERVACIONES: (línea nueva Alt+Enter)						
<i>Comité de Ensayos de Aptitud</i>						

---Fin---