



# Evolución y últimas modificaciones del programa de ensayo interlaboratorios PICC-MET

Póster. XII Congreso Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo. Valencia 20-23 de noviembre de 2001.

José Bartual  
Centro Nacional de Condiciones de Trabajo. INSHT  
cnctinsht@mtas.es

## Introducción

La participación en programas de ensayo de aptitud por intercomparación de laboratorios permite a éstos evaluar y demostrar de un modo objetivo la fiabilidad de los datos que producen. La participación en estos programas está recomendada para la acreditación de los laboratorios.

El Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo mantiene desde 1987 un programa de ensayo interlaboratorios para análisis de plomo inorgánico y cromo (Cr III) en aire, PICC-MET, como parte de su Programa Interlaboratorios de Control de Calidad (PICC) dirigido a laboratorios que se ocupan en el análisis de muestras de higiene laboral. La participación en este programa es gratuita y se garantiza la confidencialidad de los resultados.

En los dos últimos años se han introducido en este programa varios cambios con el objetivo de adaptarlo progresivamente a las recomendaciones de las Normas recientemente elaboradas sobre ensayos de aptitud. Se exponen en este trabajo las características actuales del programa PICC-MET, con las modificaciones introducidas últimamente en el tratamiento estadístico aplicado a los resultados de los laboratorios y en los informes que se ofrecen a los participantes. Se incluyen datos de participación y nivel de los resultados generales que se vienen obteniendo.

## Funcionamiento del programa

### Preparación de las muestras

Como soporte de las muestras se utilizan filtros de membrana Millipore tipo AA de 37 mm de diámetro y 0,8 µm de tamaño de poro.

Para cada envío se preparan cuatro disoluciones acuosas diferentes, conteniendo distintas cantidades de plomo y cromo. Se efectúa sobre los filtros una única deposición de 50 µl de estas disoluciones, utilizando un dispensador programable Hamilton y una jeringa de precisión.

El sistema de deposición utilizado garantiza que la variabilidad entre las muestras de una misma serie sea mínima e independiente de las cantidades de analito depositadas.

La mayor fuente de variabilidad está originada por la dispensación repetida de los 50 µl de las disoluciones. La variabilidad de esta dispensación, determinada por gravimetría, muestra un C.V inferior a 0,07 %.

El contenido de plomo de las muestras está comprendido entre 10 y 80 µg/filtro, y el contenido de cromo entre 6 y 60 µg/filtro.



## Características de los envíos

Cada envío consta de cuatro muestras que contienen cantidades diferentes de ambos metales, siempre dentro de los intervalos indicados, y de una muestra en blanco, constituida por un filtro sin adicionar, para su utilización como control interno.

La frecuencia de los envíos es de cuatro al año y el plazo para la recepción de los resultados es de 4-5 semanas. No se exige la utilización de ninguna metodología analítica específica, aunque es general la utilización de la técnica de Absorción Atómica.

## Tratamiento estadístico de los resultados

El tratamiento estadístico de los resultados sigue las recomendaciones del documento IUPAC 1993: The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories (IUPAC, ISO and AOAC).

En primer lugar se calculan los valores 'asignados', que corresponden al promedio, por muestra y analito, de los resultados obtenidos por los laboratorios, después de excluir los resultados extremos considerados anómalos.

Se considera como resultados anómalos aquellos situados fuera de los límites:

$$L_{\text{inf.}} = q_1 - 1,5 d$$

$$L_{\text{sup.}} = q_2 + 1,5 d$$

donde  $q_1$  es el cuartil inferior,  $q_2$  es el cuartil superior y  $d$  es la amplitud intercuartil del respectivo conjunto de valores.

A continuación se normalizan todos los resultados, dividiéndolos por los correspondientes valores 'asignados'.

Se calcula el 'Valor-z' ( $V_z$ ), correspondiente a cada resultado, que indica la desviación del mismo respecto de su valor 'asignado' en unidades de desviación típica. Responde a la expresión:

$$V_z = (x - x_0) / s$$

donde  $x$  es el resultado particular,  $x_0$  su valor 'asignado' y  $s$  la desviación típica. Si los resultados están normalizados  $x_0 = 1$ .

El valor de  $s$  aplicado corresponde a un coeficiente de variación para todos los resultados normalizados del 6% . Este coeficiente de variación es un valor diana que se considera apropiado para determinar la calidad en este tipo de análisis.

La exactitud de los resultados analíticos se evalúa de acuerdo con la siguiente clasificación:

$|V_z| \leq 2$  RESULTADOS SATISFACTORIOS

$2 < |V_z| < 3$  RESULTADOS DISCUTIBLES

$|V_z| \geq 3$  RESULTADOS INSATISFACTORIOS

Se calcula, además, el índice de calidad de los resultados ( $IV_z$ ) por analito y laboratorio.



Es una medida de la calidad de los resultados. Cuanto menor sea el IVz mejor es la calidad de los resultados. Se calcula mediante la expresión:

$$IVz = \sum_i (Vz)_i^2 / n$$

donde n es el número de valores Vz incluidos en el cálculo (n = 4).

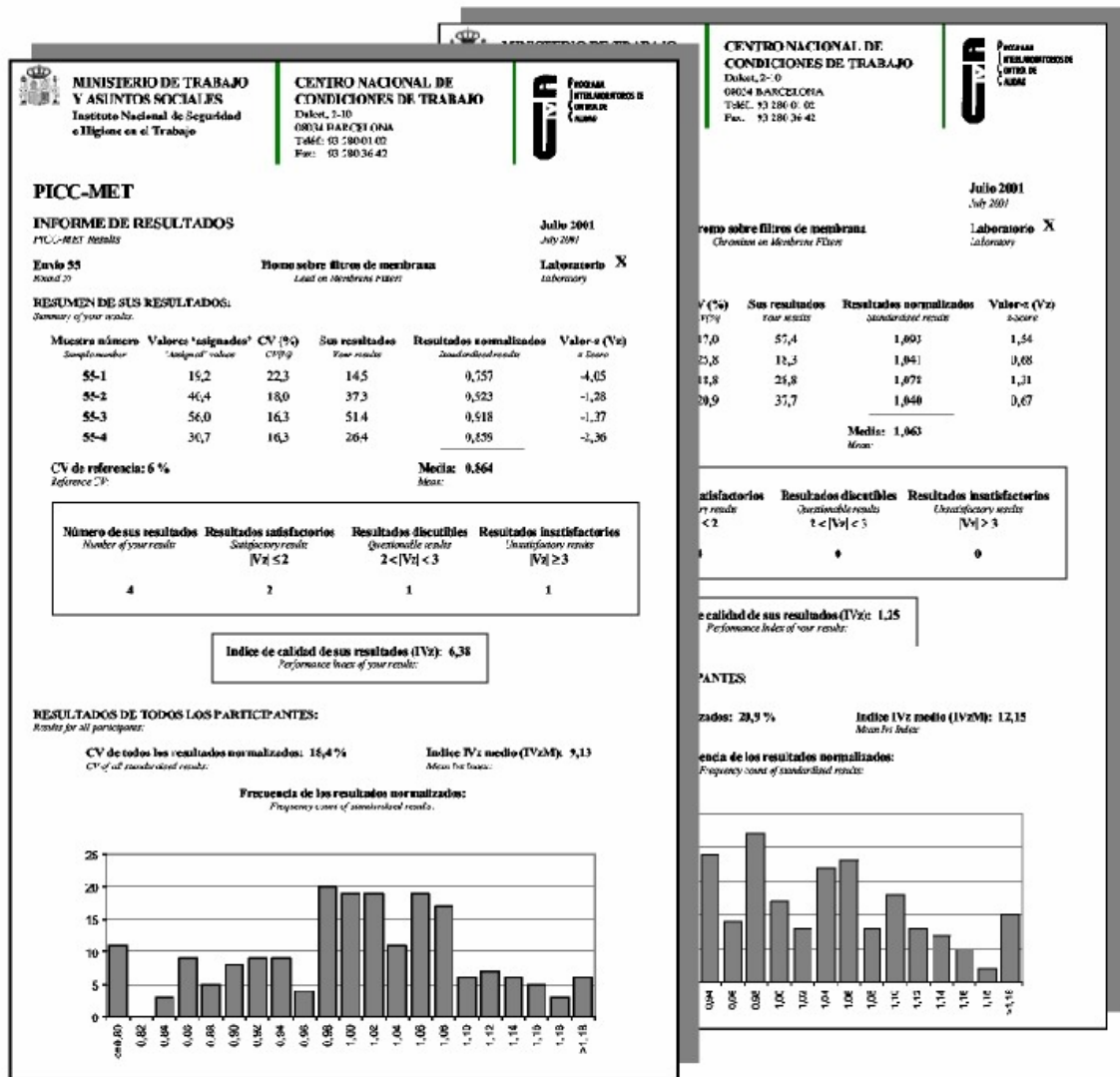
También se calcula el índice IVz medio (IVzM) por analito de todos los resultados (n = 4 × laboratorios participantes). Este índice permite a los laboratorios comparar la calidad de sus resultados con la calidad media de todos los resultados.

### **Informe de resultados**

Los laboratorios participantes en el programa reciben un informe, para cada metal, sobre sus resultados particulares y el resultado conjunto de cada envío.

El informe incluye, los valores 'asignados', el coeficiente de variación del conjunto de resultados de cada muestra, los resultados particulares del laboratorio, los resultados particulares normalizados y la media de éstos, los valores Vz, la clasificación de los resultados en función de los valores Vz y el índice de calidad IVz del laboratorio. Se acompaña, además, el coeficiente de variación de todos los resultados normalizados, el índice medio IVzM de éstos y un gráfico de frecuencia de los mismos.

(c) INSHT



## Participación en el programa

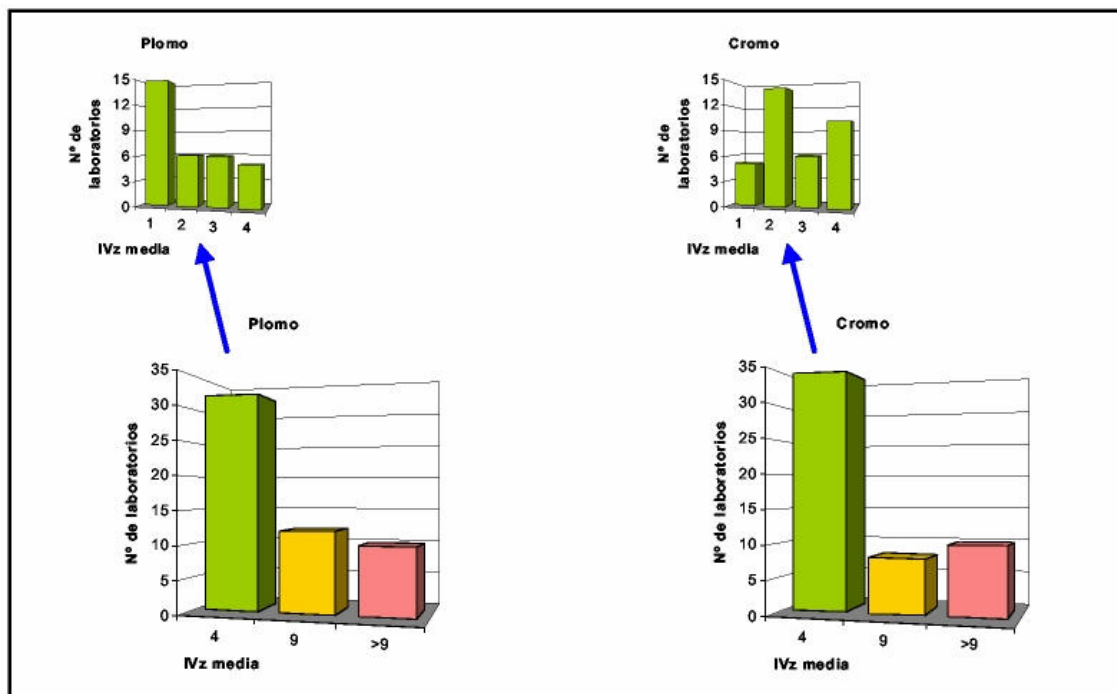
Actualmente participan en el programa 56 laboratorios, 13 de los cuales son extranjeros. La participación en el programa continúa abierta a todos los laboratorios que lo soliciten.

## Resultados

El informe de resultados del PICC-MET no incluye ningún índice tendencia de la eficacia o su promedio en las últimas rondas. En su defecto, los valores medios del Índice de calidad IVz de cada laboratorio en los últimos 4 envíos del programa pueden representar el promedio de calidad conseguido por los laboratorios durante el último año de participación en el mismo. Estos valores medios pueden considerarse satisfactorios si son inferiores a 4, discutibles si están comprendidos entre 4 y 9, e insatisfactorios si son superiores a 9.

A continuación se representa la frecuencia de dichos índices medios de calidad para el análisis de plomo y cromo. La proporción de laboratorios con los diferentes índices de calidad que se muestra en la figura permanece bastante estable en las últimas rondas del programa. Destaca la diferente distribución de los laboratorios con índices inferiores a 4 para el plomo y para el cromo. En el primer caso una mayoría de laboratorios presenta índices excelentes inferiores a 1, mientras en el segundo caso se muestra una

dispersión superior. La proporción de laboratorios con índices insatisfactorios es prácticamente igual para el análisis de plomo que para el de cromo: 0,185 y 0,189 respectivamente.



## Conclusiones

El informe de resultados, con inclusión de los nuevos índices de calidad, que se ofrece a los participantes en el programa PACC-MET permite a éstos controlar y documentar mejor la calidad de sus determinaciones de plomo y cromo en aire.

El nuevo tratamiento estadístico utilizado para determinar los valores 'asignados' compensa mejor la influencia de los resultados extremos aberrantes, aunque esta influencia persiste en grado superior al deseado.

La proporción de laboratorios con resultados medios insatisfactorios no alcanza el 20%.

El programa PACC-MET ofrece una posibilidad inmediata y gratuita a los laboratorios implicados en el análisis de plomo y cromo en muestras ambientales para controlar y demostrar la calidad de sus determinaciones y facilita su acreditación para este tipo de análisis.